

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 2689 : 2007
ASTM D 874 – 06**

Xuất bản lần 3

**DẦU BÔI TRƠN VÀ CÁC CHẤT PHỤ GIA –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH TRO SUNPHAT**

Lubricating oils and additives - Determination of sulphated ash

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 2689 : 2007 thay thế TCVN 2689 : 1995.

TCVN 2689 : 2007 tương đương với ASTM D 874 – 06 *Test method for sulphated ash from lubricating oils and additives.*

TCVN 2689 : 2007 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn
TCVN/TC28/SC2 *Nhiên liệu lỏng – Phương pháp thử*
biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng
đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Dầu bôi trơn và các chất phụ gia – Phương pháp xác định tro sunphat

Lubricating oils and additives – Test method for determination of sulphated ash

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tro sunphat của dầu bôi trơn chưa sử dụng có chứa phụ gia và tro sunphat của các phụ gia đậm đặc ở dạng hỗn hợp. Các phụ gia này thường chứa một hoặc nhiều các kim loại: bari, canxi, magie kẽm, kali, natri và thiếc. Các nguyên tố lưu huỳnh, photpho và clo cũng có thể có mặt ở dạng liên kết.

1.2 Đối với các loại dầu chứa phụ gia không tro áp dụng phương pháp này sẽ bị hạn chế khi lượng tro sunphat nhỏ hơn 0,02 % khối lượng. Phương pháp này cũng áp dụng được cho giới hạn thấp hơn, với tro sunphat là 0,005 % khối lượng.

CHÚ THÍCH 1 Phương pháp này không dùng để phân tích các dầu động cơ đã sử dụng hoặc dầu có chứa chi. Cũng không nên áp dụng để phân tích dầu bôi trơn không chứa phụ gia, đối với những loại dầu như vậy thường dùng TCVN 2690 (ASTM D 482).

CHÚ THÍCH 2 Rõ ràng magie không phản ứng giống các kim loại kiềm thổ khác trong phép thử này. Nếu có mặt các phụ gia chứa magie, thì phải chú ý khi đánh giá số liệu.

CHÚ THÍCH 3 Dầu có chứa molypden có thể cho kết quả thấp, vì các hợp chất của molypden không bảo toàn tại nhiệt độ tạo tro.

1.4 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khoẻ cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 2689 : 2007

TCVN 2690 (ASTM D 482) Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định tro.

TCVN 6777 (ASTM D 4057) Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thủ công.

ASTM D 1193 Specification for reagent water (Yêu cầu kỹ thuật đối với nước dùng trong phòng thử nghiệm).

ASTM D 4177 Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu tự động).

ASTM D 6299 Practice for applying statistical quality assurance techniques to evaluate analytical measurement system performance (Phương pháp kỹ thuật thống kê về đảm bảo chất lượng để đánh giá hệ thống thiết bị đo lường phân tích).

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1 Định nghĩa

3.1.1 *Tro sunfat (sulfated ash)* – Lượng cặn còn lại sau khi mẫu đã được cacbon hoá và được xử lý tiếp tục với axit sunfuric và nung đến khối lượng không đổi.

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Mẫu được mồi cháy và đốt cho đến khi chỉ còn lại tro và cặn cacbon. Sau khi để nguội cặn, cho xử lý với axit sunfuric và nung ở 775 °C cho đến khi quá trình oxy hoá cacbon hoàn toàn. Sau đó tro được để nguội, xử lý lại với axit sunfuric và nung ở 775 °C đến khối lượng không đổi.

5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Hàm lượng tro sunfat được dùng để cho biết nồng độ các phụ gia chứa kim loại đã biết trong dầu mới. Khi không có photpho thì bari, canxi, magiê, natri và kali sẽ biến đổi thành các muối sunfat, thiếc và kẽm biến đổi sang dạng oxit của chúng (Chú thích 5). Lưu huỳnh và clo không gây ảnh hưởng, nhưng khi có mặt của photpho cùng với các kim loại, thì nó sẽ tồn tại dưới dạng photphat kim loại một phần hay toàn bộ trong tro sunphat.

CHÚ THÍCH 4 Do kẽm sunfat chậm phân hủy thành oxit kẽm ở nhiệt độ bắt cháy như được mô tả trong phương pháp này, các mẫu chứa kẽm sẽ cho các giá trị khác nhau trừ khi sunfat kẽm được biến đổi hoàn toàn thành dạng oxit.

