

**TCVN 7988 : 2008
ASTM D 1160 - 06**

Xuất bản lần 1

**SẢN PHẨM DẦU MỎ – PHƯƠNG PHÁP
XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN CẤT Ở ÁP SUẤT GIẢM**

Petroleum products – Test method for distillation at reduced pressure

HÀ NỘI - 2008

Mục lục

Trang

1	Phạm vi áp dụng	5
2	Tài liệu viện dẫn	5
3	Thuật ngữ, định nghĩa	6
4	Tóm tắt phương pháp.....	6
5	Ý nghĩa và sử dụng	7
6	Thiết bị, dụng cụ	7
7	Thuốc thử và vật liệu.....	10
8	Yêu cầu về mẫu và lấy mẫu.....	11
9	Chuẩn bị, chuẩn hóa và xác định số lượng thiết bị	13
10	Cách tiến hành	17
11	Tính toán và báo cáo kết quả.....	19
12	Độ chụm và độ chệch	19
	Phụ lục A (quy định)	23
	Phụ lục B (tham khảo).....	35

Lời nói đầu

TCVN 7988 : 2008 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 1160-06 *Standard Test Method for Distillation of Petroleum products at Reduced Pressure* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 1160-06 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 7988 : 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 thành phần cất ở áp suất giảm

Petroleum products – Test method for distillation at reduced pressure

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định dải của các điểm sôi của sản phẩm dầu mỏ tại áp suất giảm, khi chúng có thể bay hơi một phần hoặc hoàn toàn ở nhiệt độ cực đại 400 °C. Tiêu chuẩn này quy định cả phương pháp thủ công và phương pháp tự động.

1.2 Trong trường hợp có tranh chấp, phương pháp trọng tài là phương pháp thủ công, thực hiện tại áp suất được các bên thỏa thuận.

1.3 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn. Các giá trị ghi trong ngoặc đơn dùng để tham khảo.

1.4 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 khỏe, đồng thời phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn qui định trước khi sử dụng. Các qui định về nguy hiểm, xem 6.1.4; 6.1. 8.1; 10.11 và A.3.2.1.

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

TCVN 6594 (ASTM D 1298) Dầu thô và sản phẩm dầu mỏ dạng lỏng – Xác định khối lượng riêng, khối lượng riêng tương đối (tỷ trọng) hoặc trọng lượng API – Phương pháp tỷ trọng kế.

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

TCVN 7630 (ASTM D 613) Nhiên liệu diesel – Phương pháp xác định trị số xetan.

ASTM D 1193 Specification for Reagent Water (Yêu cầu kỹ thuật đối với nước cấp thuốc thử).

ASTM D 1250 Guide for Use of Petroleum Measurement Tables (Hướng dẫn sử dụng các bảng đo lường về dầu mỏ).

ASTM D 4052 Standard test method for density and relative density of liquids by digital density meter (Phương pháp xác định khối lượng riêng và khối lượng riêng tương đối của các chất lỏng bằng máy đo hiện số).

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).

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1 Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ, định nghĩa sau:

3.1.1

Nhiệt độ tương đương với áp suất khí quyển (atmospheric equivalent temperature (AET))

Nhiệt độ được chuyển đổi từ nhiệt độ bay hơi đo được, sử dụng phương trình A.7.1. Nhiệt độ tương đương với áp suất khí quyển (AET) là nhiệt độ chưng cất dự kiến nếu thực hiện việc chưng cất tại áp suất khí quyển và không có sự phân hủy do nhiệt độ.

3.1.2

Điểm cuối (EP) hoặc điểm sôi cuối (FBP) (end point or final boiling point)

Nhiệt độ bay hơi cực đại đạt được trong suốt quá trình thử nghiệm.

3.1.3

Điểm sôi đầu (IBP) (initial boiling point)

Nhiệt độ bay hơi đo được tại thời điểm khi quan sát thấy giọt chất lỏng đầu tiên ngưng tụ và rơi xuống từ đầu dưới của ống ngưng tụ.

3.1.3.1 Giải thích – Nếu thiết bị cất có một sợi dây gắn với đầu cuối của ống ngưng tụ thì giọt chất lỏng đầu tiên được hình thành sẽ chảy xuống sợi dây. Trong bộ cất tự động, thiết bị phát hiện giọt chất lỏng đầu tiên được lắp tại vị trí sát đầu cuối của ống ngưng tụ.

3.1.4

Điểm tràn (spillover point)

Điểm cao nhất, phía dưới bên trong của phần nổi của cột cất và ống ngưng tụ.

4 Tóm tắt phương pháp

Mẫu được cất tại áp suất kiểm soát chính xác trong khoảng 0,13 kPa và 6,17 kPa (1 mmHg và 50 mmHg), ở các điều kiện thiết kế cho phép chưng cất phân đoạn một đĩa lý thuyết. Từ các thông

số thu được có thể biết được điểm sôi đầu, điểm sôi cuối và một đường cong chưng cất liên quan đến phần trăm thể tích cất được, cũng như điểm sôi tương ứng với áp suất khí quyển.

5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Phương pháp này dùng để xác định các đặc tính chưng cất của các sản phẩm cũng như các phân đoạn dầu mỏ, mà nếu cất ở áp suất khí quyển, chúng sẽ bị phân hủy. Khoảng nhiệt độ sôi này nhận được từ các điều kiện thiết kế để có được phép phân đoạn xấp xỉ một đĩa lý thuyết, có thể dùng để tính toán kỹ thuật cho việc thiết kế thiết bị chưng cất, để chuẩn bị các pha trộn thích hợp cho mục đích công nghiệp, để xác định sự tuân thủ các qui định cũng như xác định tính thích hợp của sản phẩm như là nguyên liệu cho một quá trình tinh luyện, hoặc cho các mục đích khác.

5.2 Dải nhiệt độ sôi liên quan trực tiếp đến độ nhớt, áp suất hơi, nhiệt trị, trọng lượng phân tử trung bình và nhiều đặc tính hóa học, vật lý cơ học khác của nhiên liệu. Bất kỳ đặc tính nào đều là yếu tố xác định tính thích hợp của sản phẩm trong lĩnh vực ứng dụng cụ thể.

5.3 Các chỉ tiêu kỹ thuật của sản phẩm dầu mỏ thường qui định các giới hạn chưng cất, dựa trên các kết quả thử nghiệm theo phương pháp này.

5.4 Nhiều mối tương quan thiết kế kỹ thuật được triển khai dựa trên các kết quả thử nghiệm của phương pháp này. Hiện nay các phương pháp này được sử dụng rộng rãi trong kỹ thuật.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Thiết bị chưng cất chân không được thể hiện trên Hình 1, bao gồm các bộ phận nêu dưới đây và các bộ phận khác thể hiện trên Hình 1, nhưng chúng không đặc trưng cho cả thiết kế cũng như tính năng. Một số bộ phận không mang tính quyết định để có được các kết quả mong muốn, nhưng chúng lại là các bộ phận cần thiết để lắp ráp, nâng cao hiệu quả sử dụng của thiết bị và vận hành thuận tiện. Cả hai loại thiết bị thủ công và tự động đều phải phù hợp các yêu cầu dưới đây. Đối với thiết bị tự động, xem thêm các yêu cầu bổ sung qui định trong Phụ lục A.9.

6.1.1 *Bình cất*, dung tích 500 ml, làm bằng thủy tinh boro silicat hoặc thạch anh, phù hợp với kích thước nêu trong Hình 2 hoặc Hình 3, có vỏ gia nhiệt với phần cách nhiệt phía trên. Các nhà sản xuất có thể thay đổi chút ít các kích thước này và chúng không được coi là các kích thước cố định, trừ vị trí của đầu dò nhiệt độ và đường kính trong của cổ nối với cột cất không được nhỏ hơn đường kính trong của cột cất. Hốc để cắm dụng cụ đo nhiệt kế có thể được thay thế bằng cổ nối phụ phía trên của bình cầu, thường bán sẵn trên thị trường và sử dụng đầu dò nhiệt độ có vỏ bọc.

6.1.2 *Lắp ráp cột có vỏ bọc chân không*, cột làm bằng thủy tinh boro silicat, bao gồm một đầu cột cất và bộ ngưng tụ như nêu trên Hình 4 và Bảng 1. Đầu cột cất được bọc bằng vỏ chân không bằng thủy tinh có tráng bạc với độ chân không nhỏ hơn 10^{-5} Pa (10^{-7} mmHg) (Chú thích 1). Bộ ngưng tụ gắn vào cột cất có lớp vỏ nước bao bọc, như thể hiện trên hình vẽ, một phần ở đầu ống

ngưng được nối với nguồn chân không. Treo đoạn dây nhỏ từ miệng nhỏ giọt của ống ngưng tụ xuống thấp hơn vạch 10 ml của ống hứng là 5mm, như thể hiện trên Hình 5. Có thể thay dây nhỏ giọt bằng kim loại, bằng một máng kim loại để chất chưng cất chảy xuống thành ống hứng. Máng có thể gắn vào đầu nhỏ giọt của ống ngưng như trên Hình 5, hoặc cũng có thể lắp ở cổ ống hứng.

CHÚ THÍCH 1 Không có phương pháp đơn giản để xác định chân không trong vỏ bọc vì nó được làm kín hoàn toàn. Có thể dùng một cuộn Tesla, nhưng tia lửa có thể tạo nên lỗ châm kim của vỏ bọc. Chính các vết châm kim hoặc vết rạn nhỏ nhất mà không phát hiện được sẽ làm mất chân không trong vỏ bọc.

6.1.3 *Dụng cụ đo nhiệt độ bay hơi* và các phương tiện kiểm tra (Phụ lục A.1) đối với phép đo nhiệt độ bay hơi. Hệ thống đo phải cho các số đọc chính xác đến $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ trên toàn bộ thang đo từ 0°C đến 400°C , và có (response time) thời gian phản hồi nhỏ hơn 200 s, như qui định tại Phụ lục 2. Phải rất cẩn thận khi định vị đầu dò. Như mô tả trên Hình 6, phải đặt đầu dò nhiệt độ bay hơi ở giữa phần trên của cột cất, đầu của đầu dò phải thấp hơn điểm tràn là $3\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$. (xem 3.1). Dụng cụ đo nhiệt độ bay hơi có nhiều dạng khác nhau, phụ thuộc vào điện trở của bạch kim trong ống thủy tinh hoặc ống kim loại, hoặc là cặp nhiệt điện trong ống thủy tinh hoặc kim loại Hình 7 và Hình 8 thể hiện vị trí của hai loại trên so với điểm tràn. Trong các dụng cụ có điện trở bạch kim, đỉnh của cuộn xoắn ốc là đỉnh của đầu dò, trong cặp nhiệt điện thì đỉnh của đầu dò là đỉnh của mối nối cặp nhiệt điện, trong các dụng cụ có vỏ bọc bằng kim loại, thì đỉnh của đầu dò cao hơn đáy của thiết bị là $1\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$. Qui trình lắp đặt được nêu trong Phụ lục B.1. Dụng cụ đo nhiệt độ bay hơi được lắp vào đỉnh của bộ phận đầu dò nhiệt độ bằng bộ dụng cụ thủy tinh/chân không qua một vòng đệm kín chịu áp hoặc gắn nóng chảy vào đáy của đầu nối thon, nhọn lắp khít vào cột cất. Trong một vài cấu hình thiết bị chưng cất, có thể không dùng đến bộ phận chân không ở đỉnh của cột cất. Khi đó, vị trí của dụng cụ đo nhiệt độ bay hơi sẽ được điều chỉnh cho phù hợp. Dụng cụ đo nhiệt độ của nôi hơi có thể là cặp nhiệt điện hoặc đầu đo bạch kim, các dụng cụ này đều được chuẩn hóa như trên.

6.1.4 *Ống hứng*, làm bằng thủy tinh boro silicat, phù hợp kích thước nêu ở Hình 9. Nếu ống hứng là một bộ phận của thiết bị tự động và được đặt trong buồng điều nhiệt, thì không cần vỏ bọc. (**Cảnh báo:** Các phần thủy tinh của máy phải chịu được các điều kiện nhiệt khắc nghiệt, để giảm thiểu sự hỏng hóc khi thử, chỉ sử dụng thiết bị không biến dạng dưới ánh sáng phân cực.

6.1.5 *Đồng hồ đo chân không*, có khả năng đo áp suất tuyệt đối với độ chính xác đến 0,01 kPa đối với thang đo dưới 1 kPa, và với độ chính xác đến 1% khi áp suất cao hơn mức nêu trên. Đồng hồ McLeod có thể đạt được độ chính xác này khi sử dụng đúng, nhưng với áp kế thủy ngân cũng đạt được độ chính xác này với điều kiện áp suất chỉ khoảng 1 kPa, và chỉ đọc tốt khi dùng cathetometer (thiết bị có kính nhìn xa lắp trên một thang chạy để xác định chính xác các mức). Cũng dùng được đồng hồ điện tử như Baratron khi được chuẩn hoá định kỳ bằng đồng hồ Mcleod như nêu ở Phụ lục A.3. Phép chuẩn hoá áp suất thích hợp được nêu ở Hình A.3.1. Không nên dùng các đồng hồ đo chân không dựa trên các detector sợi dây đốt nóng, bức xạ hoặc độ dẫn.

CHÚ THÍCH 2 Các thiết bị thích hợp dùng để đo áp suất của hệ thống trong quá trình thử là máy đo sức căng (tensimeter) hoặc đồng hồ áp suất điện tử mà đầu ra là dạng đồng hồ sơ cấp, như đồng hồ Mcleod.

6.1.5.1 Lắp đồng hồ đo chân không vào ống nhánh của bộ phận đầu dò nhiệt độ/chân không của cột cát (vị trí thích hợp) hoặc lắp vào ống nhánh của bộ phận đầu dò/chân không của ống ngưng tụ khi lắp ráp thiết bị. Các mối nối càng ngắn càng tốt và có đường kính trong không nhỏ hơn 8 mm.

