

**TCVN 3165 : 2008
ASTM D 2158 – 05**

Xuất bản lần 2

KHÍ DẦU MỎ HÓA LỎNG – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CẶN

Liquefied petroleum (LP) gases – Test method for residues

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 3165 : 2008 thay thế TCVN 3165 : 1979.

TCVN 3165 : 2008 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với *ASTM D 2158 - 05 Standard Test Method for residues in liquefied petroleum (LP) gases* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 2158 - 05 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 3165 : 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.

Khí dầu mỏ hóa lỏng (LPG) – Phương pháp xác định cặn

Liquefied petroleum (LP) gases – Test method for residues

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định các chất lạ có trong các khí dầu mỏ hóa lỏng (LPG) trong điều kiện môi trường ở nhiệt độ trên 38 °C. Thông thường các chất lạ này hòa tan trong LPG, nhưng trong một số trường hợp chúng có thể tách pha.

1.2 Nếu khí dầu mỏ hóa lỏng có chứa một số phụ gia chống đóng băng, thì khi áp dụng phương pháp này sẽ có thể cho các kết quả không chính xác.

1.3 Mặc dù nhiều năm nay vẫn áp dụng phương pháp này để đánh giá độ sạch và không có các chất nhiễm bẩn nặng trong propan, nhưng vẫn chưa đủ nhạy để bảo vệ một vài thiết bị tránh khỏi các vấn đề khi vận hành hoặc việc bảo trì phải tăng lên. Một số trường hợp cần phép thử có độ nhạy cao hơn, để có thể phát hiện các mức thấp hơn của các chất nhiễm bẩn hòa tan.

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 khỏe 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 công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 6779 : 2008 (ASTM D 1796-04) Nhiên liệu đốt lò – Xác định hàm lượng nước và cặn – Phương pháp ly tâm (qui trình phòng thử nghiệm)

ASTM D 96 Test method for water and sediment in crude oil by centrifuge method (field procedure) (Xác định nước và cặn trong dầu thô bằng phương pháp ly tâm (qui trình ngoài hiện trường).

ASTM D 1835 Specification for liquefied petroleum (LP) gases [Yêu cầu kỹ thuật đối với khí dầu mỏ hóa lỏng (LPG)].

TCVN 3165 : 2008

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

3 Thuật ngữ

3.1 Các thuật ngữ dùng trong tiêu chuẩn này được định nghĩa như sau:

3.1.1

Sự quan sát vết dầu (oil stain observation)

Một thể tích của hỗn hợp dung môi-cặn cần dùng để có vết dầu hoặc vòng dầu tồn tại trên giấy thấm trong 2 min dưới các điều kiện qui định.

3.1.2

Cặn (residue)

Thể tích đo được chính xác đến 0,05 ml, của chất cặn sôi trên 38 °C thu được từ quá trình bay hơi 100 ml mẫu dưới các điều kiện qui định của phương pháp.

3.1.3

Hỗn hợp dung môi-cặn (solvent-residue mixture)

Hỗn hợp (dung dịch) của 10 ml dung môi cùng với cặn lưu lại trong ống ly tâm tại thời điểm kết thúc bước đầu tiên của phương pháp này.

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Để ống ly tâm có dung tích 100 ml, chứa 100 ml mẫu khí dầu mỏ hóa lỏng trong điều kiện môi trường tự nhiên. Đo thể tích cặn còn lại trong ống sau khi gia nhiệt tại 38 °C và ghi lại kết quả.

4.2 Để hòa tan cặn, cho 10 ml dung môi vào ống ly tâm. Các lượng cặn nhỏ của hỗn hợp dung môi-cặn được lắng xuống trên giấy thấm theo cách thức qui định. Quan sát ngoại quan giấy thấm khi cho dung dịch cặn vào theo các lượng đo được, và ghi lại kết quả.

