

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 7990 : 2008**

**ASTM D 2500 - 05**

Xuất bản lần 1

**SẢN PHẨM DẦU MỎ –  
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐIỂM SƯƠNG**

*Petroleum products – Test method for determination of cloud point*



Add: 8 Hoang Quoc Viet, Cau G  
Tel: (84-4) 37564268 - Fax: (84-4)  
Website: [www.tcvninfo.org.vn](http://www.tcvninfo.org.vn)

**HÀ NỘI - 2008**  
This copy has been made by Int  
Center for Standards, Metrology

### Lời nói đầu

TCVN 7990 : 2008 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với *ASTM D 2500-05 Standard Test Method for Cloud Point of Petroleum Products* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 2500-05 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 7990 : 2008 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn Quốc gia TCVN/TC28/SC5 *Nhiên liệu sinh học* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định điểm sương

*Petroleum products – Test method for determination of cloud point*

### 1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định điểm sương dưới 49 °C của các sản phẩm dầu mỏ và nhiên liệu diesel sinh học trong suốt, với lớp chất dày 40 mm.

CHÚ THÍCH 1 Chương trình thử nghiệm liên phòng với các sản phẩm dầu mỏ có độ màu bằng hoặc thấp hơn 3,5 theo phương pháp ASTM D1500. Độ chụm được công bố trong phương pháp thử này không áp dụng cho các mẫu có màu ASTM lớn hơn 3,5.

1.2 Tiêu chuẩn này không đề cập đến các qui tắc an toàn liên quan đến việc áp dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm lập ra các qui định thích hợp về an toàn và sức khoẻ, đồng thời phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn qui định trước khi sử dụng. Các quy định cụ thể về các nguy hiểm, xem Điều 7.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. 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).

ASTM D 1500 Test Method for ASTM color of petroleum products (ASTM color scale) (Phương pháp xác định màu ASTM của sản phẩm dầu mỏ) (Thang đo màu ASTM).

ASTM E 1 Specification for ASTM liquid-in-glass thermometers (Nhiệt kế thủy tinh – Yêu cầu kỹ thuật).

### 3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1 Định nghĩa các thuật ngữ dùng trong tiêu chuẩn này:

#### 3.1.1

**Điêzen sinh học (biodiesel)**

Nhiên liệu bao gồm các este mono-alkyl của các axit béo mạch dài được chuyển hóa từ các dầu thực vật, hoặc mỡ động vật, ký hiệu là B100.

**3.1.1.1 Giải thích** – Đêzen sinh học là sản phẩm điển hình của phản ứng giữa dầu thực vật hoặc mỡ động vật với rượu như metanol hoặc etanol trong sự có mặt của chất xúc tác để nhận được các este mono và glycerin. Nhiên liệu này có chứa 14 loại axit béo khác nhau, được chuyển hóa thành các este metyl axit béo (FAME).

### 3.1.2

#### **Hỗn hợp đêzen sinh học (biodiesel blend)**

Hỗn hợp của nhiên liệu đêzen sinh học với nhiên liệu đêzen gốc dầu mỏ, ký hiệu là BXX, trong đó: XX là % thể tích đêzen sinh học .

### 3.1.3

#### **Điểm sương của sản phẩm dầu mỏ và đêzen sinh học (cloud point in petroleum and petroleum products)**

Nhiệt độ của mẫu chất lỏng mà tại đó xuất hiện một lượng rất nhỏ những tinh thể hydrocacbon đầu tiên, khi mẫu được làm lạnh ở những điều kiện qui định.

**3.1.3.1 Giải thích** – Đối với nhiều nhà quan sát, việc kết tụ những tinh thể sáp giống như một mảng băng trắng hoặc làn sương màu trắng sữa, do vậy trên cơ sở đó đặt tên của phương pháp. Làn sương xuất hiện khi nhiệt độ của mẫu đủ thấp để các tinh thể sáp hình thành. Đối với nhiều mẫu, những tinh thể đầu tiên tạo thành từ phần tương vòng cung phía dưới của bình thử, do nhiệt độ ở đó là thấp nhất. Kích thước và vị trí của đám sương hoặc đám kết tụ tại điểm sương là rất khác nhau, tùy thuộc vào bản chất của mẫu. Với một số mẫu, những đám kết tụ tạo thành lớn, dễ quan sát, còn với một số mẫu khác chỉ xuất hiện vừa đủ để cảm nhận.