5.2 Vì trong dầu có các nguyên tố gây nhiễu, nên giá trị tro sunfat thu được theo thực nghiệm có thể không giống với giá trị tro sunfat tính toán từ việc phân tích nguyên tố. Việc hình thành các chất không phải tro sunfat như vậy phụ thuộc vào nhiệt độ hoá tro, thời gian hoá tro và thành phần các hợp chất kim loại có trong dầu. Do đó chỉ tiêu sunfat không được áp dụng trong yêu cầu kỹ thuật của sản phẩm, nếu không có sự thoả thuận rõ ràng giữa người mua và người bán về độ không tin cậy của hàm lượng tro, giá trị này được biểu thị là tổng hàm lượng kim loại.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 *Cốc hoặc chén bay hơi* – Dung tích từ 50 ml đến 100 ml đối với mẫu có tro sunfat lớn hơn 0,02 % khối lượng hoặc dung tích từ 120 ml đến 150 ml với mẫu có tro sunfat nhỏ hơn 0,02 % khối lượng. Cốc (chén) được làm bằng sứ, thuỷ tinh chịu nhiệt hoặc platin. (**Cảnh báo** – Không sử dụng chén platin khi mẫu chứa các nguyên tố như photpho vì chúng sẽ ăn mòn platin trong điều kiện thí nghiệm.)

CHÚ THÍCH 5 Để nhận được kết quả tốt nhất, đối với mẫu chứa tro sunfat ít hơn 0,1% khối lượng nên sử dụng chén platin. Giá trị độ chụm nêu trong điều 13 áp dụng cho loại mẫu này.

6.2 *Lò nung điện* – Lò nung có khả năng duy trì nhiệt độ ở $775^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$. Nên có các lỗ ở phía trước và sau lò nung tạo ra sự thông gió tự nhiên thổi nhẹ qua lò.

6.3 Cân, có độ chính xác đến 0,1 mg.

7 Hóa chất

7.1 *Độ tinh khiết của thuốc thử* – Các thuốc thử tinh khiết hoá học sẽ được sử dụng trong tất cả các thí nghiệm. Nếu không có các chỉ dẫn khác thì tất cả các thuốc thử phải phù hợp theo yêu cầu kỹ thuật của Uỷ ban thuốc thử dùng cho phân tích thuộc Hiệp hội Hoá học Mỹ, hoặc các thuốc thử khác được công nhận là thuốc thử hoá học. Các loại khác cũng có thể sử dụng được nếu biết là có độ tinh khiết đủ cao, khi sử dụng không làm giảm độ chính xác của phép xác định.

7.2 *Độ tinh khiết của nước* – Nếu không có qui định riêng thì nước dùng trong phép thử này được hiểu là nước cất loại II hoặc loại III, theo ASTM D 1193, hoặc nước cất có độ tinh khiết tương đương.

7.3 *Dầu khoáng có độ tro thấp* – Dầu trắng có tro sunfat thấp hơn giới hạn được xác định theo phương pháp này.

CHÚ THÍCH 6 Xác định tro sunfat của dầu này theo quy trình nêu từ 9.1 đến 9.11 dưới đây, bằng cách sử dụng 100 g dầu trắng, cân chính xác đến 0,5 g trong chén platin có dung tích từ 120 ml đến 150ml. Trừ đi mẫu trắng là axit sunfuaric như được nêu ở 9.11.

TCVN 2689 : 2007

**7.4 Axit sunfuric (khối lượng riêng tương đối 1,84) – Axit sunfuaric đậm đặc (H_2SO_4).
(Cảnh báo – Độc, ăn mòn, chất oxi hoá mạnh).**

7.5 Axit sunfuric (1+1) – Chuẩn bị bằng cách cho thêm từ từ một thể tích axit sunfuric đậm đặc (khối lượng riêng tương đối 1,84) vào một thể tích nước tương ứng rồi khuấy mạnh. (Cảnh báo – Trộn axit vào nước sẽ tỏa nhiệt đáng kể. Khi cần, nên để nguội dung dịch trước khi đổ thêm axit vào. Không để dung dịch sôi).

7.6 Rượu propanol - 2 (Cảnh báo – Dễ bắt lửa, có thể gây nổ khi bay hơi hoặc lúc gần khô).

7.7 Toluene (Cảnh báo – Dễ bắt lửa, độc).

7.8 Mẫu kiểm soát chất lượng (QC), của một hoặc nhiều loại sản phẩm dầu mỏ có tính ổn định và đặc điểm cho mẫu. Sử dụng các mẫu kiểm soát chất lượng (QC) để kiểm tra tính hiệu lực của quá trình thí nghiệm như mô tả trong điều 12.