6.1.6 *Hệ thống điều hoà áp suất*, có khả năng giữ áp suất của hệ thống không đổi, nếu áp suất bằng hoặc nhỏ hơn 1 kPa thì sai số là 0,01 kPa, nếu áp suất từ 1 kPa trở lên thì sai số là 1%. Thiết bị hợp cho mục đích này được nêu ở Phụ lục A.4. Nối hệ thống điều hoà áp suất vào ống ở đỉnh của ống ngưng tụ khi lắp thiết bị. Các mối nối càng ngắn càng tốt và có đường kính trong không nhỏ hơn 8 mm.

6.1.7 *Nguồn chân không*, ví dụ gồm một hoặc nhiều bơm chân không và nhiều bình điều hoà hoặc có khả năng giữ áp suất hằng định dao động khoảng 1% trong toàn vùng áp suất vận hành. Dùng phụ kiện chân không để nối nguồn với đỉnh của ống ngưng tụ (Hình 1) với ống dẫn có đường kính trong là 8 mm hoặc hơn và càng ngắn càng tốt. Bơm một cấp có khả năng rút ít nhất 850 lít/phút (30 cfm) ở 100 kPa là nguồn chân không thích hợp, nhưng bơm hai cấp tương tự, hoặc có dung lượng tốt hơn cũng được khuyến dùng, nếu các phép cất được thực hiện dưới 0,5 kPa. Nên dùng các bình điều hoà có dung tích ít nhất là 5 lít để giảm sự dao động của áp suất.

6.1.8 Các bể lạnh

6.1.8.1 Lắp bể lạnh giữa đỉnh của ống ngưng và nguồn chân không để thu được các cấu tử sôi nhẹ trong phần cát, mà nó lại không ngưng trong bộ phận ngưng tụ. Bể này được làm lạnh bằng các chất làm lạnh có khả năng duy trì nhiệt độ ở bể thấp dưới -40°C . Thường dùng nitơ lỏng cho mục đích này (**Cảnh báo:** Nếu hệ thống bị hở, khí lọt vào nhiều và nitơ lỏng được dùng như là chất làm lạnh, thì sẽ làm cho không khí (oxy) ngưng tụ trong bể. Nếu hydrocacbon cũng có mặt trong bể thì khi đến bước làm nóng bể tại 10.12 sẽ có thể gây cháy hoặc phát nổ).

6.1.8.2 Bể lạnh được lắp giữa phụ kiện đầu dò nhiệt độ/chân không và đồng hồ đo chân không là để bảo vệ đồng hồ khỏi bị nhiễm bẩn bởi các cấu tử có nhiệt độ sôi thấp trong phần cát.

6.1.9 *Không khí có áp suất thấp hoặc nguồn cacbon dioxit*, dùng làm lạnh bình và nguồn gia nhiệt ở giai đoạn cuối của phép chưng cất.

6.1.10 *Nguồn nitơ áp suất thấp*, để làm giảm mức chân không trong hệ thống.

6.1.11 *Màn chắn hoặc rào chắn an toàn*, các tấm chắn thích hợp ngăn cách người vận hành với thiết bị cất trong trường hợp rủi ro. Các tấm kính chịu lực, thủy tinh hữu cơ trong và dày 6 mm hoặc vật liệu trong suốt chịu lực tương đương đều dùng được.

6.1.12 *Hệ thống tuần hoàn chất làm lạnh*, có khả năng làm lạnh bình hứng và hệ thống ngưng tụ ở nhiệt độ mong muốn với sai số $\pm 3^{\circ}\text{C}$ trong vùng từ 30°C đến 80°C . Đối với hệ thống cất

tự động, ống hứng được lắp trong buồng điều nhiệt, thì hệ thống tuần hoàn chất làm lạnh chỉ có khả năng cung cấp chất làm lạnh cho hệ thống ngưng tụ.

7 Thuốc thử và vật liệu.

7.1 n-Tetradecane – Cấp thuốc thử phù hợp qui định.

7.2 Nhiên liệu chuẩn cetane ASTM (n-Hexadecane), phù hợp yêu cầu kỹ thuật qui định trong TCVN 7630 (ASTM D 613).

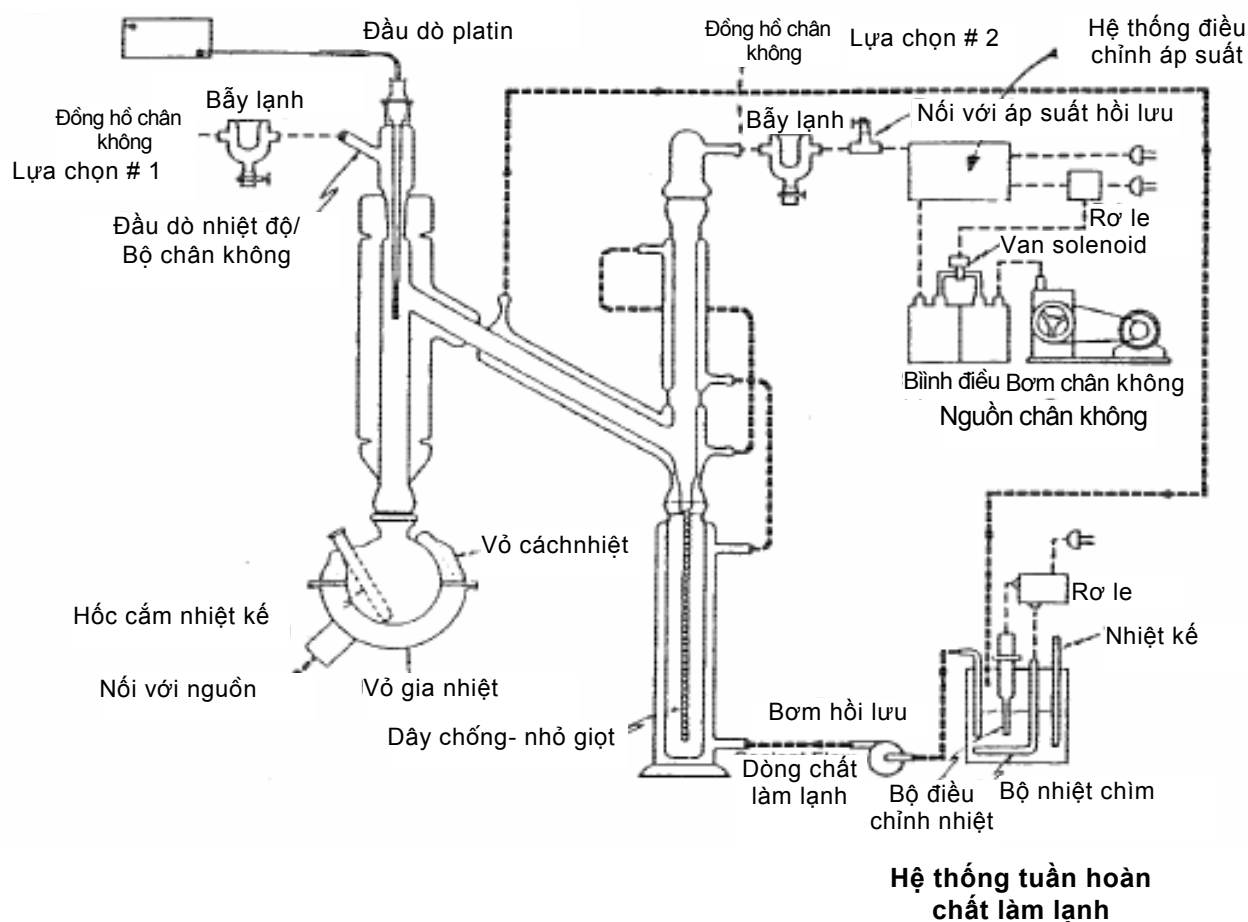
7.3 Mỡ silicon – Mỡ silicon chân không cao, sản xuất đặc biệt ứng dụng cho chân không cao.

7.4 Dầu silicon, được chứng nhận bởi nhà sản xuất, để sử dụng lâu dài ở nhiệt độ trên 350 °C.

7.5 Toluene – Cấp kỹ thuật.

7.6 Cyclohexan – Cấp kỹ thuật.

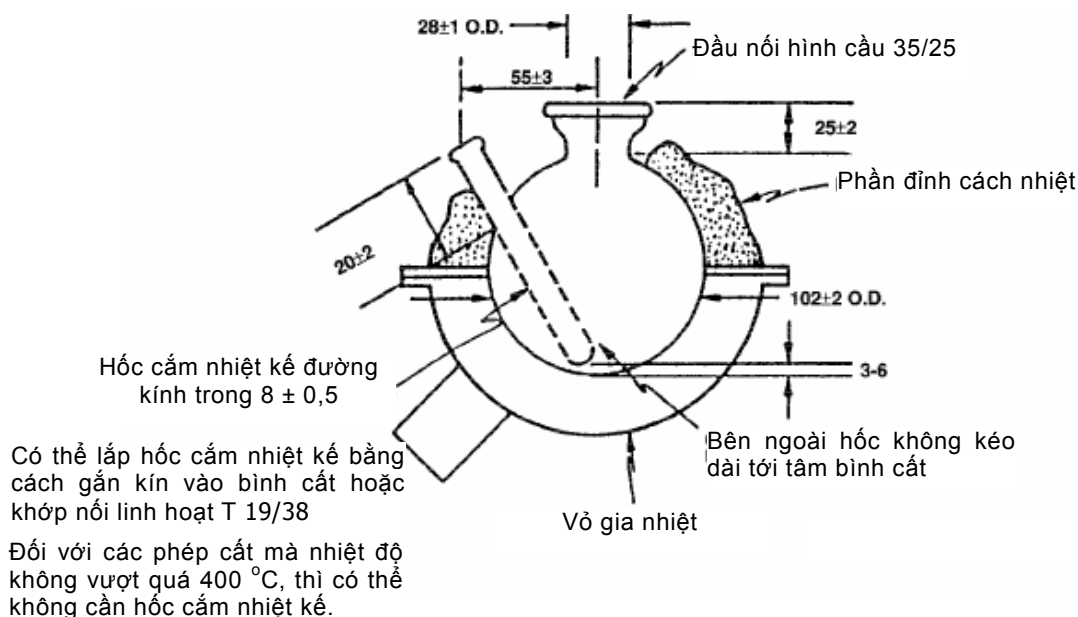
Bộ hiển thị nhiệt độ kỹ thuật số



CHÚ THÍCH 1 Nếu cần, trong phương án lựa chọn 2, có thể đưa bẫy lạnh vào trước bộ chuyển đổi áp suất, hoặc nếu thiết kế của bộ chuyển đổi áp suất có đồng hồ thủy ngân McCleod, thì cần có bộ bảo vệ hơi.

Hình 1 – Sơ đồ thiết bị chưng cất chân không

Kích thước tính bằng milimet



Hình 2 – Bình chưng cất và vỏ gia nhiệt

8 Yêu cầu về mẫu và lấy mẫu

8.1 Lấy mẫu theo TCVN 6777 (ASTM D 4057) hoặc ASTM D 4177. Thể tích mẫu là từ 4lít đến 8 lít, đại diện cho một chuyến tàu hoặc đợt sản xuất của nhà máy, được chuyển đến phòng thí nghiệm để thực hiện một loạt các phép thử và phân tích. Lấy khoảng hơn 200 ml để dùng cho phép thử này.

8.2 Phần mẫu dùng cho phép thử phải khô. Nếu thấy rõ có nước (các giọt trên thành bình, lớp chất lỏng ở đáy bình chứa,...) thì áp dụng qui trình nêu ở Phụ lục A.6, điều A.6.1 để làm khô lượng mẫu, đủ 200 ml nạp vào bình cất.

8.3 Xác định khối lượng riêng của mẫu dầu ở nhiệt độ của bình hứng bằng tỷ trọng kế (hydrometer) theo TCVN 6594 (ASTM D 1298) hoặc bằng máy đo khối lượng riêng hiện số theo ASTM D 4052, cũng có thể dựa vào tính toán, hoặc các bảng hướng dẫn của ASTM D 1250 hoặc kết hợp cả hai.