5 Ý nghĩa và sử dụng

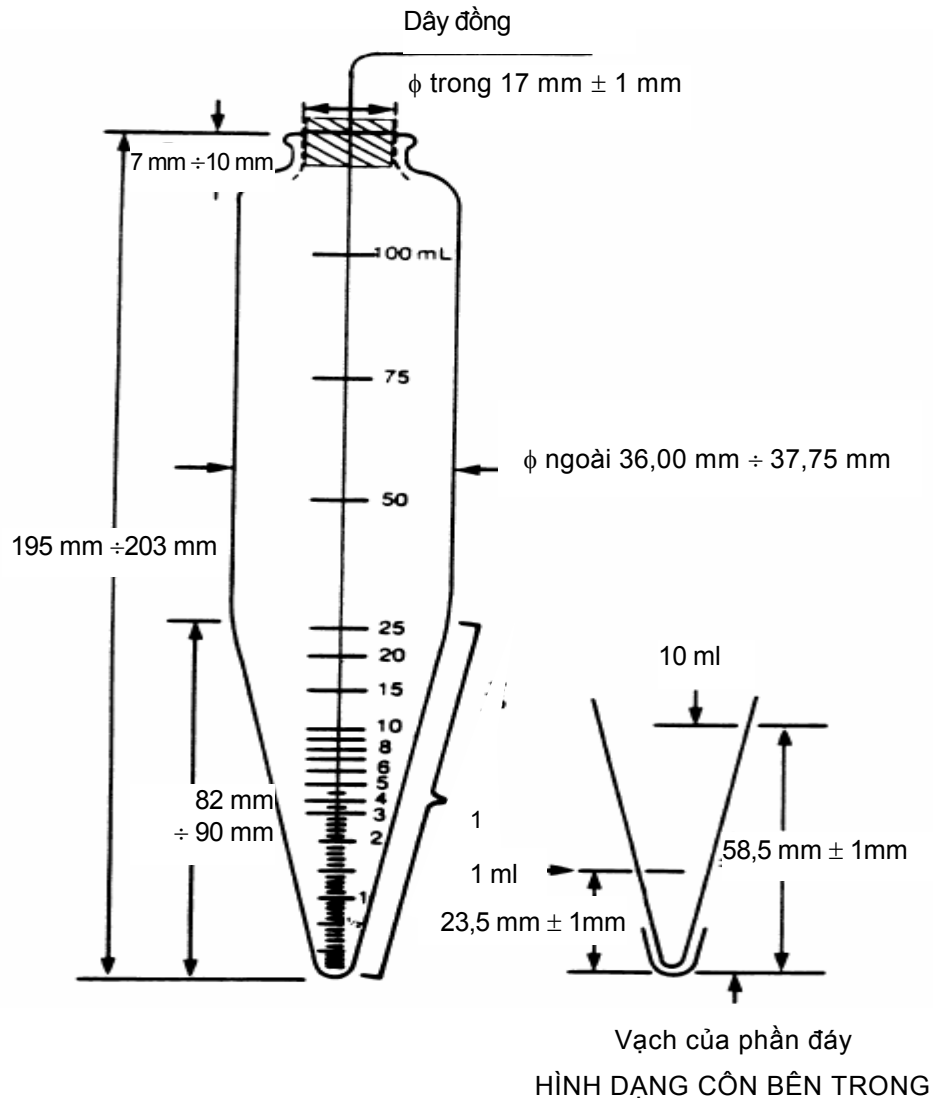
Việc kiểm soát hàm lượng cặn là rất quan trọng đối với người sử dụng LPG. Trong các hệ thống cấp chất lỏng, cặn có thể dẫn đến việc tạo lắng gây ảnh hưởng xấu, và trong các hệ thống thu hồi hơi, cặn có thể gây tắc nghẽn hệ thống điều chỉnh. Cặn sẽ tích lũy dần có thể gây ăn mòn, và gây nhiễm bẩn cho các sản phẩm tiếp theo. Nước, đặc biệt là kiềm có thể gây hỏng hóc hệ thống điều chỉnh và ăn mòn kim loại.