8 Lấy mẫu

8.1 Lấy mẫu theo TCVN 6777 (ASTM D 4057) hoặc D 4177. Mẫu cần trộn kỹ trước khi chuyển đến phòng thử nghiệm.

9 Cách tiến hành

9.1 Lựa chọn kích cỡ hoặc chén bay hơi phù hợp với khối lượng mẫu cần thiết (xem 9.3).

9.2 Nung cốc hoặc chén bay hơi ở nhiệt độ $775^{\circ}C \pm 25^{\circ}C$ ít nhất trong 10 phút. Để nguội đến nhiệt độ phòng trong vật chứa phù hợp và cân chính xác đến 0,1 mg.

CHÚ THÍCH 7 Dụng cụ chứa cốc hoặc chén bay hơi để làm nguội không được chứa chất hút ẩm.

9.3 Cân vào cốc hoặc chén một lượng mẫu như sau:

$$W = 10/a \quad (1)$$

trong đó

W là khối lượng mẫu thí nghiệm, tính bằng gam;

a là tro sunfat dự đoán, tính bằng phần trăm khối lượng.

Tuy nhiên không lấy lượng mẫu vượt quá 80 g. Trong trường hợp lượng phụ gia của dầu bôi trơn chứa tro sunfat bằng hoặc lớn hơn 2 % khối lượng, thì pha loãng lượng mẫu đã cân trong chén nung với 10 lần khối lượng mẫu dầu khoáng có tro thấp.

CHÚ THÍCH 8 Nếu khối lượng tro sunfat xác định được chênh lệch gấp hơn hai lần khối lượng tro sunfat dự đoán, thi tiến hành phân tích lại với khối lượng mẫu khác đã tính từ lần phân tích ban đầu.

9.4 Đun nóng cốc hoặc chén mẫu cẩn thận cho đến khi mẫu có thể cháy thành ngọn lửa. Duy trì nhiệt độ sao cho mẫu tiếp tục cháy đều và ôn hoà. Khi ngừng cháy thi tiếp tục nung nóng đến khi không có khói hoặc hơi thoát ra.

9.4.1 Nếu mẫu có hơi ẩm thì sẽ tạo bọt và làm thất thoát mẫu, thi loại bỏ mẫu này và cho thêm vào mẫu mới khoảng từ 1 ml đến 2ml propanol-2 nồng độ 99 % trước khi đun nóng (**Cảnh báo** – Đề cháy). Nếu thấy chưa được thi cho thêm vào mẫu 10ml hỗn hợp có cùng thể tích củatoluen (**Cảnh báo** – Đề cháy, hơi độc) và propanol-2 rồi trộn kỹ. Đặt một vài mẫu giấy lọc không tro vào trong hỗn hợp mẫu rồi đun nóng. Khi giấy bắt đầu cháy thi phần lớn nước đã được loại bỏ.

9.5 Để cốc nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó làm ẩm hoàn toàn cặn bằng cách thêm từng giọt axit sunfuric (khối lượng riêng tương đối 1,84). Cẩn thận đun nóng cốc trên bếp điện kín ở nhiệt độ thấp hoặc trên đèn khò để tránh bắn toé và tiếp tục đun nóng cho đến khi không còn hơi bay ra.

9.6 Đặt chén vào lò nung ở nhiệt độ từ $775^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ và tiếp tục nung đến khi oxy hoá hoàn toàn hoặc gần hoàn toàn cặn cacbon.

9.7 Để chén nguội đến nhiệt độ phòng. Cho thêm 3 giọt nước và 10 giọt axit sunphuric (1+1). Lắc nhẹ chén sao cho cặn bên trong được làm ẩm hoàn toàn. Nung chén lại theo 9.5.

9.8 Đặt cốc hoặc chén lại vào lò nung ở nhiệt độ từ $775^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ và duy trì nhiệt độ trong vòng 30 phút (xem Chú thích 9). Để nguội cốc hoặc chén đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm phù hợp (xem Chú thích 7).

CHÚ THÍCH 9 Qua nghiên cứu của hai phòng thử nghiệm riêng biệt, bằng cách nung cặn tro sunfat trong thời gian kéo dài (ví dụ qua đêm) trong lò nung ở nhiệt độ từ $775^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ khác với thời gian 30 phút như trong 9.8 qui định, người ta nhận thấy có sự khác biệt đáng kể về kết quả tro sunfat. Nghiên cứu chỉ ra rằng kết quả tro sunfat thu được từ mẫu để trong lò nung qua đêm thấp hơn so với kết quả nung trong thời gian 30 phút. Sự phân tích nhiệt trong lượng cũng xác nhận rằng các mẫu khi được thử nghiệm tiếp tục giảm khối lượng ở nhiệt độ 775°C theo hàm thời gian. Do vậy, thời gian nung 30 phút là đủ để tiến hành phương pháp thử nghiệm. Những chi tiết nghiên cứu cụ thể có thể tìm được trong báo cáo nghiên cứu RR: D02 – 1597.