**3.1.3.2 Giải thích** – Khi làm lạnh mẫu đến nhiệt độ thấp hơn điểm sương thì các tinh thể sẽ phát triển theo nhiều hướng. Ví dụ, từ vòng tròn phía dưới bình thử, các tinh thể tiến vào trung tâm của bình hoặc hướng thẳng góc lên trên. Khi nhiệt độ hạ xuống, các tinh thể tạo thành vòng tròn ở đáy của bình, tiếp theo là kết tinh toàn bộ đáy bình. Tuy nhiên, điểm sương được định nghĩa là nhiệt độ mà tại đó những tinh thể đầu tiên xuất hiện, không phải là lúc tinh thể tạo thành vòng tròn hoặc một lớp sáp ở đáy bình thử.

**3.1.3.3 Giải thích** – Nói chung, dễ dàng phát hiện điểm sương của các mẫu với các đám kết tụ rộng và tạo thành nhanh, ví dụ như các mẫu parafin. Sự tương phản giữa độ mờ đục của đám kết tụ và chất lỏng cũng rõ ràng hơn. Ngoài ra, đôi khi có thể trông thấy những đốm nhỏ phản xạ lấp lánh ở bên trong của đám kết tụ, khi mẫu được chiếu sáng tốt. Đối với các mẫu khác khó hơn, như các mẫu naphtenic, cắt mạch bằng hydro cracking và các mẫu mà tính chất dòng lạnh của chúng bị thay đổi về mặt hóa học, làm khó khăn cho việc nhận biết đám sương đầu tiên xuất hiện. Khi tốc độ phát triển của tinh thể chậm, mức tương phản độ mờ đục yếu thì ranh giới của đám kết tụ càng rộng ra. Khi nhiệt độ của các mẫu này giảm xuống dưới điểm sương thì kích thước của đám kết tụ tăng lên và có thể làm mờ toàn bộ mẫu. Sự mờ đục toàn bộ mẫu dần trở nên rõ ràng

hơn khi nhiệt độ của mẫu hạ xuống, hiện tượng này cũng có thể là do vết nước gây nên, không phải là sự tạo thành các tinh thể sáp (xem Chú thích 4). Với những mẫu khó này thì việc làm khô mẫu trước khi phân tích có thể loại bỏ được ảnh hưởng nêu trên.

**3.1.3.4 Giải thích** – Mục đích của phương pháp xác định điểm sương là phát hiện sự có mặt các tinh thể sáp trong mẫu. Tuy nhiên, lượng vết nước và các hợp chất vô cơ cũng có thể có mặt. Mục đích của phương pháp là phát hiện nhiệt độ, mà tại đó chất lỏng trong mẫu bắt đầu chuyển từ một pha lỏng sang hệ thống hai pha có chứa cả chất rắn và chất lỏng. Phương pháp này không nhằm mục đích kiểm tra sự chuyển pha của các thành phần lượng vết, ví dụ như nước.

#### 4 Tóm tắt phương pháp

Mẫu được làm lạnh với một tốc độ qui định và kiểm tra định kỳ. Nhiệt độ mà tại đó quan sát thấy một đám sương đầu tiên ở đáy của bình thử sẽ được ghi lại là điểm sương.

#### 5 Ý nghĩa và sử dụng

Đối với các sản phẩm dầu mỏ và nhiên liệu diesel sinh học thì điểm sương của các sản phẩm dầu mỏ là một chỉ số về nhiệt độ thấp nhất mà chúng được sử dụng trong những lĩnh vực khác nhau.

#### 6 Thiết bị, dụng cụ (xem Hình 1)

**6.1 Bình thử**, ống hình trụ bằng thủy tinh trong suốt, đáy bằng, đường kính ngoài từ 33,2 mm đến 34,8 mm và cao từ 115 mm đến 125 mm. Đường kính trong của bình từ 30 mm đến 32,4 mm, chiều dày thành bình không lớn hơn 1,6 mm. Bình có vạch dấu chỉ độ cao của mẫu là  $54 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ , tính từ mặt trong của đáy bình.

**6.2 Nhiệt kế**, có dải đo như qui định dưới đây và phù hợp với ASTM E 1, hoặc tiêu chuẩn kỹ thuật của các nhiệt kế chuẩn IP.