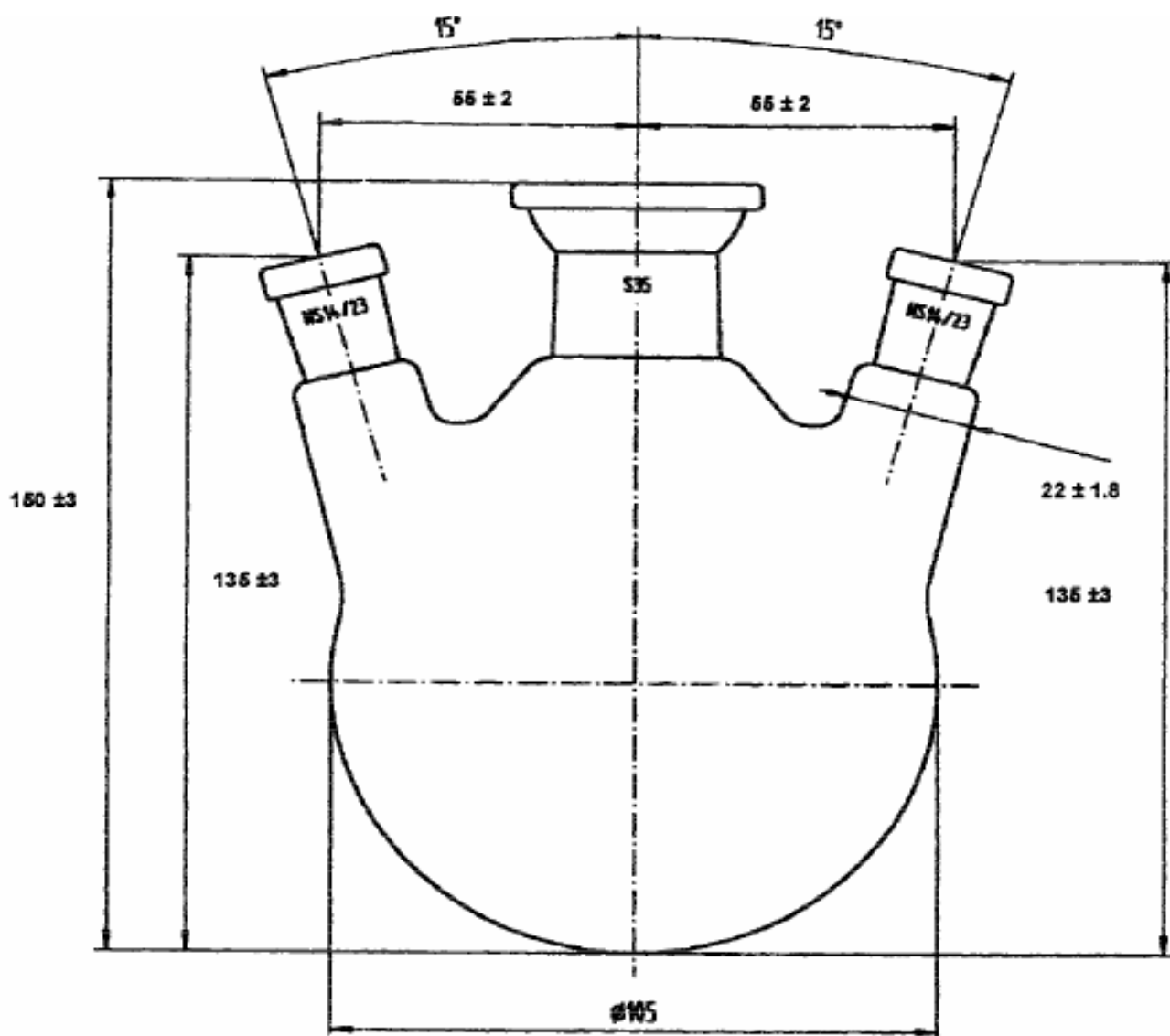
8.4 Nếu không phân tích mẫu ngay sau khi nhận, thì bảo quản ở nhiệt độ môi trường hoặc thấp hơn. Nếu mẫu đựng trong bình nhựa, thì cần chuyển mẫu sang bình thủy tinh hoặc kim loại trước khi bảo quản.

8.5 Mẫu phải hoàn toàn lỏng trước khi nạp vào bình cất. Nếu có các tinh thể, thì cần gia nhiệt cho đến khi các tinh thể hoà tan hết. Sau đó cần thận khuấy mẫu từ 5 min đến 15 min, tùy thuộc vào lượng mẫu, độ nhớt và các yếu tố khác, để đảm bảo mẫu đồng nhất. Khi mẫu ở trên $70\text{ }^{\circ}\text{C}$,

nếu vẫn thấy có các hạt rắn, thì các hạt này có thể là các chất vô cơ, không thuộc thành phần chưng cất được của mẫu. Có thể loại bỏ hầu hết các hạt rắn này bằng cách lọc hoặc gạn mẫu.

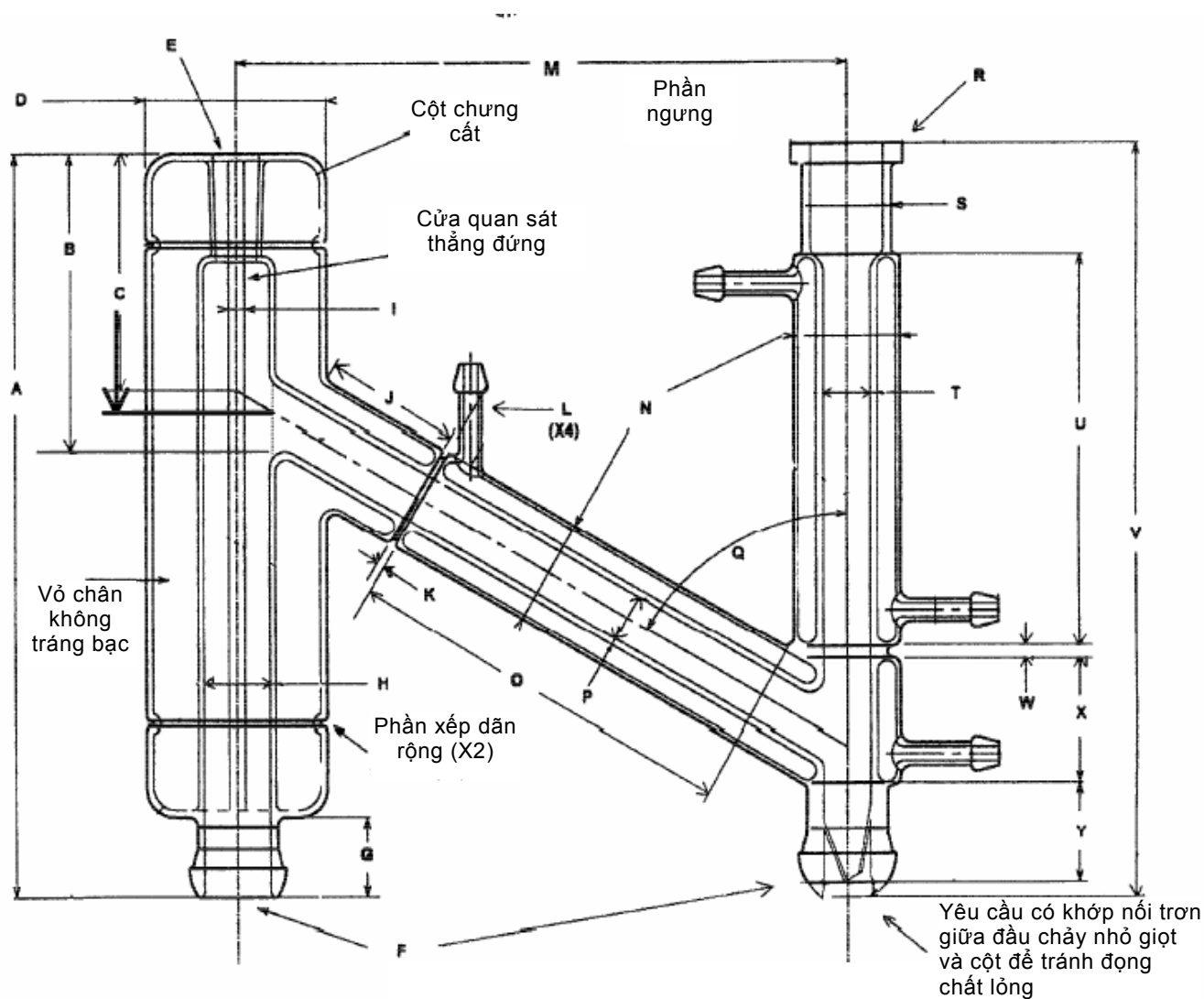
8.5.1 Có một vài chất như các cặn vụn và các loại sáp có điểm chảy cao, sẽ không tan hoàn toàn thành chất lỏng ở 70 °C. Các chất rắn và nửa rắn này không thể loại bỏ, vì chúng là một phần của hydrocarbon nguyên liệu.

Kích thước tính bằng milimet



Hình 3 – Bình chưng cất 500 ml

Kích thước tính bằng milimet



Hình 4 – Cột chân không có vỏ bọc

9 Chuẩn bị, chuẩn hoá và xác định số lượng thiết bị.

9.1 Chuẩn hoá các đầu dò nhiệt độ và các thiết bị liên quan phù hợp với Phụ lục A.1.

9.2 Kiểm tra hoạt động của hệ thống điều hoà áp suất, như mô tả ở Phụ lục A.4.

9.3 Làm sạch và khô các bộ phận thuỷ tinh và bôi trơn các mối nối. Có thể sử dụng mỡ silicon chân không cao để bôi vừa đủ, tạo lớp đều trên các bề mặt thuỷ tinh nhám. Lượng mỡ thừa có thể làm máy bị hỏng và gây tạo bọt ngay ở thời điểm đầu của phép chưng cất.

9.4 Lắp ráp thiết bị khi chưa chứa mẫu và kiểm tra độ kín như đã nêu ở A.3.3.2.

9.5 Kiểm tra toàn bộ thiết bị, dùng một trong hai thuốc thử nêu ở 7.1 và 7.2 phù hợp với Phụ lục A.5.

Bảng 1 – Kích thước lắp ráp cột chân không có vỏ bọc

CHÚ THÍCH 1 Các kích thước này hướng dẫn thẩm tra kết cấu thích hợp để lắp ráp. Các kích thước hiện nay dùng có thay đổi một chút. Các kích thước sử dụng để lắp ráp không dễ biết được sau khi các bộ phận được làm chảy dính vào nhau. Các kích thước này được chấp nhận với khoảng dung sai đã cho, đây là các kích thước do những người sử dụng thiết bị thủ công và tự động khác nhau đưa ra, khi họ tham gia chương trình kiểm tra liên phòng thí nghiệm để đưa ra độ chính xác của phương pháp.

CHÚ THÍCH 2 **Quan trọng** – Việc nghiên cứu tiếp đã đưa ra một tập hợp các kích thước được giới hạn trong vùng hẹp hơn, khi tin rằng sự thay đổi lớn về kích thước sẽ dẫn tới kết quả là độ chụm của phương pháp được nâng cao rõ rệt. Các kích thước chọn cho việc lắp ráp và các bộ phận khác của thiết bị có hiệu lực trong năm tới và 5 năm sau mới phải soát xét lại, kể từ khi phương pháp thử này được công bố.

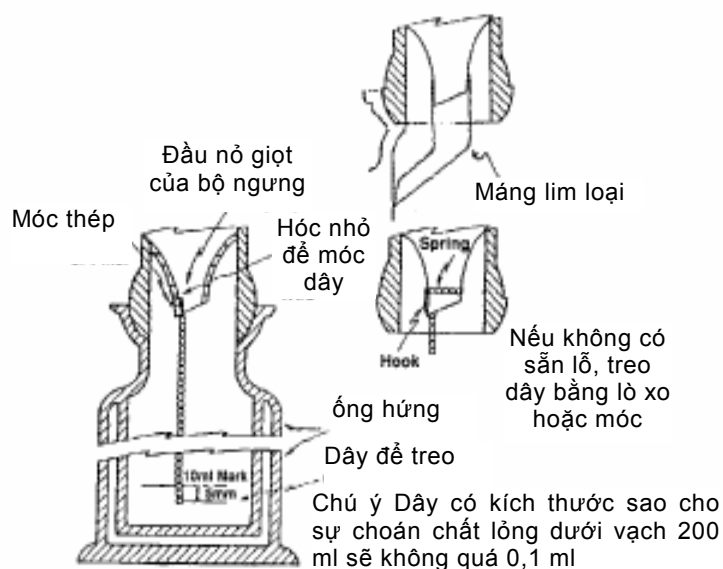
Phần	Tầm quan trọng	Kích thước ^A	Ghi chú
A	Không	265 ± 10	...
B	Có	99 ± 4	Điểm tràn
C	Có	85 ± 3	Khó đo phía trong, nhà sản xuất dùng kích thước này để lắp ráp. Đó là kích thước đến mặt cắt ngang cột cắt thẳng đứng tại tâm ống ngưng.
D(OD*)	Không	$64,5 \pm 2$	...
E	Không	14/23 hoặc 19/38	Nối thon đầu - Cái ^B
F	Không	35/25	Nối dạng cầu - Đực ^B
G	Không	35 ± 10	Vùng này chụm lên đỉnh cách nhiệt của áo gia nhiệt.
H(ID)	Có	$24,7 \pm 1,2$	Sử dụng ống OD 28 mm để đạt kích thước này.
I	Không	2 - 12	Cửa quan sát tốc độ sôi và độ sạch của cột, nhưng cũng gây thất thoát nhiệt.
J	Không	60 ± 20	...
K	Không	12 ± 7	...
L (OD)	Không	8	Cực tiểu, nối với môi trường lạnh
M	Có	230 ± 13	Kích thước này quyết định thời gian hơi ngưng tụ và chảy xuống và ảnh hưởng đến nhiệt độ/ kết quả thu hồi.
N (OD)	Không	38 ± 2	...
O	Có	140 ± 20	Kích thước này ảnh hưởng đến hiệu quả ngưng tụ hơi, nó cũng ảnh hưởng đến nhiệt độ/ kết quả thu hồi.
P (ID)	Có	$18,7 \pm 1,1$	Dùng ống OD 22 mm để đạt kích thước này.
Q	Có	60 ± 2^0	
R	Không	Không áp dụng	Nối với hệ thống chân không, dùng bất kỳ các phương tiện thích hợp.
S	Không	Không áp dụng được	Dẫn rộng lên phía trên bộ phận ngưng, cần phải giữ tối thiểu hoặc lớn hơn đường kính trong của bộ phận ngưng.
T (ID)	Có	$18,7 \pm 1,1$	Dùng ống OD 22 mm để đạt kích thước này.
U	Có	140 ± 5	Kích thước này ảnh hưởng đến hiệu quả ngưng tụ hơi, dẫn đến ảnh hưởng tới nhiệt độ/ kết quả thu hồi..
V	Không	Không áp dụng được	Mở rộng lên phần cao hơn hoặc thấp hơn của bộ phận ngưng tụ tùy thuộc vào nhà sản xuất và không ảnh hưởng đến phép thử.
W	Không	12 ± 7	...
X	Có	50 ± 8	
Y	Có	30 ± 7	Khoảng cách từ chân đến đỉnh nhỏ giọt.

* OD là đường kính ngoài. ID là đường kính trong

^A Tất cả các kích thước tính bằng mm.