CHÚ THÍCH 10 Dialkyl kẽm hoặc alkaryl dithiophotphat và dầu chứa phụ gia thường có thể có cặn màu đen ở giai đoạn này. Trong trường hợp này làm lại thao tác trong 9.7 và 9.8 cho đến khi thu hồi được cặn trắng.

9.9 Cân cốc hoặc chén và cặn chính xác đến 0,1 mg.

9.10 Làm lại lham tác 9.8 và 9.9 cho đến khi cân hai lần liên tiếp không khác nhau quá 1,0 mg.

CHÚ THÍCH 11 Bình thường thực hiện một lần là đủ, trừ phi tồn tại hàm lượng kẽm cao thì có thể cần làm lại ba hoặc bốn lần nung.

9.11 Đối với mẫu dự đoán có tro sunfat là 0,02 % khối lượng hoặc ít hơn, thì xác định mẫu trắng axit sunfuric bằng cách thêm 1 ml axit sunfuric đậm đặc vào cốc hoặc chén platin đã được cân bì, nung nóng cho đến khi không còn hơi thoát ra và sau đó nung ở nhiệt độ từ $775^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ khoảng 30 phút trong lò nung. Để nguội cốc hoặc chén đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (xem Chú thích 7) và cân chính xác đến 0,1 mg. Nếu có tro của axit sunfuric thì điều chỉnh lượng tro sunfat thu được bằng cách lấy tổng khối lượng tro sunfat của mẫu thử trừ đi lượng tro của axit sunfuric được xác định từ tổng khối lượng axit sunfuric đã dùng và lượng cân của tro thu được từ 1 ml mẫu trắng axit. Sử dụng khối lượng đã điều chỉnh này, w, để tính phần trăm tro sunfat hiện tại.

10 Tính toán kết quả

10.1 Tính tro sunfat theo phần trăm của mẫu ban đầu như sau:

$$\text{Tro sunfat, \% khối lượng} = (w/W) \times 100 \quad (2)$$

trong đó

w là khối lượng tro sunfat, tính bằng gam;

W là khối lượng mẫu được dùng, tính bằng gam.

11 Báo cáo kết quả

11.1 Báo cáo kết quả chính xác đến 0,001 % khối lượng đối với các mẫu có tro dưới 0,02 % khối lượng, và chính xác đến 0,01 % khối lượng đối với các mẫu có tro sunfat cao hơn. Phương pháp thử TCVN 2689 (ASTM D 874).

12 Kiểm soát chất lượng

12.1 Xác nhận đặc tính kỹ thuật của thiết bị hoặc của quy trình thử nghiệm thông qua việc phân tích mẫu kiểm soát chất lượng QC (xem 7.8).

12.1.1 Khi đã có các văn bản về kiểm soát chất lượng QC/ Đảm bảo chất lượng (QA) cho điều kiện thử nghiệm, thì có thể sử dụng các văn bản này để khẳng định độ tin cậy của kết quả thử.

12.1.2 Nếu không có các văn bản về QC/QA cho điều kiện thí nghiệm. Phụ lục B có thể được áp dụng như là hệ thống QC/QA.

13 Độ chụm và độ lệch

13.1 Độ chụm của phương pháp thí nghiệm này được xác định theo phương pháp thống kê các kết quả thử nghiệm liên phòng như sau:

13.1.1 Đối với tro sunfat nằm trong khoảng 0,005 % khối lượng và 0,10 % khối lượng.

13.1.1.1 *Độ lặp lại* – Sự chênh lệch giữa hai kết quả thử nghiệm thu được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, với cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài có điều kiện thử không đổi, thao tác bình thường và chính xác theo phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị sau :

$$r = 0,047 \cdot X^{0,85} \quad (3)$$

trong đó:

X là giá trị trung bình của hai kết quả.

13.1.1.2 *Độ tái lập (R)* – Sự chênh lệch giữa các kết quả đơn lẻ và độc lập thu được do hai thí nghiệm viên khác nhau làm việc ở những phòng thí nghiệm khác nhau, trên một mẫu thử như nhau, trong một thời gian dài, trong điều kiện thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị sau:

$$R = 0,189 \cdot X^{0,85} \quad (4)$$

trong đó:

X là giá trị trung bình của hai kết quả.