Nhiệt kế	Dải nhiệt độ đo	Số nhiệt kế	
		ASTM	IP
Điểm sương và đông đặc cao	-38 °C đến + 50 °C	5C	1C
Điểm sương và đông đặc thấp	-80 °C đến + 20 °C	6C	2C

**6.3 Nút bấc**, để đậy khít bình thử, tâm có khoét lỗ để cắm nhiệt kế

**6.4 Ống bao**, ống hình trụ bằng kim loại hoặc thủy tinh kín nước, đáy bằng, sâu khoảng 115 mm, đường kính trong từ 44,2 mm đến 45,8 mm. Ống được đỡ, tránh các rung động mạnh và trụ vững ở vị trí thẳng đứng trong bể làm lạnh (6.7), sao cho không nhô cao hơn 25 mm tính từ bề mặt của môi trường làm lạnh.

**6.5 Đĩa đệm**, bằng bấc hoặc nilon, dày 6 mm, lắp khít vào đáy trong của ống bao.

6.6 Vòng đệm, hình tròn, dày khoảng 5 mm, lắp khít vòng quanh bên ngoài ống thử và vừa bên trong ống bao. Vòng đệm có thể bằng cao su, da hoặc vật liệu khác, miễn là có độ đàn hồi đủ để bám chặt vào bình thử và đủ cứng để giữ nguyên được hình dạng. Mục đích là tránh cho bình thử chạm vào ống bao.

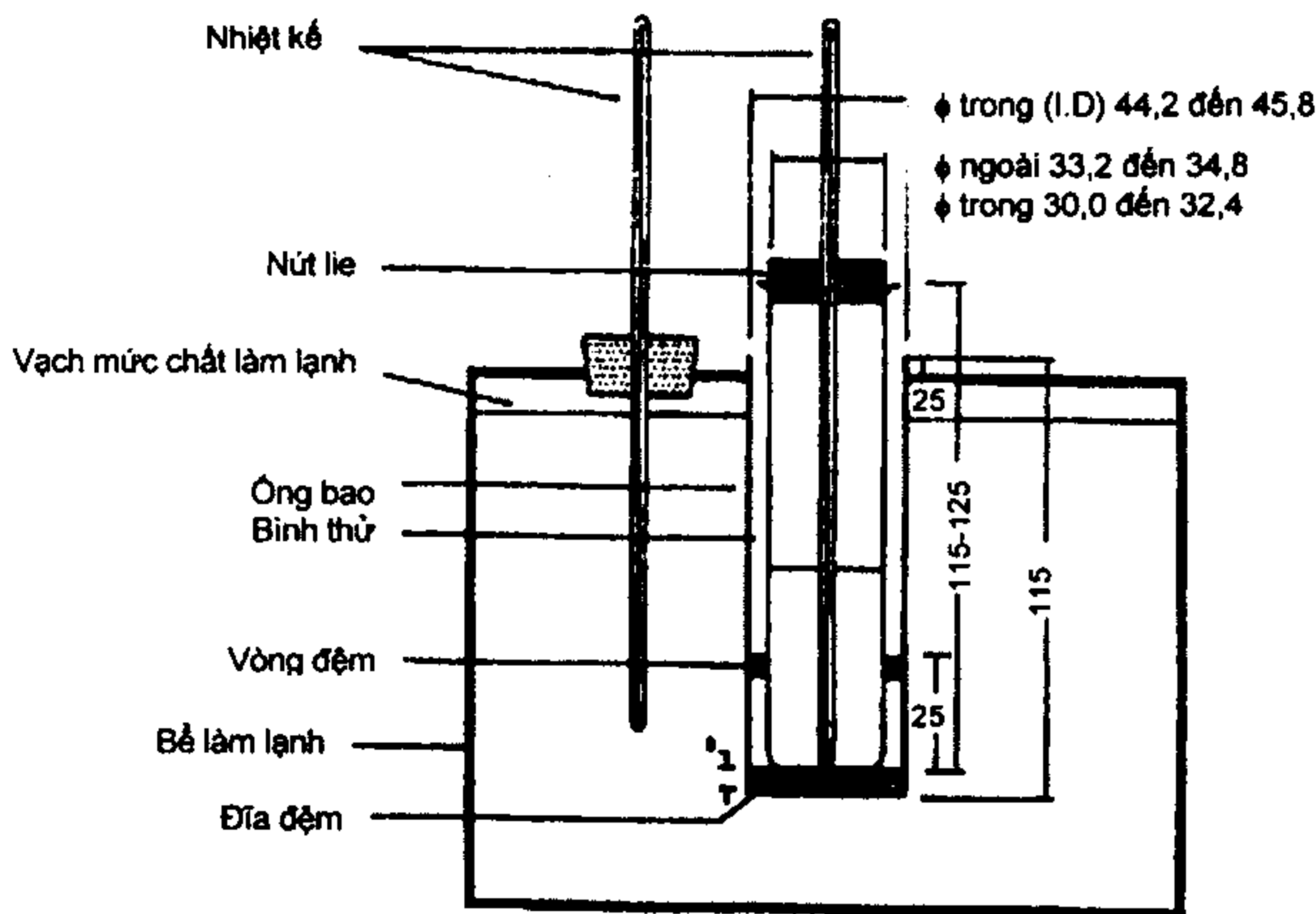
6.7 Bể, duy trì nhiệt độ qui định và có giá đỡ để giữ ống bao ở vị trí thẳng đứng. Nhiệt độ của bể được duy trì bằng thiết bị lạnh hoặc hỗn hợp làm lạnh thích hợp.