6 Sự cản trở

Các chất nhiễm bẩn cứng như gỉ sắt, cặn vôi, hoặc bụi có thể gây cản trở khi tiến hành phép thử này, đây không phải là phép đo đại diện cho các chất nhiễm bẩn dạng cứng, không tan.

7 Thiết bị, dụng cụ

7.1 Ống ly tâm, 100 ml, có chia vạch, phù hợp các kích thước nêu trên Hình 1. Dải 0,5 ml đầu tiên được chia thành các vạch 0,05 ml. Hình dạng phần dưới của ống rất quan trọng. Phần côn đều và đáy được làm tròn như thể hiện trên Hình 1. Ống được làm bằng thủy tinh chịu nhiệt, tôi kỹ. Các sai số cho phép của vạch chia được xác định dựa trên lượng nước-không chứa không khí tại 20 °C, như nêu trong Bảng 1. Các yêu cầu chi tiết về ống ly tâm nêu trong TCVN 6779 (ASTM D 1796) và ASTM D 96.



CHÚ DẪN

1 Cạnh phần côn phải thẳng

Hình 1 – Ống ly tâm dạng côn 203 mm

7.2 Cuộn làm nguội và bể làm nguội, cuộn làm nguội làm bằng ống đồng, có chiều dài tối thiểu là 6 m, đường kính ngoài bằng từ 5 mm đến 7 mm, được xoắn thành hình ống và đường kính ngoài bằng 63,5 mm \pm 1,5 mm, sau đó lắp vào bể làm nguội phù hợp. (Xem Hình 2 làm ví dụ).

Bảng 1 – Sai số cho phép của vạch chia trên ống ly tâm

Dải đo, ml	Vạch chia, ml	Giới hạn sai số, ml
Từ 0,0 đến 0,1	0,05	0,02
Trên 0,1 đến 0,3	0,05	0,03
Trên 0,3 đến 0,5	0,05	0,05
Trên 0,5 đến 1,0	0,1	0,05
Trên 1,0 đến 3,0	0,1	0,1
Trên 3,0 đến 5,0	0,5	0,2
Trên 5,0 đến 25,0	1,0	0,5
Trên 25,0 đến 100,0	1,0	1,0

7.2.1 Cho phép làm lạnh cơ học, miễn là nhiệt độ chất làm lạnh nhỏ hơn $-43\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nếu dùng đá khô, không nên dùng bình hoặc chậu bằng thủy tinh.

7.3 *Xylanh*, loại 2 ml, chia vạch từng 0,1 ml và được lắp với kim dài $200\text{ mm} \pm 5\text{ mm}$. Kim này có thể nhọn (loại kim tiêm y tế thông thường) hoặc loại kim không nhọn, an toàn. Hoặc có thể dùng dụng cụ truyền chất lỏng tương đương, có khả năng cấp các lượng nhỏ 0,1 ml, ví dụ pipet 0,1 ml.

7.4 *Dụng cụ đo nhiệt độ*, loại an toàn, có độ chính xác bằng hoặc tốt hơn so với ASTM E 1. Các nhiệt kế phù hợp ASTM E 1 được coi là thỏa mãn.

Dải đo	Phạm vi đo	Dụng cụ đo
Dải thấp	Từ $-38\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $+50\text{ }^{\circ}\text{C}$	IP 1C/ASTM 5C hoặc IP 2C/ASTM 6C hoặc loại tương đương
Dải cao	Từ $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $+50\text{ }^{\circ}\text{C}$	ASTM 57C hoặc loại tương đương

CHÚ THÍCH 1 Khi không có sẵn nhiệt kế hoặc bể cách thủy hoặc cả hai, ví dụ khi tiến hành phép thử hiện trường, có thể sử dụng phương pháp làm nóng đầu ống ly tâm bằng tay.