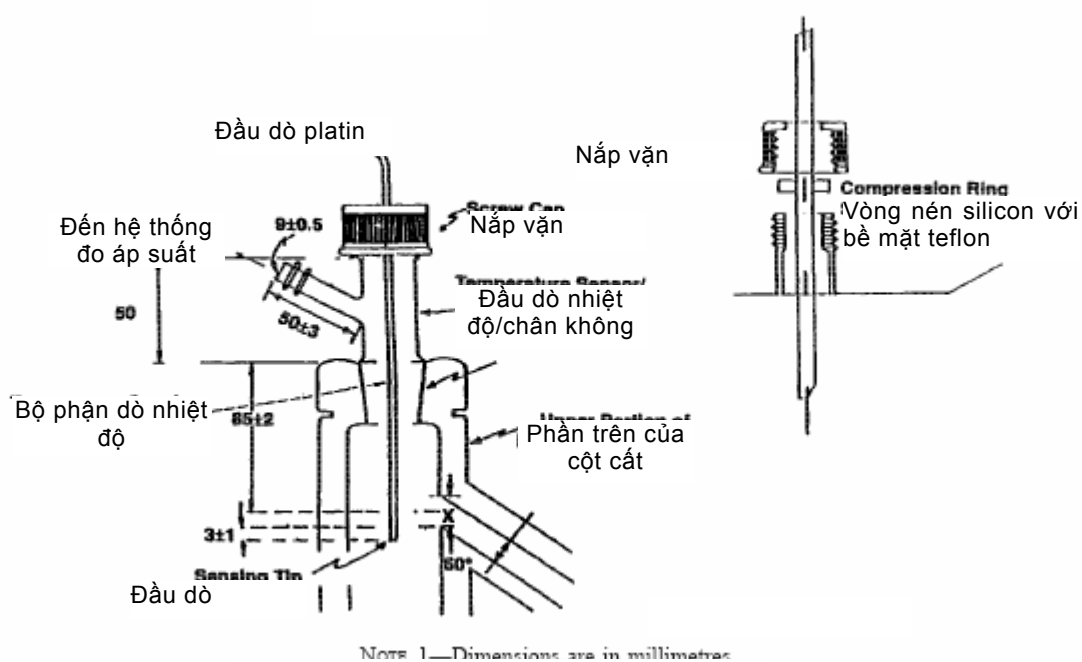
^B Các mối nối bằng thủy tinh từ nhiều nguồn khác nhau có thể có một số tỷ lệ của đường kính so với chiều dài. Đối với mục đích của phép thử này, các loại phù hợp đều được, đường kính không quan trọng. Tuy nhiên, điều quan trọng là các phần đực, cái của mỗi đầu nối đều phải cùng seri để tránh sự thụt vào hoặc nhô lên.

Kích thước tính bằng milimet

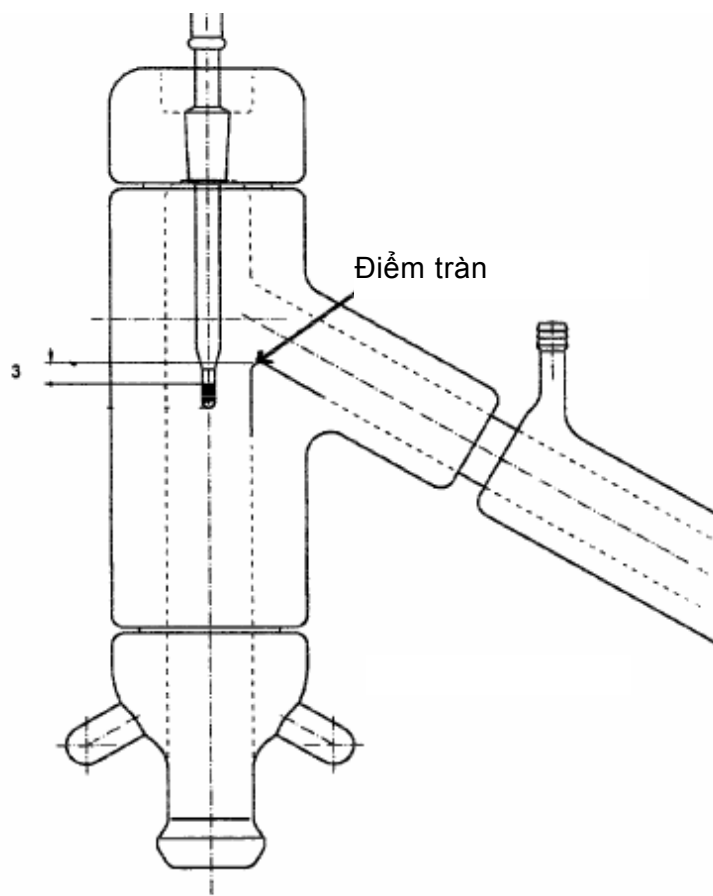


Hình 5 – Chi tiết dây nhỏ giọt hoặc máng gắn với bộ ngưng

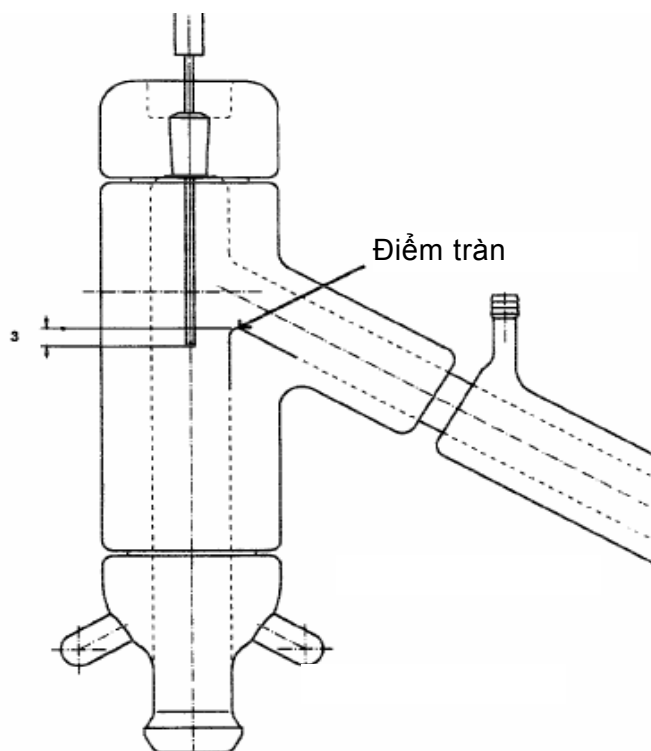
Kích thước tính bằng milimet



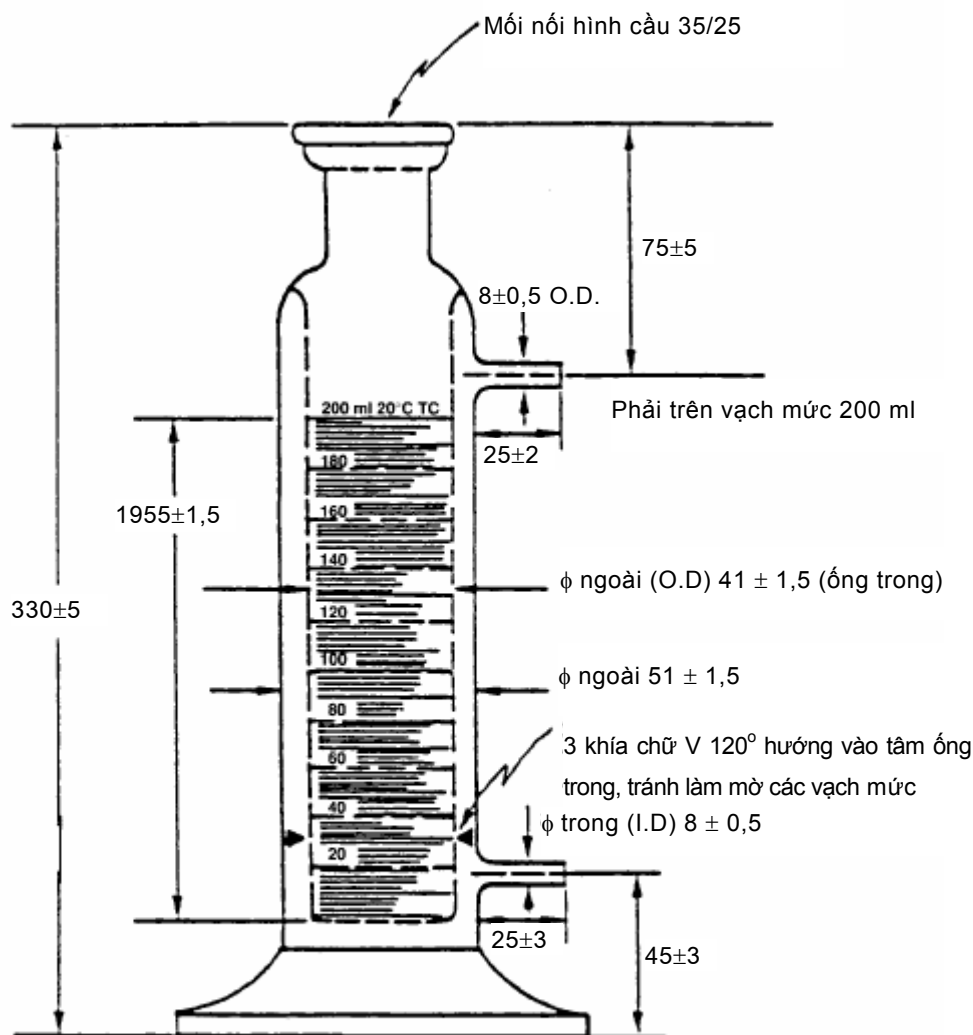
Hình 6 – Vị trí đầu dò nhiệt độ



Hình 7 – Dụng cụ đo nhiệt độ bằng điện trở platin



Hình 8 – Dụng cụ đo nhiệt độ bằng cặp nhiệt điện



CHÚ THÍCH Đối với thiết bị tự động không cần vỏ bọc khi đặt ống hướng trong **bể điều nhiệt**. Nếu sử dụng vỏ bọc, các đầu nối không được che các vạch gây khó đọc.

Hình 9 – Ống hứng

10 Cách tiến hành

10.1 Cần xác định thời điểm chuẩn hoá đầu dò nhiệt độ lần cuối. Nếu vượt quá thời gian qui định ở Phụ lục A1 thì phải chuẩn hoá lại.

10.2 Đặt nhiệt độ của chất làm lạnh ống ngưng thấp hơn nhiệt độ bay hơi thấp nhất theo dự kiến ít nhất là 30 °C.

CHÚ THÍCH 3 Đối với nhiều loại vật liệu, nhiệt độ của chất làm lạnh thích hợp cho phép chưng cất là 60 °C.

10.3 Dựa vào khối lượng riêng của mẫu, xác định khối lượng của 200 ml mẫu chính xác đến 0,1 g ở nhiệt độ của ống hứng. Cân lượng dầu này và chuyển vào bình cất.

10.4 Bôi trơn các mối nối hình cầu của thiết bị chưng cất bằng mỡ thích hợp (Chú thích 4). Cần làm sạch bề mặt các đầu nối trước khi bôi mỡ và chỉ sử dụng lượng mỡ tối thiểu. Nối bình cất với đầu nối hình cầu thấp hơn của đầu cất. Đặt bộ phận gia nhiệt dưới bình cất, phủ vỏ bọc lên trên bình cầu và nối phần còn lại của thiết bị bằng các móc lò so để giữ chặt các đầu nối.

CHÚ THÍCH 4 Mỡ silicon chân không cao được dùng cho mục đích này, nếu dùng dư thừa chất bôi trơn vào mối nối của bình có thể gây mẫu tạo bọt trong quá trình cất.

10.5 Cho vài giọt dầu silicon vào đáy hốc cấm dụng cụ đo nhiệt của bình cất, rồi lắp đầu dò nhiệt độ đến sát đáy hốc. Có thể cố định đầu dò bằng cách dùng bông thủy tinh chèn ở đỉnh hốc.

10.6 Khởi động bơm chân không và quan sát sự tạo bọt của mẫu trong bình. Nếu mẫu tạo bọt, thì tăng áp suất của thiết bị lên một chút cho đến khi bọt xẹp xuống. Cấp nhiệt nhẹ nhàng để đuổi hết khí hoà tan. Nói chung cần phải giảm sự tạo bọt mạnh của mẫu, xem Phụ lục A.6.2.

10.7 Rút khí ra khỏi thiết bị cho đến khi áp suất đạt mức qui định của phép chưng cất (Chú thích 5). Việc không đạt được áp suất chưng cất, hoặc khi bơm không hoạt động, có hiện tượng tăng đều áp suất trong máy, chứng tỏ có sự rò rỉ trong hệ thống. Đưa hệ thống đến áp suất khí quyển bằng cách thổi khí nitơ và bôi trơn lại các khớp nối. Nếu vẫn không làm kín được hệ thống chân không, thì phải kiểm tra sự hở ở các phần khác của hệ thống.

CHÚ THÍCH 5 Áp suất thường dùng nhất là 1,3 kPa (10 mmHg). Đối với các sản phẩm nặng, có phân đoạn sôi trên 500 °C, thì áp suất hệ thống phải đạt 0,13 kPa (1 mmHg) hoặc 0,26 kPa (2 mm Hg).

10.8 Sau khi đạt mức áp suất mong muốn, bắt đầu cấp ngay nhiệt cho bình cất mà không làm mẫu tạo bọt. Ngay khi hơi hoặc chất lỏng hồi lưu xuất hiện ở cổ bình cất, điều chỉnh tốc độ cấp nhiệt sao cho phần cất thu được là đều đều từ 6 ml/min đến 8 ml/min (Chú thích 6).