CHÚ THÍCH 2 Các hỗn hợp thường dùng cho nhiệt độ hạ thấp là:

Nước đá và nước	10 °C
Nước đá nghiền vụn và natri clorua	-12 °C
Nước đá nghiền vụn và canxi clorua	-26 °C
Aceton, metanol hoặc etanol hoặc naphtha dầu mỏ được làm lạnh	-57 °C

trong cốc kim loại có nắp đậy bằng hỗn hợp nước đá-muối đến -12 °C, sau đó thêm cacbon đioxit rắn đủ để đạt nhiệt độ mong muốn.

Kích thước tính bằng milimet



Hình 1 – Thiết bị xác định điểm sương

## 7 Hóa chất và thuốc thử

7.1 Aceton – Cấp kỹ thuật là thích hợp cho bể làm lạnh. Khi bay hơi đến khô không để lại cặn (Cảnh báo – Rất dễ cháy).

7.2 Canxi clorua – Cấp thương phẩm hoặc kỹ thuật đều thích hợp.

7.3 Cacbon đioxit (rắn) hoặc nước đá khô – Cấp thương phẩm là thích hợp cho bể làm lạnh.

7.4 *Etanol* – Etanol khan cấp thương phẩm hoặc kỹ thuật đều thích hợp cho bể làm lạnh. (Cảnh báo – Dễ cháy, đã biến tính, không được coi là không độc).

7.5 *Metanol* – Metanol khô cấp thương phẩm hoặc kỹ thuật đều thích hợp cho bể làm lạnh. (Cảnh báo – Dễ cháy, hơi của nó độc).

7.6 *Naphta dầu mỏ* – Cấp thương phẩm hoặc kỹ thuật đều thích hợp cho bể làm lạnh. (Cảnh báo – Dễ cháy, hơi của nó độc).

7.7 *Tinh thể natri clorua* – Cấp thương phẩm hoặc kỹ thuật đều thích hợp.

7.8 *Natri sulfat* – Có thể dùng natri sulfat khan cấp thuốc thử nếu có yêu cầu (xem Chú thích 4).

## 8 Cách tiến hành

8.1 Đưa mẫu về nhiệt độ cao hơn điểm sương dự kiến ít nhất là 14 °C. Dùng biện pháp loại bỏ ẩm như lọc qua giấy lọc khô không có sợi bông cho đến khi dầu hoàn toàn trong suốt; cần tiến hành lọc ở nhiệt độ cao hơn điểm sương dự kiến ít nhất là 14 °C.

8.2 Rót mẫu vào bình thử đến vạch mức qui định.

8.3 Đậy chặt bình thử bằng nút bấc có cảm nhiệt ké. Nếu điểm sương dự kiến trên -36 °C thì dùng nhiệt kế loại đo điểm đông đặc và điểm sương cao. Nếu điểm sương dự kiến dưới -36 °C dùng nhiệt kế loại đo điểm đông đặc và điểm sương thấp. Điều chỉnh vị trí của nút bấc và nhiệt kế sao cho vừa chặt khít, nhiệt kế và bình thử đồng trục, và bầu nhiệt kế nằm trên đáy của bình thử.

CHÚ THÍCH 3 Đôi khi xảy ra sự ngắt quãng cột chất lỏng trong nhiệt kế và có thể không phát hiện được. Nhiệt kế sẽ được kiểm tra định kỳ và chỉ được sử dụng nếu điểm băng của chúng bằng  $0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ , khi nhiệt kế chìm trong bể nước đá, và khi nhiệt độ không khác 21 °C nhiều. Trường hợp ngược lại thì nhúng chìm nhiệt kế, đọc và hiệu chỉnh nhiệt độ của nhiệt kế.