13.1.1.3 Số liệu về mẫu thử được nêu trong Bảng 1.

CHÚ THÍCH 12 Các giá trị độ chụm trong phạm vi từ 0,005 % khối lượng đến 0,10 % khối lượng tro sunfat, thu được bằng phương pháp thống kê các kết quả thử nghiệm liên phòng trong chương trình hợp tác ASTM-IP thực hiện năm 1975. Chỉ sử dụng chén platin.

Bảng 1 – Độ chụm của các mức thấp hơn 0,10 %

Tro sunfat, % khối lượng	Độ lặp lại	Độ tái lập
0,005	0,0005	0,0021
0,010	0,0009	0,0038
0,05	0,0037	0,0148
0,10	0,0066	0,0267

13.1.2 Đối với tro sunfat từ 0,11 % khối lượng đến 25 % khối lượng.

13.1.2.1 *Độ lặp lại* – Sự chênh lệch giữa hai kết quả thử nghiệm thu được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài có điều kiện thử không đổi thao tác bình thường và chính xác theo phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị sau :

$$r = 0,060 \cdot X^{0,75} \quad (5)$$

trong đó:

X là giá trị trung bình của hai kết quả.

13.1.2.2 *Độ tái lập (R)* – Sự chênh lệch giữa các kết quả đơn lẻ và độc lập thu được do hai thí nghiệm viên khác nhau làm việc ở những phòng thí nghiệm khác nhau, trên một mẫu thử như nhau, trong một thời gian dài, trong điều kiện thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị sau:

$$R = 0,142 \cdot X^{0,75} \quad (6)$$

trong đó

X là giá trị trung bình của hai kết quả.

13.1.2.3 Số liệu về mẫu thử được nêu trong Bảng 2.

CHÚ THÍCH 13 Các giá trị độ chụm trong phạm vi từ 0,10 % khối lượng đến 25 % khối lượng tro sunfat, thu được bằng phương pháp thống kê các kết quả thử nghiệm liên phòng trong chương trình hợp tác ASTM-IP thực hiện năm 1981.

Bảng 2 – Độ chụm của các mức cao hơn 0,10 %

Tro sunfat, % khối lượng	Độ lặp lại	Độ tái lập
0,5	0,036	0,084
1,0	0,060	0,142
5,0	0,201	0,475
10,0	0,337	0,799
20,0	0,567	1,343
25,0	0,671	1,588

13.2 Độ lệch – Không có vật liệu đối chứng nào phù hợp cho việc xác định độ lệch của quy trình trong phương pháp thử nghiệm này để xác định hàm lượng tro.

Phụ lục A

(tham khảo)

Kiểm soát chất lượng

A.1 Kiểm soát chất lượng

A.1.1 Xác nhận hoạt động của thiết bị hoặc quy trình thử thông qua việc phân tích mẫu kiểm soát chất lượng (QC).

A.1.2 Trước khi thực hiện quá trình đo, người sử dụng phương pháp này cần phải xác định giá trị trung bình và các giới hạn kiểm soát của mẫu QC (xem ASTM D 6299 và MNL 7).

A.1.3 Ghi các kết quả của QC và phân tích bằng biểu đồ kiểm soát hoặc bằng các kỹ thuật thống kê tương đương để xác định tình trạng của toàn bộ quá trình thử nghiệm (xem ASTM D 6299 và MNL 7). Nghiên cứu tìm hiểu các số liệu lạc ngoài vùng kiểm soát để tìm nguyên nhân.

A.1.4 Khi không qui định rõ trong phương pháp thử nghiệm, thì tần suất thử nghiệm QC tuỳ thuộc vào việc đánh giá kết quả phép đo, độ ổn định của quá trình thử nghiệm và phụ thuộc vào các yêu cầu của khách hàng. Thông thường tiến hành phân tích mẫu QC hàng ngày. Tần suất kiểm tra có thể tăng lên nếu số lượng phân tích mẫu ngày càng lớn. Tuy nhiên khi đã công bố là việc thử nghiệm đang được tiến hành theo phương pháp kiểm soát thống kê thì tần suất thử nghiệm QC có thể giảm đi. Phải kiểm tra định kỳ độ chụm của phép thử mẫu QC theo độ chụm của phương pháp thử ASTM quy định để đảm bảo chất lượng các số liệu.

A.1.5 Khuyến cáo từng loại mẫu QC được thử nghiệm thường xuyên là đại diện cho nhiên liệu được thử nghiệm hàng ngày. Nguồn cung cấp QC phải luôn sẵn sàng để sử dụng cho kế hoạch đã định và phải đảm bảo đồng đều, ổn định trong điều kiện bảo quản qui định. Các hướng dẫn thêm về QC và kỹ thuật lập biểu đồ kiểm soát, xem ASTM D 6299 và MNL 7.