CHÚ THÍCH 6 Rất khó khăn để đạt được tốc độ chảy mong muốn ở thời điểm chưng cất. Nhưng tốc độ này sẽ đạt được sau khi thu được 10 % phần cất đầu tiên.

10.9 Ghi nhiệt độ bay hơi, thời gian và áp suất tại các điểm phần trăm thể tích của các phân đoạn thu được trong ống hứng theo thứ tự: Điểm sôi đầu (IBP) 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 95 và điểm sôi cuối. Nếu nhiệt độ chất lỏng đạt đến 400 °C, hoặc hơi đạt đến nhiệt độ cực đại trước khi quan sát được điểm cuối, thì ghi nhiệt độ bay hơi và tổng thể tích thu được ở thời điểm đó và ngừng chưng cất. Khi một sản phẩm đem thử phù hợp yêu cầu kỹ thuật đã cho, thì ghi tất cả các điều quan sát được, chúng có thể có hoặc không có trong danh sách nêu trên.

CHÚ THÍCH 7 Đạt được nhiệt độ bay hơi cực đại khi thu được toàn bộ phần cất của dầu hoặc khi bắt đầu có sự bẻ gãy mạch.

10.10 Nếu thấy áp suất tăng đột ngột, cùng với sự tạo khói trắng, nhiệt độ bay hơi tụt, chứng tỏ vật liệu đem cất đã bị phân huỷ. Ngừng ngay việc cất và ghi lại hiện tượng đó vào sổ. Nếu cần thì lặp lại phép cất với mẫu mới ở áp suất cất thấp hơn.

10.11 Hạ thấp bộ phận gia nhiệt xuống từ 5 cm đến 10 cm, làm lạnh bình cất và bộ phận gia nhiệt bằng dòng không khí, hoặc tốt hơn là với dòng CO₂ (Chú thích 8). Dùng nitơ khô để tăng áp suất cho bình cất (**Cảnh báo** – Nếu dùng không khí để tăng áp trong khi bình chứa hơi dầu còn nóng, có thể gây cháy, nổ. Nếu cần, tháo vỏ bọc thiết bị ra trước khi làm lạnh xuống dưới 200 °C. Cũng có thể sử dụng CO₂ để nâng áp suất, nhưng không được dùng các bình nitơ lỏng (**Cảnh báo** – Cần chú ý phải ngừng cất ở nhiệt độ bay hơi cực đại là 350 °C. Việc dùng bình cất ở nhiệt độ trên 350 °C trong một thời gian dài ở áp suất dưới 1 kPa có thể làm bình bị biến dạng do nhiệt. Trong trường hợp này, phải loại bỏ bình sau khi dùng, để thay thế, có thể dùng bình thạch anh).

CHÚ THÍCH 8 Thường dùng dòng CO₂ êm nhẹ để làm lạnh bình, nhằm tránh gây cháy khi bình bị vỡ trong quá trình thử hay quá trình làm lạnh.

10.12 Đưa nhiệt độ của các bình lạnh lắp trước nguồn chân không đến nhiệt độ môi trường. Đo phần cất thu được và ghi thể tích các sản phẩm nhẹ có trong bình.

10.13 Loại bỏ phần hứng để làm sạch ống hứng, lắp ống hứng trở lại thiết bị cho chu kỳ làm sạch mới, hoặc dùng bình hứng mới. Lấy bình cất ra và thay vào đó là bình hứng mới chứa dung môi làm sạch (Chú thích 9). Tiến hành cất ở áp suất môi trường để làm sạch thiết bị, sau đó phải tháo bình cất, ống hứng và thổi nhẹ dòng không khí hoặc nitơ vào để làm khô thiết bị.

CHÚ THÍCH 9 Có thể dùng toluen hoặc cyclohexan làm dung môi tẩy sạch thiết bị.

11 Tính toán và báo cáo kết quả

11.1 Chuyển số đọc nhiệt độ bay hơi ghi được sang nhiệt độ tại áp suất khí quyển (AET) bằng cách sử dụng phương trình nêu ở Phụ lục A.7.

11.2 Báo cáo nhiệt độ bay hơi tại áp suất khí quyển theo độ celsius, tương ứng với phần trăm chất lỏng thu được trong ống hứng. Đồng thời báo cáo tính đồng nhất của mẫu, khối lượng riêng (đã đo ở 8.3), tổng lượng chất lỏng thu được trong ống hứng và trong bình lạnh trước nguồn chân không, bất kỳ sự bất thường nào như tạo bọt, sôi trào đều phải hiệu chỉnh.

12 Độ chụm và độ chệch

12.1 *Độ chụm* – Độ chụm của phép thử được xây dựng trên cơ sở các số liệu nhận được từ chương trình thử nghiệm liên phòng với sự tham gia của 9 phòng thí nghiệm và tiến hành phân tích tám mẫu. Trong chương trình này, một phòng thử nghiệm đã sử dụng thiết bị cất chân không tự động, và các kết quả thu được từ thiết bị này được tính cùng các số liệu dùng để xây dựng độ chụm. Độ chụm của phương pháp thử này như sau:

12.1.1 *Độ lặp lại* – Chênh lệch giữa hai kết quả thí nghiệm tính theo độ celsius, nhận được do cùng một thí nghiệm viên thực hiện trên cùng một thiết bị trong những điều kiện vận hành không

đối với những vật liệu thử đồng nhất, 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 các giá trị nêu ở Bảng 2.

12.1.2 Độ tái lập – Chênh lệch giữa hai kết quả đơn lẻ và độc lập tính theo độ celsius, 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 giá trị nêu ở Bảng 2.

12.1.3 Trong Bảng 2, tỷ lệ thay đổi nhiệt độ (AET) với phần trăm thể tích chất lỏng thu được, biểu thị bằng C/V %. Tại một điểm bất kỳ giữa điểm 10 % và 90 %, giá trị này bằng giá trị trung bình C/V % của hai điểm chặn trên dưới. Không có trường hợp nào mà khoảng giữa hai điểm này lại lớn hơn 20 % lượng chất thu được. Trừ ngoại lệ điểm 5 %, tại đó khoảng giữa hai điểm này lại không lớn hơn 10 % lượng chất thu được. Xem ví dụ tại Phụ lục A.8.

12.2 Các thông số về độ chụm trong Bảng 2 do máy tính tính từ các phương trình dưới đây, có thể dùng để tính các thông số độ chụm cho các giá trị C/V % không nêu trong bảng.

12.2.1 Độ lặp lại (r) được tính theo phương trình sau:

$$r = M [e \exp \{a + b \ln(1,8 S)\}]/1,8. \quad (1)$$

trong đó

- r độ lặp lại, °C (AET);
- e hàm logarit tự nhiên, xấp xỉ 2,718281828;
- a, b và M các hằng số, theo 12.5.1;
- S tỷ lệ thay đổi nhiệt độ (°C, AET)/phần trăm thể tích thu hồi.

12.2.2 Độ tái lập (R) được tính theo phương trình sau:

$$R = M'[e \exp \{a' + b' \ln(1,8 S)\}]/1,8 \quad (2)$$

trong đó

- R Độ tái lập °C (AET)
- a', b', M' các hằng số, theo 12.5.2;
- S tỷ lệ nhiệt độ thay đổi (°C, AET)/phần trăm thể tích thu hồi.

12.2.3 Xem ví dụ tại Phụ lục A.8.

12.3 Để tính độ chụm cho các áp suất giữa 0,13 kPa và 1,3 kPa (1 mmHg và 10 mmHg), dùng các hằng số tính được bằng phép nội suy tuyến tính từ các số liệu ở 12.5.1 và 12.5.2.

12.4 Độ chệch – Do không có vật liệu chuẩn thích hợp được chấp nhận để xác định độ chệch, nên chưa xác lập được độ chệch cho phương pháp thử này,

12.5 Các hằng số dùng cho tính toán: Xem Bảng 2

Bảng 2 – Độ chụm

CHÚ THÍCH Trong bảng này nhiệt độ tương ứng ở áp suất khí quyển được tính bằng độ celsius.

Áp suất tiêu chuẩn	Độ lặp lại				Độ tái lập			
	0,13 kPa (1 mmHg)		1,3 kPa (10 mmHg)		0,13 kPa (1 mmHg)		1,3 kPa (10 mmHg)	
IBP	17		15		56		49	
FBP	3,3		7,1		31		27	
Thể tích thu hồi	5 %- 50 %	60 %- 90 %	5 %- 50 %	60 %- 90 %	5 %- 50 %	60 %- 90 %	5 %- 50 %	60 %- 90 %
C/V %								
0,5	2,4	2,5	1,9	2,0	6,5	3,9	7,0	5,4
1,0	2,9	3,0	2,4	2,5	10	6,0	9,3	7,2
1,5	3,2	3,3	2,8	2,9	13	7,8	11	8,5
2,0	3,4	3,5	3,1	3,2	16	9,4	12	9,6
2,5	3,6	3,7	3,3	3,5	18	11	14	11
3,0	3,8	3,9	3,6	3,7	21	12	15	11
3,5	3,9	4,0	3,8	3,9	23	13	16	12
4,0	4,0	4,2	3,9	4,1	25	15	16	13
4,5	4,1	4,3	4,1	4,3	27	16	17	13
5,0	4,2	4,4	4,3	4,4	29	17	18	14
5,5	4,3	4,5	4,4	4,6	30	18	19	15
6,0	4,4	4,6	4,5	4,7	32	19	19	15
6,5	4,5	4,7	4,7	4,8	34	20	20	16
7,0	4,6	4,8	4,8	5,0	35	23	21	16
7,5	4,7	4,8	4,9	5,1	37	22	21	16
8,0	4,8	4,9	5,0	5,2	38	23	22	17
8,5	4,8	5,0	5,1	5,3	40	24	22	17
9,0	4,9	5,1	5,2	5,4	41	25	23	18
9,5	5,0	5,1	5,3	5,5	43	25	23	18
10,0	5,0	5,2	5,4	5,6	44	26	24	19
10,5	5,1	5,2	5,5	5,7	46	27	24	19
11,0	5,1	5,3	5,6	5,8	47	28	25	19
11,5	5,2	5,4	5,7	5,9	48	29	25	20
12,0	5,2	5,4	5,8	6,0	50	30	26	20
12,5	5,3	5,5	5,9	6,1	51	30	26	20
13,0	5,3	5,5	6,0	6,2	52	31	27	21
13,5	5,4	5,6	6,0	5,3	54	32	27	21
14,0	5,4	5,6	6,1	6,3	55	33	27	21
14,5	5,5	5,7	6,2	6,4	56	33	28	22
15,0	5,5	5,7	6,3	6,5	57	34	28	22

12.5.1 Các hằng số để tính toán độ lặp lại (r).

		IBP	Thế tích thu hồi		FBP
			5 %-50 %	60 %-90 %	
Tại 0,13 kPa (1 mmHg)	a	2,372	0,439	0,439	0,718
	b	0	0,241	0,241	0
	M	2,9	2,9	3,0	2,9
Tại 1,3 kPa (10 mmHg)	a	2,246	0,240	0,240	1,521
	b	0	0,350	0,350	0
	M	2,8	2,8	2,9	2,8

12.5.2 Các hằng số để tính toán độ tái lập (R)

		IBP	Thế tích thu hồi		FBP
			5 %-50 %	60 %-90 %	
Tại 0,13 kPa (1 mmHg)	a'	3.512	1,338	0,815	2,931
	b'	0	0,639	0,639	0
	M'	3.0	3,3	3,3	3,0
Tại 1,3 kPa (10 mmHg)	a'	3.424	1,415	1,190	2,815
	b'	0	0,409	0,409	0
	M'	2.9	3,2	3,1	2,9

Phụ lục A

(qui định)

A.1 Thực hành chuẩn hoá các đầu dò nhiệt độ

A.1.1 Nguyên tắc – Phần này của phụ lục đề cập về việc chuẩn hoá các đầu dò nhiệt độ bay hơi theo các chuẩn nhiệt độ sơ cấp mã hiệu Quốc gia về khoa học và kỹ thuật khuyến dùng, nhằm tránh các vấn đề liên quan đến việc sử dụng các chuẩn thứ cấp. Nó cũng được dùng để chuẩn hoá các đầu dò nhiệt độ khác.

A.1.2 Các đầu dò sẽ được chuẩn hoá trên toàn thang nhiệt độ trong lần dùng đầu tiên và cả với các đầu dò đã làm việc lâu cũng như sau khi sửa chữa. Các đầu dò dùng để đo nhiệt độ bay hơi cần phải được kiểm tra định kỳ hàng tháng tại một hoặc nhiều nhiệt độ.

A.1.3 Chuẩn hoá các đầu dò và những thiết bị liên quan bằng cách ghi các điểm đóng băng của nước và của các kim loại tinh khiết chọn lọc hoặc hỗn hợp các kim loại như nêu ở A.1.6.

A.1.4 Thiết bị – Thiết bị thích hợp được nêu ở Hình A.1.1. Để có được điểm băng của nước, cho vào bình Dewar ít nhất là 50 % nước đá vụn trong nước.

A.1.5 Cách tiến hành

A.1.5.1 Với đầu dò lắp lỏng lẻo vào hốc cắm, phải cho một lượng vừa đủ dầu silicon hoặc một chất lỏng vào đáy hốc, tạo sự tiếp xúc tốt giữa đầu dò và đầu mút của hốc cắm. Các loại đầu dò khác được gắn nóng chảy tạo tiếp xúc tốt với đầu mút của hốc cắm cũng được chuẩn hoá như đầu dò ở trên.

A.1.5.2 Cho khoảng 0,3 ml dầu silicon vào đáy của hốc cắm đầu dò ngâm trong bể điểm nóng chảy, lắp đầu dò cần chuẩn hoá vào. Lượng dầu phải phủ kín các đầu dò.

A.1.5.3 Gia nhiệt cho bể điểm nóng chảy tới nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy của kim loại trong bể từ 5 °C đến 10 °C, duy trì nhiệt độ này khoảng 5 min để kim loại nóng chảy hết.