8.4 Đĩa, vòng đệm, và bên trong ống bao phải sạch và khô. Đặt đĩa vào đáy ống bao. Sau đó tối thiểu 10 min trước khi lắp bình thử, đặt ống bao có đĩa vào môi trường làm lạnh. Cho phép đậy nắp ống bao khi chưa chứa gì trong quá trình làm lạnh. Lắp vòng đệm vào bình thử cách đáy 25 mm. Lắp bình thử vào ống bao. Không bao giờ được đặt trực tiếp bình thử vào môi trường làm lạnh.

CHÚ THÍCH 4 Nếu đĩa, vòng đệm và phần bên trong của ống bao không sạch, không khô, có thể dẫn đến hiện tượng đông cứng, gây kết quả sai.

8.5 Duy trì nhiệt độ của bể làm lạnh ở  $0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

8.6 Cách vài độ đọc kết quả qua một lần, bằng cách lấy nhanh bình thử ra, nhưng không làm xáo trộn mẫu, kiểm tra xem đã có sương chưa. Đặt bình thử trở lại ống bao. Toàn bộ thao tác này không vượt quá 3 s. Khi làm lạnh mẫu tới 9 °C mà không thấy có sương trong dầu thì chuyển ống bao có chứa bình thử sang bể làm lạnh thứ hai, duy trì ở nhiệt độ  $-18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  (xem Bảng 1). Không dịch chuyển ống bao. Khi mẫu được làm lạnh đến -6 °C mà không thấy có sương, thì chuyển ống

bao có chứa bình thử sang bể thứ ba, duy trì ở nhiệt độ  $-33^{\circ}\text{C} \pm 1,5^{\circ}\text{C}$ . Để xác định điểm sương cực thấp, cần có thêm nhiều bể, mỗi bể cần duy trì một nhiệt độ phù hợp với Bảng 1. Trong trường hợp không thấy xuất hiện điểm sương và nhiệt độ của mẫu đã đạt đến nhiệt độ thấp nhất của mẫu trong bể đang dùng thì phải chuyển bình thử sang bể tiếp sau theo hướng dẫn của Bảng 1.

8.7 Khi phát hiện một chút sương ở đáy bình thử thì ghi lại nhiệt độ đó chính xác đến  $1^{\circ}\text{C}$ , và báo cáo đó là điểm sương.

CHÚ THÍCH 5 Một đám sương của sáp luôn được phát hiện thấy trước tiên ở đáy bình, đó là nơi nhiệt độ thấp nhất. Thường do có vết nước trong dầu, nên có hiện tượng mờ đục nhẹ toàn bộ mẫu khi nhiệt độ được hạ thấp. Nói chung lớp sương mờ của nước không ảnh hưởng đến việc xác định điểm sương của sáp. Trong hầu hết các trường hợp, việc lọc mẫu qua giấy lọc không có sợi bông như mô tả ở 8.1 là đủ để loại được ảnh hưởng này. Tuy nhiên, với những mẫu nhiên liệu diesel, nếu đám sương quá dày đặc, thì làm khô bằng cách lấy 100 ml mẫu mới lắc với 5 g natri sulfat khan trong ít nhất 5 min, sau đó lọc qua giấy lọc không có sợi bông. Với thời gian lắc thích hợp, qui trình này sẽ loại bỏ hoàn toàn hoặc giảm đám sương của nước, do vậy sương của sáp có thể dễ dàng được nhận biết. Việc làm khô và lọc mẫu cần phải tiến hành ở nhiệt độ cao hơn điểm sương dự kiến ít nhất là  $14^{\circ}\text{C}$ , nhưng không được vượt quá  $49^{\circ}\text{C}$ .

## 9 Báo cáo kết quả

Báo cáo nhiệt độ ghi được trong Điều 8.7 là điểm sương, xác định theo tiêu chuẩn này.

## 10 Độ chụm và độ chệch

10.1 Độ chụm của phép thử được xây dựng trên cơ sở kiểm tra thống kê các kết quả thử nghiệm liên phòng, được qui định như sau:

10.1.1 *Độ lặp lại* – Chênh lệch giữa hai kết quả thí nghiệm liên tiếp, nhận được do cùng một thí nghiệm viên thực hiện trên cùng một thiết bị, trong những điều kiện vận hành không đổi trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt quá  $2^{\circ}\text{C}$ .