7.4.1 Đối với các phép thử hàng ngày, có thể dùng nhiệt kế loại thường có vạch chia $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, và sai số tối đa của thang đo bằng $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

7.5 *Giấy thấm*, màu trắng, đường kính 125 mm. Loại trung bình, và giấy lọc nhanh là phù hợp. Trong tiêu chuẩn này giấy được đề cập là „giấy lọc“.

7.6 *Chai dung môi rửa*, loại bình PE.

7.7 *Bể cách thủy*, được duy trì tại nhiệt độ $38\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

7.8 *Dây đồng*, đường kính $1,6\text{ mm} \pm 0,1\text{ mm}$, dài $300\text{ mm} \pm 10\text{ mm}$.

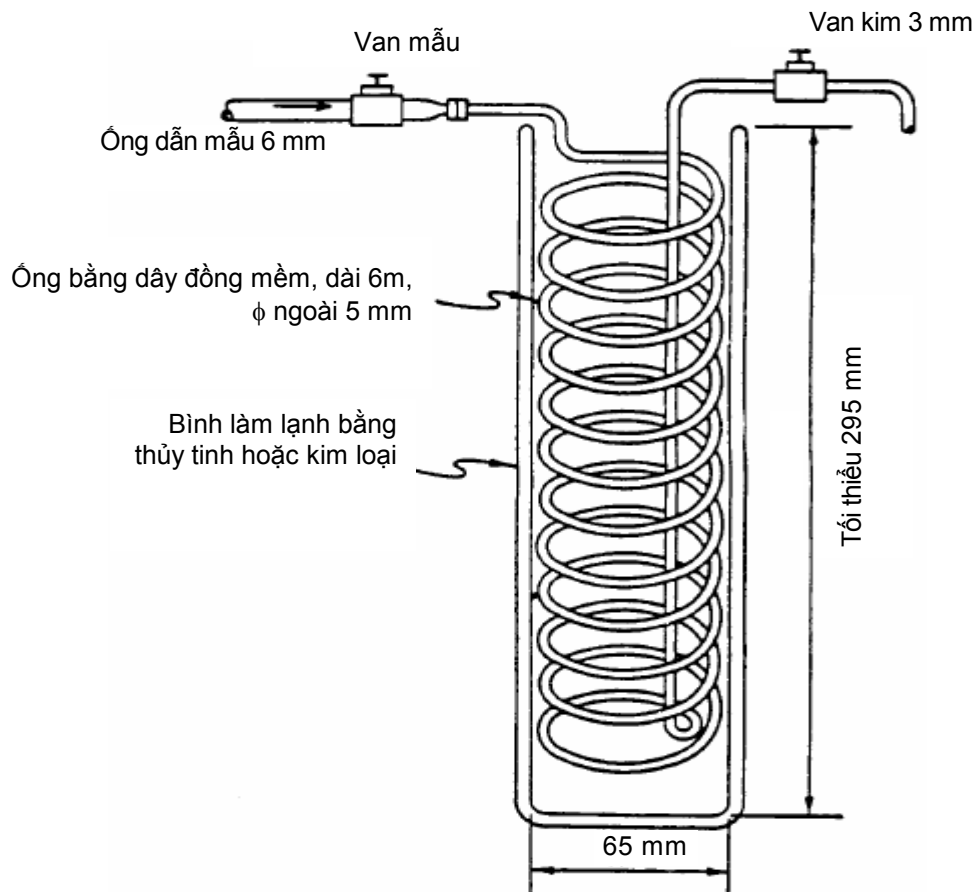
7.9 *Kẹp*, phù hợp để đỡ ống ly tâm trong điều kiện môi trường.

8 Thuốc thử và vật liệu

8.1 Dung môi – Pentan hoặc cyclopentan cấp tinh khiết hóa học. Có thể dùng các loại dung môi khác miễn là phù hợp các yêu cầu nêu tại 10.2.