A.1.5.4 Ngừng cấp nhiệt cho bể, quan sát và ghi lại đường cong làm lạnh. Nên dùng một máy ghi băng biểu đồ. Khi trên đường cong làm lạnh xuất hiện một đoạn phẳng của nhiệt độ không đổi trong ít nhất 1 min, thì nhiệt độ ở đoạn phẳng này được chấp nhận là nhiệt độ chuẩn hoá.

A.1.5.5 Nếu cần thì tiến hành hiệu chỉnh số đọc để có được nhiệt độ đúng. Có thể vẽ một đồ thị theo nhiệt độ đã hiệu chỉnh bằng phép nội suy. Trong trường hợp dùng những thiết bị tự động, thì việc hiệu chỉnh cần được thiết lập trong máy ghi.

A.1.5.6 Nếu phần phẳng điểm băng quá ngắn, có thể do vẫn có sự cấp nhiệt trong chu kỳ làm lạnh. Cũng có thể bể kim loại bị nhiễm bẩn hoặc bị oxy hoá quá nhiều. Khi đó phải thay kim loại.

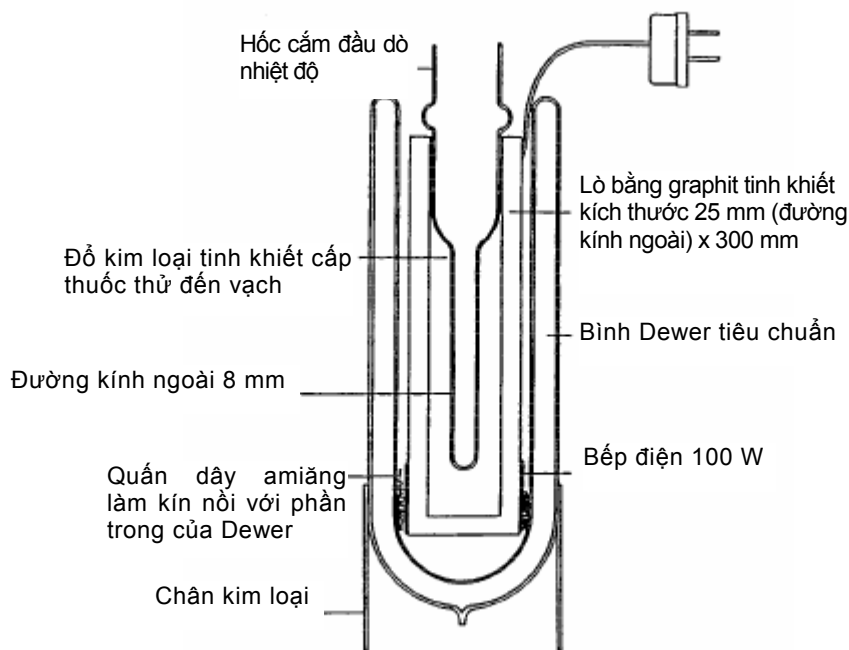
A.1.6 Các thuốc thử và các vật liệu

A.1.6.1 Nước cất – Cấp thuốc thử qui định là loại III của ASTM D1193 với điểm băng là $0,0^{\circ}\text{C}$.

A.1.6.2 Hỗn hợp kim loại của Sn 50 %, Pb 32 %, Cd 18 %, có điểm đông đặc là 145°C .

A.1.6.3 Sn – 100 %, điểm đông đặc $231,9^{\circ}\text{C}$.

A.1.6.4 Pb – 100 %, điểm đông đặc $327,4^{\circ}\text{C}$.



Hình A.1.1 – Bể điểm chảy đối với các chuẩn nhiệt độ

A.2 Xác định thời gian đầu dò nhận ra sự thay đổi nhiệt độ.

A.2.1 Phạm vi áp dụng – Phương pháp này dùng để xác định thời gian cần thiết để đầu dò nhận ra sự thay đổi nhiệt độ dựa trên tốc độ làm lạnh đầu dò trong những điều kiện cho trước.

A.2.2 Ý nghĩa và ứng dụng – Áp dụng phương pháp này để đảm bảo đầu dò có khả năng đáp ứng đủ nhanh với sự thay đổi nhiệt độ, và đảm bảo không có sai số đáng kể do độ trễ được đưa vào đường cong nhiệt độ tăng nhanh.

A.2.2.1 Trong các điều kiện áp suất thấp nhất, tầm quan trọng của phép thử là lớn nhất khi lượng nhiệt của áp suất hơi là tối thiểu.

A.2.3 Cách tiến hành

A.2.3.1 Đặt cốc 1 lít có chứa nước lên bếp điện, có hốc cắm nhiệt kế thủy tinh được ngâm thẳng đứng trong nước, duy trì nhiệt độ của nước ở $90^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

A.2.3.2 Nối đầu dò với thiết bị hiển thị số đọc phù hợp, có thể đọc được $0,1^{\circ}\text{C}$. Cách khác là nối đầu dò với máy ghi đồ thị với vùng ghi thích hợp, cho phép nội suy tới $0,1^{\circ}\text{C}$. Đặt tốc độ ghi ít nhất là 30 cm/h để đọc dễ dàng.

A.2.3.3 Cắm đầu dò nhiệt độ vào lỗ tại điểm giữa mặt của hộp vuông bìa cứng, kích thước mỗi chiều là 30 cm. Dùng vòng đệm khít định vị đầu dò trong lỗ. Ghi nhiệt độ trong hộp khi nhiệt độ ổn định.

A.2.3.4 Rút đầu dò ra, lắp vào hốc cắm dụng cụ đo nhiệt độ trong cốc nước. Sau khi đầu dò đạt 80 °C, rút đầu dò ra và cắm nhanh vào lỗ trên hộp bìa.

A.2.3.5 Quan sát đồng hồ bấm giây, hoặc ghi trên máy ghi, để thu được thời gian cần cho đầu dò được làm lạnh từ trên 30 °C đến trên 5 °C của nhiệt độ ghi được ở mục A.2.3.3.

A.2.3.6 Khoảng thời gian vượt quá 200 s là không được chấp nhận.

A.3 Chuẩn hoá đồng hồ chân không

A.3.1 Nguyên tắc – Sử dụng đồng hồ McLeod để chuẩn hoá đầu dò chân không, đồng hồ này được coi là đồng hồ sơ cấp thích hợp cho vùng áp suất này.

CHÚ THÍCH A.3.1 Những nguyên tắc chung về chế tạo đồng hồ McLeod đã được xác lập. Khi sử dụng đúng thì kích thước và dung sai của đồng hồ là đáp ứng các yêu cầu của 6.1.5 trong vùng áp suất từ 0,1 kPa đến 5 kPa: Chiều dài mao quản 200 mm ± 5 mm, đường kính mao quản là 2,7 mm (chính xác đến 0,002 mm), thể tích đồng hồ cộng thể tích mao quản 10,5 ml ± 0,5 ml (chính xác đến 0,05 ml). Tốt nhất là dùng đồng hồ này để điều chỉnh mức thuỷ ngân trong hệ thống áp suất bên phía đối diện với đầu bịt cuối của mao quản. Áp suất của hệ thống được tính theo phương trình dưới đây:

$$P = kbh^2/(V-bh) \quad (A.3.1)$$

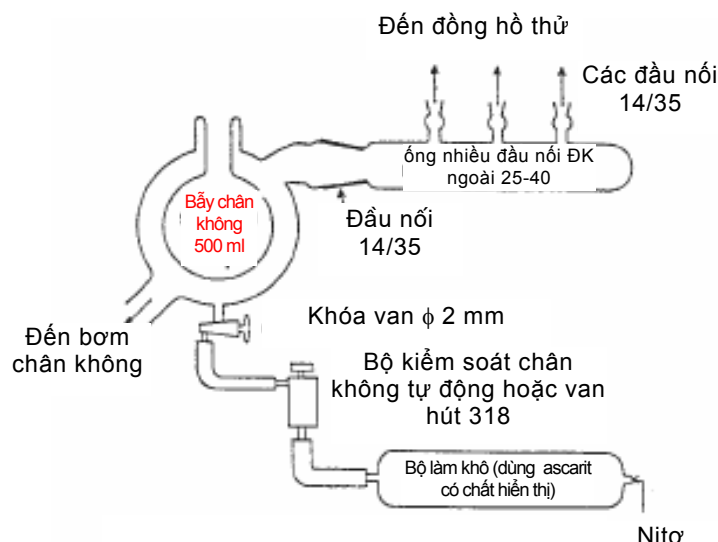
trong đó

- K 133,32, là hệ số chuyển đổi đơn vị mm thành N/m²;
- P áp suất hệ thống, Pa;
- b thể tích của mao quản trên 1 đơn vị chiều dài: ml/mm;
- h chiều dài của mao quản bên trái không chứa thuỷ ngân, tính bằng mm;
- V tổng thể tích của đồng hồ cộng mao quản, ml.

Phương trình này cần phải có sự hiệu chỉnh khi áp suất hệ thống là một phần thấy được của chiều dài mao quản bên trái không chứa thuỷ ngân. Yêu cầu để việc vận hành thành công đồng hồ để đo áp suất của hệ thống trong vùng từ 100 Pa đến 200 Pa (từ 0,75 mmHg đến 1,5 mmHg) là việc xác định độ dài của mao quản bên trái không chứa thuỷ ngân, với độ chính xác đến 0,2 mm. Tại áp suất từ 0,2 kPa tới 2 kPa (1,5 mmHg đến 15 mmHg), độ chụm trong phép đo này ở mức 0,5 mm là đủ.

A.3.2 Thiết bị – Thiết bị thích hợp được nêu ở Hình A.3.1. Thiết bị có khả năng duy trì áp suất chỉ dao động khoảng 1 % ở áp suất 1 kPa và cao hơn, và dao động khoảng 0,01 kPa ở áp suất thấp hơn 1 kPa.

Kích thước tính bằng milimet

**Hình A.3.1 – Hiệu chuẩn đồng hồ chân không**

A.3.2.1 Khi dùng đồng hồ Mcleod chuẩn, thì phải cách xa nguồn nhiệt và không chứa gì ở áp suất thấp hơn 0,01 kPa trước khi nạp lại thủy ngân sạch vào, sau đó tránh tiếp xúc với ẩm từ không khí môi trường. Nên dùng hai đồng hồ Mcleod với các vùng áp suất khác nhau. Nếu chúng phù hợp với áp suất của phép thử thì chứng tỏ rằng hệ thống không còn ẩm và các chất ngưng tụ khác. (**Cảnh báo** – Hg là chất độc, có hại hoặc có thể tử vong nếu hít, nuốt vào).

A.3.3 Cách tiến hành

A.3.3.1 Lắp ống thử nhiều đầu ra như trên Hình A.3.1.

A.3.3.2 Đảm bảo rằng ống thử không bị hở và có thể giữ áp suất ổn định ở mức yêu cầu. Kiểm tra độ kín của hệ thống bằng cách dùng bơm hút khí ra cho đến khi áp suất nhỏ hơn 0,1 kPa, sau đó tách bơm ra. Quan sát áp suất trong thiết bị ít nhất là 1 min. Nếu trong khoảng thời gian đó áp suất tăng không quá 0,01 kPa, thì hệ thống được coi là chấp nhận.

A.3.3.3 Lắp các đồng hồ chân không sơ cấp và đồng hồ cần chuẩn hoá. Điều chỉnh áp suất đến mức yêu cầu của phép thử và tiến hành kiểm tra độ kín như nêu ở trên.

A.3.3.4 Đọc và ghi lại các áp suất đồng thời chỉ ra ở tất cả các đồng hồ.

A.3.3.5 Lặp lại qui trình trên ở các mức áp suất 0,13; 1,3; và 6,7 kPa (1,10 mmHg và 50 mmHg).

A.3.3.6 Vẽ đồ thị về những hiệu chỉnh cần cho thêm vào từng mức áp suất của từng đồng hồ đem thử. Nếu cần thiết có thể dùng phương pháp nội suy.

A.4 Hệ thống điều hoà áp suất

A.4.1 Ví dụ dưới đây được khuyến cáo như là một hệ thống điều hoà áp suất thích hợp: Bơm có khả năng tạo chân không cao được nối với một trong hai bồn điều hoà, mỗi bình có dung tích 10 lít đến 20 lít và được lắp thành một dãy. Lắp van solenoid hoặc thiết bị điều chỉnh khác nối tiếp giữa hai bồn, sao cho bồn thứ nhất được giữ ở áp suất của bơm, còn bồn thứ hai tại áp suất của thiết bị cắt.

A.4.1.1 Một vài thiết bị có bộ phận hút nhẹ ở bồn thứ hai giúp kiểm soát sự vận hành trong các khoảng thời gian đều, tạo cho thiết bị vận hành êm. Tuy nhiên thực nghiệm cho thấy việc hút này cần phải giữ ở mức cực tiểu để tránh thất thoát hơi qua mối nối đồng hồ đo áp suất ở đỉnh cột cắt.

A.4.1.2 Các đường nối từ bồn thứ hai tới thiết bị cắt phải càng ngắn càng tốt, và đường kính ống càng to càng tốt. Đường kính trong tối thiểu phải là 12 mm.

A.4.1.3 Với các mô hình lắp đặt phức hợp, thì nên dùng một bơm lớn và một bồn điều hoà áp suất thấp to. Có thể nối vài bồn nhỏ hơn, vận hành ở các áp suất của các phép cắt khác nhau với bình điều hoà áp suất thấp to có các thiết bị điều chỉnh áp suất riêng. Cũng có thể áp dụng cách lắp đặt khác, miễn là giữ được áp suất không đổi trong giới hạn qui định ở 6.1.7.