10.1.2 *Độ tái lập* – Chênh lệch giữa hai kết quả đơn lẻ và độc lập, thu được do các thí nghiệm viên khác nhau làm việc ở các phòng thí nghiệm khác nhau, trên một mẫu thử như nhau, trong một thời gian dài với điều kiện thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt quá  $4^{\circ}\text{C}$ .

10.1.3 Các qui định về độ chụm được đúc rút từ chương trình thử nghiệm liên phòng tiến hành năm 1990. các phòng thử nghiệm tham gia đã tiến hành phân tích 13 loạt mẫu, bao gồm các mẫu nhiên liệu chung cát khác nhau, và các loại dầu bôi trơn có dải nhiệt độ từ  $-1^{\circ}\text{C}$  đến  $-37^{\circ}\text{C}$ . Tám phòng thử nghiệm áp dụng theo tiêu chuẩn này. Thông tin về các loại mẫu và nhiệt độ trung bình của các điểm sương được nêu trong báo cáo của đề tài.



**10.2 Độ chệch** – Qui trình nêu trong phương pháp này không có độ chệch, vì điểm sương chỉ được xác định theo tiêu chuẩn này.

**10.3 Độ chụm đối với diesel sinh học** – Độ chụm của phép thử được xây dựng trên cơ sở kiểm tra thống kê các kết quả thử nghiệm liên phòng, được qui định như sau:

**10.3.1 Độ lặp lại đối với hỗn hợp diesel và diesel sinh học** – Chênh lệch giữa hai kết quả thí nghiệm liên tiếp, nhận được do cùng một thí nghiệm viên thực hiện trên cùng một thiết bị, trong những điều kiện vận hành không đổi trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt quá 2 °C.

**10.3.2 Độ tái lập đối với hỗn hợp diesel và diesel sinh học** – Chênh lệch giữa hai kết quả đơn lẻ và độc lập, thu được do các thí nghiệm viên khác nhau làm việc ở các phòng thí nghiệm khác nhau, trên một mẫu thử như nhau, trong một thời gian dài với điều kiện thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt quá 3 °C.

**CHÚ THÍCH 6** Độ chụm đối với hỗn hợp diesel sinh học có các điểm sương từ -2 °C đến +10 °C.

**10.3.3** Các qui định về độ chụm được đúc rút từ chương trình thử nghiệm liên phòng tiến hành năm 2001. Các phòng thử nghiệm tham gia đã tiến hành phân tích 11 loạt mẫu, bao gồm các hỗn hợp khác nhau của hai loại nhiên liệu chưng cất dầu mỏ là diesel và dầu hỏa, với các loại nhiên liệu diesel sinh học khác nhau, có dải nhiệt độ từ +10 °C đến -45 °C. Mười phòng thử nghiệm áp dụng theo tiêu chuẩn này. Thông tin về các loại mẫu và nhiệt độ trung bình của các điểm sương được nêu trong báo cáo của đề tài.

**CHÚ THÍCH 7** Một trong các kết quả của chương trình nghiên cứu liên phòng là việc lựa chọn các loại mẫu, vì có các mẫu đã gây khó khăn trong việc xây dựng qui định về độ chụm. Dầu hỏa là một trong các loại nhiên liệu khác nhiều so với diesel sinh học vì sự tách pha nhẹ do lạnh trong các hỗn hợp B20. Hơn nữa, các mẫu dầu hỏa đặc biệt không đặc trưng, gây phức tạp cho các nghiên cứu tiếp theo. Do vậy không sử dụng được các số liệu nhận được từ các hỗn hợp dầu hỏa trong diesel sinh học để qui định độ chụm. Ngoài ra, nhiên liệu diesel sử dụng trong chương trình nghiên cứu là loại nhiên liệu có điểm sương cao. Do điểm sương của nhiên liệu diesel gốc, dải nhiệt độ trong qui định về độ chụm cũng bị hạn chế.

**CHÚ THÍCH 8** Trong tương lai, nghiên cứu liên phòng về điểm sương sẽ được thực hiện bao gồm dải rộng hơn về nhiên liệu diesel sinh học gốc với các hỗn hợp nhiên liệu chưng cất khác nhau.

**10.4 Độ chệch đối với diesel sinh học** – Qui trình nêu trong phương pháp này không có độ chệch, vì điểm sương chỉ được xác định theo tiêu chuẩn này