8.1.1 Trong phương pháp này pentan được ưa dùng hơn, nhưng khi nhiệt độ môi trường hoặc độ cao so với mặt biển quá cao, không tiện để xử lý pentan, có thể thay bằng cyclopentan.

8.1.2 Bảo quản dung môi trong chai polyetylen trong vài ngày sẽ gây nhiễm bẩn dung môi. Vì vậy không dùng dung môi chứa trong chai polyetylen lâu hơn một ngày.



CHÚ THÍCH – Để cho rõ, cuộn dây trong hình vẽ được giãn rộng.

Hình 2 – Dụng cụ làm lạnh trước

9 Các nguy hiểm

9.1 Chú ý là hơi của LPG gây nguy cơ cháy cao, và do điểm sôi của LPG thấp tới $-41\text{ }^{\circ}\text{C}$, có nguy cơ gây bỏng lạnh. Tuân thủ các chú ý đảm bảo an toàn phòng cháy và phải dùng các dụng cụ bảo hộ bảo vệ da khi tiếp xúc với chất lỏng hoặc hơi LPG.

9.2 Các thao tác viên phải đeo băng tay nối đất chống tĩnh điện. Khuyến khích dùng thảm trải sàn và xylanh mẫu chống tĩnh điện.

10 Chuẩn bị thiết bị

10.1 Rửa tất cả các dụng cụ dùng trong phép thử bằng dung môi chọn lọc.

10.2 Kiểm tra độ sạch của dụng cụ thủy tinh và dung môi.

10.2.1 Cho 10 ml mẫu dung môi mới vào ống ly tâm.

10.2.2 Đánh dấu điểm giữa của giấy lọc bằng bút chì hoặc bằng mực viết không tan trong pentan.

10.2.3 Dùng xylanh hoặc dụng cụ truyền chất lỏng tương đương (xem 7.3) để lấy một phần dung môi từ ống ly tâm và cho trực tiếp 0,1 ml dung môi vào chỗ đánh dấu trên giấy lọc.

10.2.3.1 Cho dung môi từng lượng nhỏ bằng 0,1 ml để giữ vòng tròn dung môi có đường kính khoảng 30 mm đến 35 mm. Phải giữ giấy lọc ở trên cao khi cho dung môi vào. Có thể đặt trên cốc 250 ml.

10.2.4 Để dung môi bay hơi trong 2 min, và ghi lại sự tồn tại của vòng dầu.

10.2.4.1 Quan sát vòng dầu bằng cách giữ giấy lọc khô trong khoảng cách giữa mắt và ánh sáng mạnh hoặc sáng chói.

10.2.4.2 Nếu sau khi cho 1,5 ml dung môi không thấy xuất hiện vòng dầu, thì đánh giá dung môi và dụng cụ thủy tinh là phù hợp.

10.2.4.3 Sự xuất hiện vòng dầu chứng tỏ dụng cụ thủy tinh không sạch hoặc dung môi bị nhiễm bẩn.

11 Cách tiến hành

11.1 Đo lượng cặn

11.1.1 Lắp cuộn làm lạnh vào nguồn mẫu LPG, làm lạnh cuộn dây xuống dưới nhiệt độ sôi của mẫu, sau đó phun rửa cuộn dây và đường ống lấy mẫu.

11.1.2 Rửa và làm nguội ống ly tâm bằng vật liệu sẽ lấy mẫu, sau đó đổ đầy mẫu đại diện của khí dầu mỏ hóa lỏng đến vạch 100 ml.

11.1.3 Xuyên ngay dây đồng qua lỗ trên nút lie sạch hoặc bịt nhẹ đầu ống ly tâm bằng bông hoặc khăn giấy. Dây này sẽ tránh sự quá nhiệt và sôi trào (sôi sùng sục hoặc sôi trào ra), nút lie giữ không cho không khí và hơi ẩm lọt vào khi mẫu đang để trong điều kiện môi trường.