CHÚ THÍCH A.4.1 Nếu dùng van solenoid hoặc thiết bị điều chỉnh hoạt động điện khác thì phải có bộ ổn áp để hoạt hóa thiết bị điều chỉnh. Có nhiều loại ổn áp như vậy đã nêu trong tài liệu tham khảo hoặc có sẵn tại các nhà cung cấp thiết bị thí nghiệm. Có thể dùng ổn áp Cartesian để thay cho ổn áp trên hoặc van solenoid. Thiết bị này có khả năng giữ áp suất của hệ thống trong giới hạn cho phép giảm tới áp suất khoảng 1 kPa.

A.5 Kiểm tra thiết bị bằng nhiên liệu chuẩn

A.5.1 Kiểm tra thiết bị đã lắp đặt, bao gồm bộ phận đo áp suất và đầu dò nhiệt độ đã hiệu chuẩn và các thiết bị có liên quan để có sự lắp ráp và kiểm soát vận hành đúng. Thực hiện qui trình thử như đã mô tả ở áp suất thử có liên quan tới mẫu riêng biệt ở hai hoặc nhiều áp suất có liên quan tới các phép kiểm tra chung các thiết bị, dùng n-hexadecane hoặc n-tetradecane.

A.5.1.1 Nếu dùng n-hexadecane, nhiệt độ cắt trung bình nhận được trong khoảng từ 10 % đến 90 % phù hợp với các thông số nêu trong Bảng A.5.1.

Bảng A.5.1 Nhiệt độ cắt của các hợp chất chuẩn

Áp suất		Vùng nhiệt độ, °C	
kPa	mmHg	n-tetradecane	n-hexadecane
0,13	1,0	Từ 78,9 đến 81,9	Từ 104,3 đến 107,6
0,67	5,0	Từ 106,4 đến 109,4	Từ 133,1 đến 136,4
1,34	10,0	Từ 120,2 đến 123,2	Từ 147,5 đến 150,8
2,7	20,0	Từ 135,5 đến 138,5	Từ 163,3 đến 166,7
5,3	40,0	Từ 152,5 đến 155,5	Từ 181,1 đến 184,4
6,7	50,0	Từ 158,3 đến 161,3	Từ 187,2 đến 190,6

A.5.1.2 Đối với các áp suất trên 0.1 kPa không qui định ở Bảng A.5.1, vùng nhiệt độ trung bình sẽ không lệch quá 1,5 °C so với nhiệt độ t , được tính như sau:

$$t = [1831,316 / (6,14438 - \log P)] - 154,53 \quad (\text{A.5.1})$$

trong đó

P tính bằng kPa và t tính bằng °C, hoặc

$$t = [1831,316 / (7,01944 - \log P)] - 154,53 \quad (\text{A.5.2})$$

trong đó

P tính bằng mmHg, và t tính bằng °C.

A.5.1.3 Nếu dùng n-tetradecane, thì nhiệt độ cất trung bình nhận được trong vùng từ 10 % đến 90 % phù hợp với các thông số dẫn ra Bảng A.5.1.

A.5.1.4 Với áp suất lớn hơn 0,1 kPa, không có các thông số nêu trong Bảng A.5.1, nếu dùng n-tetradecan, dải nhiệt độ trung bình sẽ không lệch quá 1,5 °C so với nhiệt độ t_{14} , được tính như sau:

$$t_{14} = [1747,452 / (6,1471 - \log P)] - 168,44 \quad (\text{A.5.3})$$

trong đó

P tính bằng kPa và t tính bằng °C, hoặc

$$t_{14} = [1747,452 / (7,022166 - \log P)] - 168,44 \quad (\text{A.5.4})$$

trong đó

P tính bằng mmHg, và t tính bằng °C.

A.6 Làm khô mẫu và phá bọt

A.6.1 *Làm khô mẫu* – Cách làm dưới đây là cách tiện lợi để làm khô mẫu phục vụ cho phép thử chưng cất này. Đun nóng 300 ml mẫu đến 80 °C thêm 10 g đến 15 g Canxi clorua khan với cỡ hạt qua sàng 12 lỗ và khuấy mạnh khoảng từ 10 min đến 15 min, làm lạnh hỗn hợp, không khuấy và gạn lấy lớp dầu ra.

A.6.2 *Ngăn tạo bọt và sôi bùng của mẫu:*

A.6.2.1 Các mẫu sôi bùng hoặc tạo bọt mạnh thường là trở ngại nghiêm trọng để cất chân không thành công các sản phẩm dầu mỏ. Trong một vài trường hợp, nguyên nhân là do sự có mặt nước hoặc các khí hòa tan, nhưng nhiều mẫu vẫn tạo bọt ngay khi không có tạp chất này. Không có ý kiến thống nhất, chấp nhận được về cách tốt nhất làm giảm thiểu sự tạo bọt mạnh. Những phương thức dưới đây là những ví dụ về các cách đã được sử dụng thành công cho mục đích này.

A.6.2.2 *Loại bỏ khí* – Qui trình này được nêu ở 10.6 nhằm đẩy mạnh sự loại bỏ khí. Từ từ làm giảm áp suất hoặc tăng nhiệt độ, hoặc cả hai, các yếu tố này rất quan trọng để đạt sự thành công đối với dầu ở trong bình. Kỹ thuật loại khí khác là lọc dầu trong chân không trước khi cân.

A.6.2.3 Sử dụng sợi thép – Tách khoảng 10 g sợi thép soắn cấp trung bình. Vuốt thẳng và tách thành 8 đến 10 lọn lỏng và dài, ấn từng lọn vào trong bình. Tránh đóng bánh chặt hoặc tạo những khoảng trống lớn. Làm đầy nửa bầu bằng sợi thép, nhưng không để lọn nào nhô cao hơn 6 mm vào cổ bình. Cũng có thể lấy 0,5 g đến 0,6 g sợi thép cấp 2, cuộn tròn thành 5 viên bi, mỗi viên có đường kính từ 8 mm đến 10 mm rồi cho vào trong bình.

A.6.2.4 Các mảnh tâm sôi – Bao gồm các mảnh sứ khô hoặc các vòng alumit vỡ cho vào trong bình trước khi cất. Các hạt tâm sôi loại đơn giản hay dùng trong các phép xác định nitơ theo phương pháp Kjeldahl cũng được dùng trong một số trường hợp (Chú thích A.6.1).

CHÚ THÍCH A.6.1 Áp dụng các biện pháp chống sôi bùng có thể ảnh hưởng đến đường cong chưng cất. Do đó việc sử dụng chúng chỉ giới hạn trong các trường hợp thật cần để thực hiện phép chưng cất.

A.6.2.5 Các chất lỏng silicon – Trong nhiều trường hợp, thêm một hoặc hai giọt chất lỏng silicon (350 cSt) vào mẫu trong bình sẽ ngăn cản bọt rất hiệu quả. Tuy nhiên các phép phân tích sản phẩm theo phương pháp thử này có thể bị sai lệch bởi sự có mặt của silicon, vì vậy báo cáo kết quả cần phải ghi rõ là có sử dụng chúng.

A.6.2.6 Chuẩn bị bình cất – Để có bề mặt hoạt hóa, một vài phòng thí nghiệm có xử lý phía trong bình cất trước khi tiến hành phép chưng cất. Những phương pháp được dùng cho mục đích này là: đun sôi 100 ml dung dịch NaOH 33 % trong khoảng 15 min đến 20 min, dùng hơi axit hydrofluoric gây ăn mòn mặt trong của đáy bình cất, cho vào bình cất các hạt mịn carbursilic hoặc thủy tinh đã tôi.

A.7 Chuyển đổi nhiệt độ bay hơi quan sát được sang nhiệt độ tương ứng tại áp suất khí quyển (AET)

A.7.1 Phạm vi áp dụng

A.7.1.1 Phương pháp này nhằm chuyển đổi nhiệt độ cất thu được tại áp suất thấp hơn áp suất khí quyển về nhiệt độ tương ứng tại áp suất khí quyển (AET), phù hợp với điểm sôi tương ứng tại áp suất khí quyển 101,3 kPa (760 mmHg) bằng phương trình của Maxwell và Bonnell.

A.7.2 Ý nghĩa và ứng dụng

A.7.2.1 Các thông số cuối cùng về nhiệt độ tương ứng tại áp suất khí quyển phải nhận từ máy tính.

A.7.3 Tính toán kết quả

A.7.3.1 Chuyển nhiệt độ bay hơi quan sát được sang nhiệt độ tương ứng tại áp suất khí quyển bằng phương trình A.7.1:

$$AET = \frac{748,1A}{[1/(T + 273,1)] + 0,3861A - 0,00051606} - 273,1 \quad (A.7.1)$$

trong đó

AET nhiệt độ tương ứng tại áp suất khí quyển, tính bằng $^{\circ}\text{C}$;

T nhiệt độ bay hơi quan sát được, tính bằng $^{\circ}\text{C}$.

A.7.3.1.1 Tính A bằng phương trình A.7.2 và A.7.3:

$$A = \frac{5,143222 - 0,972546 \log_{10} P}{2579,329 - 95,76 \log_{10} P} \quad (\text{A.7.2})$$

trong đó

P áp suất vận hành, tính bằng kPa (áp suất vận hành $\geq 0,266$ kPa), hoặc

$$A = \frac{5,994295 - 0,972546 \log_{10} P}{2663,129 - 95,76 \log_{10} P} \quad (\text{A.7.3})$$

trong đó

P áp suất vận hành tính bằng mmHg (áp suất vận hành ≥ 2 mm Hg).

A.7.3.1.2 Nếu áp suất vận hành $< 0,266$ kPa (< 2 mmHg), tính A theo phương trình A7.4 và A7.5:

$$A = \frac{5,897249 - 0,987672 \log_{10} P}{2962,909 - 43,00 \log_{10} P} \quad (\text{A.7.4})$$

trong đó

P áp suất vận hành, tính bằng kPa, hoặc

$$A = \frac{6,761559 - 0,987672 \log_{10} P}{3000,538 - 43,00 \log_{10} P} \quad (\text{A.7.5})$$

trong đó

P áp suất vận hành, tính bằng mmHg.

A.7.3.2 Các phương trình chỉ đúng với các mẫu có hệ số Watson $k = 12,0 \pm 0,2$. Hệ số k được thừa nhận bằng 12, bất kỳ ảnh hưởng nào của hệ số k cũng được bỏ qua, trừ phi có sự đồng thuận cùng nhau xem xét lại.

A.7.3.3 Nếu cần hiệu chỉnh, thì hệ số k được tính theo phương trình A.7.6.

$$K = \frac{\sqrt[3]{1,8(B + 273,1)}}{D} \quad (\text{A.7.6})$$

trong đó

B điểm sôi trung bình, tính bằng $^{\circ}\text{C}$;

D khối lượng riêng tương đối ở $15,6/15,6^{\circ}\text{C}$.

A.7.3.3.1 Theo thông lệ, nhiệt độ bay hơi ở điểm giữa của mẫu hoặc điểm giữa của chưng cất sắc ký khí của mẫu có thể được sử dụng để tính điểm sôi trung bình. Trong trường hợp nào cũng phải xác định rõ phương pháp.

A.7.3.3.2 Có thể sử dụng Hình A.7.1 để xác định hệ số k.

A.7.3.4 Sử dụng phương trình A.7.7 để tính sự hiệu chỉnh áp dụng cho AET:

$$t = -1,4 \left[K - 12 \right] \log_{10} \left(\frac{P_a}{P_0} \right) \quad (\text{A.7.7})$$

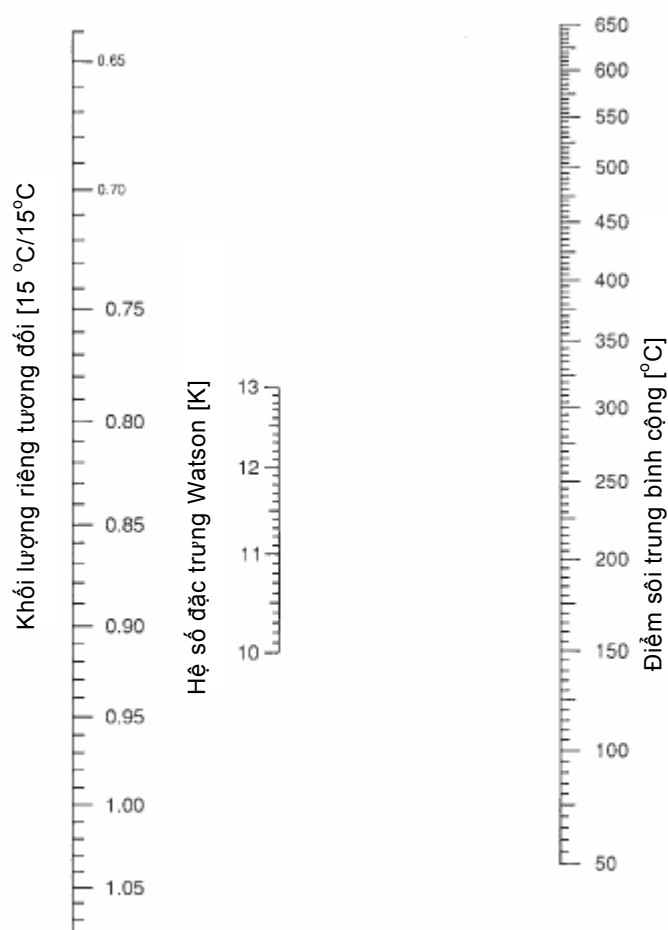
trong đó

t độ hiệu chỉnh, tính bằng °C.