11.1.4 Nếu mẫu bị thất thoát hơn 10 ml do sôi trào thì phải lấy mẫu khác và thực hiện lại phép thử.

11.1.5 Nếu do loại mẫu hoặc do nhiệt độ môi trường xung quanh thì cần gia nhiệt nhân tạo để đưa mẫu tới điều kiện qui định. Khi mẫu không trong điều kiện thời tiết hoặc ống đã đạt đến nhiệt độ môi trường, nhìn thấy ống có cặn, thì để đầu ống vào bể nước có nhiệt độ bằng 38 °C trong 5 min.

11.1.6 Ghi lại thể tích cặn lưu lại chính xác đến 0,05 ml, nếu thấy có các vật lạ cũng cần ghi lại.

11.1.7 Quan sát vết dầu như nêu tại 11.2, cả khi nhìn thấy hoặc nhìn không rõ cận trong ống ly tâm. Kinh nghiệm cho thấy có thể có màng mỏng cận dầu bám trên mặt trong thành ống ly tâm, nhìn khó thấy, khó đo thể tích, nhưng vẫn cho vòng dầu như qui định trong qui trình quan sát vết dầu.

11.2 Qui trình quan sát vết dầu

11.2.1 Cho lượng dung môi đủ vào ống ly tâm có chứa cận như nêu tại 11.1.5 để có thể tích 10 ml. Cho dung môi từ chai rửa vào và rửa cẩn thận các cạnh ống xuôi xuống. Khuấy kỹ để cận dưới đáy ống được hòa tan đều trong dung môi. Dùng kim xylanh (xem 7.3) hoặc pipet khuấy là phù hợp. Hỗn hợp này gọi là hỗn hợp dung môi-cận.

11.2.2 Đánh dấu điểm giữa của giấy lọc trắng, sạch.

11.2.3 Hút hỗn hợp vào xylanh hoặc dụng cụ truyền chất lỏng tương tự (xem 7.3), sau đó cho trực tiếp 1,5 ml hỗn hợp dung môi-cận lên tâm điểm của giấy lọc với tốc độ phù hợp sao cho vòng tròn ướt được duy trì với đường kính từ 30 mm đến 35 mm. Có thể bỏ qua các bước 11.2.3 và 11.2.4, tiếp tục thực hiện phép thử theo 11.2.5.

11.2.4 Sau khi cho trực tiếp toàn bộ 1,5 ml dung dịch cận vào tâm điểm của giấy lọc, và tại điểm cuối của chu kỳ chờ 2 min, khi quan sát giấy lọc khô để giữa mắt và ánh sáng rọi hoặc ánh sáng ban ngày, nếu không có vòng dầu thì dừng phép thử và báo cáo kết quả theo 12.1.

11.2.5 Nếu nhìn thấy rõ vết dầu hoặc vòng dầu, thì xác định thể tích của hỗn hợp dung môi-cận, mà tại đó vết dầu và vòng dầu đầu tiên tồn tại sau 2 min trên giấy lọc mới khi cho hỗn hợp dung môi-cận theo từng lượng 0,1 ml, đợi 2 min sau mỗi lần cho dung dịch vào, sau đó kiểm tra vết dầu trên giấy sau mỗi chu kỳ 2 min.

11.2.6 Ghi lại mililit thể tích hỗn hợp dung môi-cận cần dùng để tạo ra vết dầu hoặc vòng dầu tồn tại khi quan sát.

11.2.7 Cách khác, nếu yêu cầu kỹ thuật của sản phẩm yêu cầu cho một lượng qui định hỗn hợp dung môi-cận vào giấy lọc, thì cho theo từng lượng 0,1 ml và báo cáo kết quả là tổng lượng xác định.

11.2.7.1 Tiêu chuẩn ASTM D 1835 qui định là 0,3 ml hỗn hợp dung môi-cận đọng lại trên giấy lọc khi cho từng lượng 0,1 ml.

11.2.7.2 Nếu không thấy có vết dầu sau khi cho 0,3 ml và đợi sau 2 min, thì báo cáo là “đạt”.

11.2.7 Nếu quan sát thấy có vết dầu sau khi cho 0,3 ml và đợi sau 2 min, thì báo cáo là “không đạt”.

11.3 Dung môi cho vào chai rửa để dùng cho phép thử thì chỉ dùng trong ngày, quá hạn phải bỏ đi.

11.4 Chú ý tại các nhiệt độ môi trường thấp (dưới 5 °C), trong dải sôi của xăng các chất sẽ để lại vết dầu hoặc vòng và tồn tại sau 2 min. Xác định vết dầu trong vùng bảo vệ khi nhiệt độ trên 5 °C. Nếu cần xác định vết dầu tại các nhiệt độ dưới 5 °C thì đợi vết dầu tồn tại trong 10 min.

12 Báo cáo kết quả

12.1 Báo cáo kết quả như sau:

12.1.1 Lượng cặn còn của phép bay hơi chính xác đến 0,05 ml.

12.1.2 Quan sát cặn dầu chính xác đến 0,1 ml.

12.2 Cách khác, nếu áp dụng phương pháp này để đánh giá đạt hoặc không đạt yêu cầu vết dầu tại thể tích qui định của hỗn hợp dung môi-cặn, thì báo cáo kết quả là “đạt” hoặc là “không đạt” tại thể tích qui định đó (xem 11.2.7).

13 Độ chụm và độ chệch

13.1 *Độ chụm* – Phương pháp này chưa được xác định độ chụm về kết quả cặn và vết dầu. Độ chụm được xác định cho các số R và O, như qui định trong A.1 của Phụ lục A.

13.2 *Độ chệch* – Qui trình nêu trong phương pháp này đo lượng cặn của LPG không có độ chệch, vì cặn chỉ xác định theo phương pháp này.

(tham khảo)

A.1 Tính toán các số R và O**A.1.1 Thuật ngữ****A.1.1.1** Định nghĩa các thuật ngữ dùng riêng cho tiêu chuẩn này:**A.1.1.1.1** Số O (O number), vết dầu bắn quan sát được (theo mililit) chia cho 10.**A.1.1.2** Số R (R number), thể tích cặn tính theo mililit nhân với 200.**A.1.2 Tính toán và báo cáo kết quả****A.1.2.1** Số O – Chia kết quả quan sát vết dầu (theo mililit) thu được tại 11.2.6 cho 10, và báo cáo kết quả chính xác theo số nguyên. Nếu kết quả quan sát vết dầu nhỏ hơn 1,5 ml, thì kết quả được coi là zero.**A.1.2.2** Số R – Nhân thể tích cặn thu được tại 11.1.5 theo mililit với 200, và báo cáo kết quả chính xác đến 10.**A.1.3 Độ chụm và độ chệch****A.1.3.1** Độ chụm được xác định theo các đơn vị báo cáo chuẩn hóa.**A.1.3.2** Độ lặp lại – Chênh lệch (r) giữa hai kết quả thử liên tiếp nhận được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, dưới các điều kiện thử không đổi, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị sau:

Số O	r	Số R	r
0 đến 20	4	0 đến 20	5
Trên 20 đến 40	6	Trên 20 đến 40	10
Trên 40 đến 100	8	Trên 40 đến 60	20

A.1.2.3 Độ tái lập – Chênh lệch (R) giữa hai kết quả thử độc lập, nhận được do hai thí nghiệm viên khác nhau làm việc trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị sau:

Số O	R	Số R	R
0 đến 20	6	0 đến 20	10
Trên 20 đến 40	8	Trên 20 đến 40	20
Trên 40 đến 100	12	Trên 40 đến 60	30