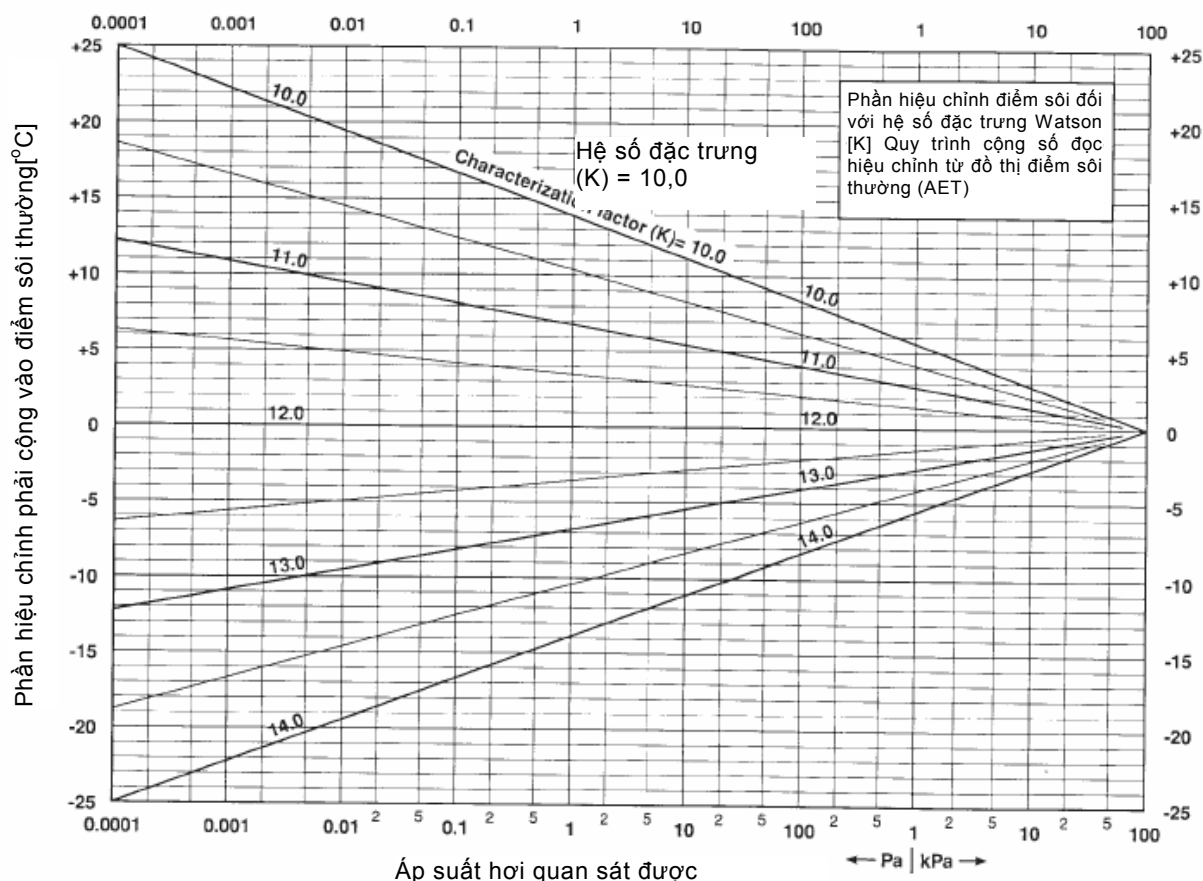
P_a áp suất khí quyển, tính bằng kPa (mmHg)

P_0 áp suất quan sát được, tính bằng kPa (mmHg)

A.7.3.4.1 Có thể dùng hình A.7.2 để xác định độ hiệu chỉnh



Hình A.7. 1 – Hệ số đặc trưng Watson của các phân cắt dầu mỏ



Hình A.7. 2 – Hiệu chỉnh điểm sôi cho hệ số K

A.8 Ví dụ về tính toán độ chụm

A.8.1 Cách tiến hành:

A.8.1.1 Đối với một giá trị % thu hồi từ phép cất ở áp suất đã cho (0,13 kPa hoặc 1,3 kPa) thì tính sự thay đổi nhiệt độ cho thể tích phần trăm thu hồi [°C (AET)/V %].

A.8.1.2 Từ Bảng 2, tìm độ chụm mong muốn (độ lặp lại hoặc độ tái lập). Dùng phương pháp nội suy tuyến tính để tìm độ chụm khi °C (AET)/V % không phải là một số nguyên.

A.8.2 Ví dụ: Kết quả mong muốn: độ tái lập của 30 % thu hồi 0,13 kPa (1 mmHg), °C.

AET (°C) 40 % 443

AET (°C) 30 % 427

AET (°C) 20 % 409

$$^{\circ}\text{C}/\text{V \%} = (443 - 409)/(40-20) = 34/20 = 1,7$$

Từ Bảng 2, độ tái lập, 0,13 kPa (1mmHg) thu hồi giữa 5 % và 50 % (bao gồm cả hai).

°C/V % của 1,5 = 13

°C/V % của 0,2 = 16

Do đó: $13 + (0,2/0,5)(16-13) = 14,2$, tính tròn = 14 °C

A.9 Chứng cất các sản phẩm dầu mỏ ở áp suất giảm (phương pháp tự động)

A.9.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này dùng để xác định bằng thiết bị tự động, tại áp suất giảm, của vùng các điểm đối với sản phẩm dầu mỏ, mà có thể bay hơi một phần hoặc toàn bộ ở nhiệt độ cực đại 400 °C.

A.9.2 Tóm tắt phương pháp

Mẫu được cất trong thiết bị cất tự động dưới các điều kiện như mô tả ở quy trình thủ công. Các thông số nhận được từ phép cất là điểm sôi đầu (IBP) điểm sôi cuối (FBP) và có thể thu được đường cong chưng cất ở nhiệt độ tương đương với áp suất khí quyển (AET) ứng với thể tích.

A.9.3 Thiết bị – Thiết bị tự động được thiết kế gồm các bộ phận như nêu ở 6.1. Các bộ phận không qui định, nhà sản xuất cũng có thể cung cấp, các bộ phận này không đóng vai trò chính để thu được kết quả mong muốn, nhưng giúp nâng cao hiệu quả của thiết bị và vận hành dễ dàng.

A.9.3.1 Cơ chế ghi theo mức, là đo thể tích chất lỏng thu được trong ống hứng. Hệ thống có độ phân giải đến 0,1 ml, với độ chính xác ± 1 ml. Việc chuẩn hóa thiết bị phải khẳng định phù hợp với hướng dẫn của nhà sản xuất.

A.9.3.2 Đồng hồ đo chân không, có khả năng đo áp suất tuyệt đối với độ chính xác ± 10 Pa ($\pm 0,08$ mmHg) ở 1 kPa (7,5 mm) và thấp hơn. Đồng hồ đo áp suất thường là hệ thống đo áp suất bằng điện tử. Có độ chính xác $\pm 1\%$ của số đọc trong vùng trên 1 kPa. Một đồng hồ có màng chắn điện tử có khả năng đạt được độ chính xác này, nhưng chúng phải được chuẩn hóa cẩn thận và định kỳ kiểm tra lại như mô tả ở Phụ lục A.3.

A.9.3.3 Hệ thống kiểm soát nhiệt độ buồng thu hồi, có khả năng kiểm soát nhiệt độ phần thu hồi giữa 32 °C và 78 °C.

A.9.4 Mẫu và những yêu cầu về mẫu: mẫu và những yêu cầu mẫu được nêu ở điều 8.

A.9.5 Chuẩn bị thiết bị – Thiết bị được chuẩn bị phù hợp với hướng dẫn của nhà sản xuất.

A.9.6 Cách tiến hành

A.9.6.1 Đặt nhiệt độ của chất làm lạnh ở nhiệt độ thấp hơn ít nhất 30 °C so với nhiệt độ bay hơi thấp nhất trong phép thử. Nhiệt độ chất làm lạnh gần 60 °C là thích hợp cho nhiều trường hợp .

A.9.6.2 Xác định khối lượng riêng của mẫu tại nhiệt độ của ống hứng sử dụng hydrometer, theo TCVN 6594 (ASTM D 1298) hoặc bằng thiết bị đo khối lượng riêng hiện số theo ASTM D 4052. Có thể áp dụng phương pháp tính toán hoặc bằng hướng dẫn ASTM D 1250, hoặc kết hợp cả hai.

A.9.6.3 Từ khối lượng riêng của mẫu, xác định khối lượng của 200 ml mẫu ở nhiệt độ của phần hứng chính xác đến 0,1 g. Cân lượng dầu này và cho vào bình cất.

A.9.6.4 Bôi trơn các khớp nối hình cầu của thiết bị cất bằng mỡ thích hợp. Nối bình cất với khớp nối hình cầu ở dưới của đầu cất, đặt bộ phận ra nhiệt ở phía dưới của bình cất. Dùng vỏ bọc phủ lên bình cất. Dùng các kẹp lò xo nối phần còn lại của thiết bị để giữ chắc các khớp nối.

A.9.6.5 Lắp đầu dò nhiệt độ vào hốc cắm thiết bị đo của bình cất.

A.9.6.6 Đặt áp suất làm việc theo giá trị đã nêu cho phép cất (xem Chú thích 3). Áp suất sẽ tự động giảm dần theo từng bước để tránh mẫu bị tạo bọt.

A.9.6.7 Đặt tốc độ gia nhiệt ban đầu theo giá trị mong muốn. Thiết bị cần phải có khả năng điều chỉnh nhiệt đầu vào sao cho phần cất thu được theo tốc độ đều từ 6 ml/1min đến 8 ml/1min.

A.9.6.8 Sau khi đảm bảo rằng các bộ phận điều khiển thiết bị đã đặt phù hợp với hướng dẫn của nhà sản xuất thì bắt đầu chưng cất.

A.9.6.9 Thiết bị sẽ tự động ghi điểm sôi đầu, sôi cuối, phần trăm thể tích thu hồi tương ứng với nhiệt độ thực và tốc độ cất. Nhờ phần mềm nhà sản xuất cung cấp, nhiệt độ thực ghi được tự động chuyển thành nhiệt độ tương ứng tại áp suất khí quyển (AET). Việc chuyển đổi dựa trên phương trình A.7.1.

A.9.6.10 Nếu nhiệt độ chất lỏng đạt đến 400 °C hoặc nếu nhiệt độ bay hơi đạt đến cực đại trước điểm cuối, thì tắt thiết bị cất và kết thúc phép chưng cất. Thiết bị tự động ghi lại nhiệt độ bay hơi, và phần trăm tổng thể tích thu hồi tại thời điểm phép chưng cất ngừng.

A.9.6.11 Khi phép chưng cất hoàn tất, thiết bị sẽ tự động thực hiện chu trình làm lạnh. Sau khi nhiệt độ giảm tới giới hạn an toàn, thường là 100 °C, áp suất trong thiết bị cất sẽ tăng từ từ đạt áp suất khí quyển. Sau đó lấy bình và ống hứng ra để làm sạch. Dùng nitơ khô để tăng áp suất của hệ thống lên áp suất khí quyển, nếu cần tháo vỏ bọc thiết bị trước khi làm lạnh xuống dưới 100 °C.

A.9.6.12 Thiết bị được làm sạch như mô tả ở 10.13.

A.9.6.13 Bất kỳ chất nào trong bình lạnh đều được thu hồi như 10.12.

A.9.7 Độ chụm và độ chệch

A.9.7.1 Độ chụm của phương pháp dùng thiết bị tự động theo tiêu chuẩn này đang được xác định.

A.9.7.2 Độ chệch giữa phương pháp thủ công và phương pháp tự động đang được xác định.

Phụ lục B
(tham khảo)

B.1 Cách lắp đặt thiết bị đo nhiệt độ bay hơi

B.1.1 Dụng cụ giúp xác định điểm tràn là dùng que đường kính 3 mm và dài khoảng 300 mm. Gập que thành một góc 90° tại điểm cách đầu mút 25 mm. Sau đó lấy ống nhựa mềm có đường kính trong 2 mm lắp vào đầu mút của que hết khoảng 30 mm độ dài que. Dùng ống nhựa mềm để tránh làm xước đồ thủy tinh. Độ dài đoạn uốn cong phụ thuộc vào đường kính trong của cột cất.

B.1.2 Nâng que cẩn thận từ đáy cột cất lên đến đỉnh của cột và có thể nhô vào nhánh của bộ phận ngưng tụ. Đầu cuối của phần uốn cong của que sẽ dừng lại ở điểm cao nhất của phần nổi phía thấp trong khớp của cột cất và phần ngưng tụ của cột được bọc chân không. Đó là điểm tràn. Sau đó dùng bút bi đánh dấu vào phía ngoài của cột cất thành một vạch với đáy que. Lặp lại bước này ở phía bên kia của cột cất. Dùng thước kẻ có hai cạnh thẳng để khẳng định rằng khoảng cách từ đỉnh cột cất xuống tới hai vạch là bằng nhau. Nếu cả hai là bằng nhau, thì đó chính là điểm tràn. Nếu hai đoạn trên không bằng nhau, cần lập lại các bước như đã nêu trên.

B.1.3 Sau khi đã xác định điểm tràn, đánh dấu cả hai phía của phần thủy tinh bên ngoài, thấp hơn dấu đã xác định ở trên là $3 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$. Đó chính là nơi mà đỉnh đầu dò đặt vào (nếu có thể, làm cả hai vạch này cố định trên cột cất, vì chúng không thay đổi, trừ khi sửa dụng cụ thủy tinh).

B.1.4 Giữ cột cất sao cho có thể nhìn dọc theo cột, lắp cặp nhiệt điện qua nắp vặn vào cột cất. Điều chỉnh cặp nhiệt độ (lên hoặc xuống) sao cho đỉnh của đầu dò thấp hơn hai vạch đánh dấu ở mặt ngoài cột cất. Khi ở vị trí đúng, vặn chặt nắp. Đánh dấu điểm mà cặp nhiệt điện lắp thẳng hàng từ đỉnh của nắp vặn đến vạch dấu cố định. Dấu này chỉ dùng cho cột cất đặc biệt này, cùng với nắp vặn và cặp nhiệt điện, và có thể sử dụng để kiểm tra độ thẳng hàng.