

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7759 : 2008  
ASTM D 4176 – 04<sup>e1</sup>

Xuất bản lần 1

**NHIÊN LIỆU CHỨNG CẤT -- XÁC ĐỊNH  
NƯỚC TỰ DO VÀ TẠP CHẤT DẠNG HẠT  
(PHƯƠNG PHÁP QUAN SÁT BẰNG MẮT THƯỜNG)**

*Distillate fuels Determination of free water and particulate contamination  
(Visual inspection procedures)*

HÀ NỘI - 2008

**Lời nói đầu**

TCVN 7759 : 2008 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 4176 – 04<sup>th</sup> *Standard Test Method for Free Water and Particulate Contamination in Distillate Fuels (Visual Inspection Procedure)* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 4176 – 04<sup>th</sup> thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 7759 : 2008 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.

## Nhiên liệu chung cất – Xác định nước tự do và tạp chất dạng hạt (Phương pháp quan sát bằng mắt thường)

*Distillate fuels - Determination of free water and particulate contamination  
(Visual inspection procedures)*

### 1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định hai qui trình để xác định nước tự do và tạp chất dạng hạt rắn lơ lửng trong nhiên liệu chung cất có điểm sôi cuối dưới 400 °C và có màu ASTM nhỏ hơn hoặc bằng 5.

1.1.1 Có thể sử dụng cả hai qui trình như là phép thử ngoài hiện trường tại nhiệt độ bảo quản hoặc như là phép thử trong phòng thí nghiệm tại nhiệt độ kiểm soát.

1.1.2 Qui trình 1 qui định phương pháp nhanh xác định mẫu đạt / không đạt về sự nhiễm bẩn. Qui trình 2 qui định việc đánh giá độ đục tổng thể bằng số.

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

1.3 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.

### 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 6777 : 2007 (ASTM D 4057-06) Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thủ công.

TCVN 7757 (ASTM D 2709) Nhiên liệu chung cất trung bình – Xác định nước và cặn bằng phương pháp ly tâm

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 D 1744 Test method for water in liquid petroleum products by Karl Fischer reagents (Phương pháp xác định nước trong sản phẩm dầu mỏ dạng lỏng bằng thuốc thử Karl Fischer).

ASTM D 2276 Test method for particulate contamination in aviation fuel by line sampling (Nhiên liệu hàng không – Phương pháp xác định tạp chất dạng hạt bằng cách lấy mẫu trong đường ống)

ASTM D 4860 Test method for free water and particulate contamination in mid-distillate fuels (Clear and bright numerical rating (Phương pháp xác định nước tự do và tạp chất dạng hạt trong nhiên liệu chưng cất trung bình (Đánh giá độ trong và sáng theo số)).

Biểu đồ chuẩn của nhiên liệu chưng cất

Bảng chuẩn đánh giá độ đục của nhiên liệu chưng cất.

### 3 Thuật ngữ, định nghĩa

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

#### 3.1.1

**Trong-và-sáng** (clear-and-bright)

Điều kiện mà ở đó nhiên liệu không mờ hoặc không vẩn đục.

#### 3.1.2

**Nước tự do** (free water)

Nước trong nhiên liệu vượt quá giới hạn tan được ở nhiệt độ thử nghiệm, và trong nhiên liệu xuất hiện như dạng vẩn đục hoặc mờ đục hoặc giọt nhỏ.

#### 3.1.3

**Hạt** (particulate)

Các chất rắn hoặc bán rắn dạng hạt có kích thước nhỏ, đôi khi xuất hiện như cặn bùn hoặc cặn lắng, có thể lơ lửng hoặc không lơ lửng trong nhiên liệu, là kết quả của sự nhiễm bẩn do bụi khi thổi, các sản phẩm của sự ăn mòn, sự không ổn định của nhiên liệu, hoặc sự xuống cấp của lớp lót bảo vệ.

### 4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Trong qui trình 1, lấy khoảng 900 ml nhiên liệu cho vào cốc thủy tinh sạch dung tích 1 lít và kiểm tra độ trong bằng mắt thường. Sau đó lắc xoay mẫu và bằng mắt thường kiểm tra cặn hoặc các giọt nước hình thành bên dưới cuộn xoay.

4.2 Trong qui trình 2 lấy khoảng 900 ml nhiên liệu cho vào cốc thủy tinh sạch dung tích 1 lít và kiểm tra độ trong bằng mắt thường. Độ trong của nhiên liệu được đánh giá bằng cách đặt

5.3. Đó là phụ sau này, và so sánh bằng mắt thường ngoại quan của nhiên liệu với các tấm ảnh chuẩn đánh giá độ đục. Sau đó lắc xoáy mẫu và bằng mắt thường kiểm tra cặn hoặc các giọt nước hình thành bên dưới cuộn xoáy.

4.3 Khi thử nghiệm tại hiện trường, cả hai qui trình 1 và 2 được thực hiện ngay sau khi lấy mẫu và tại các nhiệt độ bảo quản.

4.4 Khi thử nghiệm trong phòng thử nghiệm, cả hai qui trình 1 và 2 được thực hiện ngay sau khi mẫu được làm cân bằng tại điều kiện nhiệt độ thử qui định.

## 5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Trong tiêu chuẩn yêu cầu kỹ thuật của nhiên liệu thường qui định là nhiên liệu phải *trong và sáng, và không có tạp chất khi nhìn bằng mắt thường* (xem Chú thích 1). Tuy nhiên, chưa có phương pháp tiêu chuẩn nào để thực hiện sự xác định này, do vậy thực tế đánh giá rất khác nhau. Phương pháp này qui định một qui trình tiêu chuẩn để thử nghiệm.

CHÚ THÍCH 1 Đôi khi cụm từ *sạch và sáng* được dùng thay cho *trong và sáng*. Ý nghĩa là như nhau.

5.2 Qui trình 1 qui định phương pháp nhanh xác định đạt/không đạt về sự nhiễm bẩn. Qui trình 2 qui định sự đánh giá tổng thể bằng số về độ mờ đục, như là một thông tin về sự nhiễm bẩn. Các phương pháp thí nghiệm khác bao gồm TCVN 7757 (ASTM D 2709), ASTM D 1744, ASTM D 2276, và ASTM D 4860 cho phép định lượng các chất nhiễm bẩn. Không có mối liên hệ nào được thiết lập giữa qui trình 2 và các phương pháp định lượng khác.

5.3 Chỉ một số phòng thử nghiệm đánh giá sai về độ *trong và sáng của* các mẫu là không đạt, như vậy chứng tỏ rằng một thí nghiệm viên kinh nghiệm có thể chỉ phát hiện đến khoảng 40 ppm nước tự do trong nhiên liệu.

## 6 Cảnh trở

6.1 Khi tiến hành thử nhiên liệu ở nhiệt độ thấp hoặc dưới nhiệt độ vẩn đục của nhiên liệu đó, thì một lượng nhỏ hạt sáp rắn có thể lẫn lộn với nước gây ra hiện tượng mờ đục hoặc vẩn đục.

6.2 Nếu cố sử dụng phương pháp thử này đối với các loại nhiên liệu sẫm màu hơn dải màu 5 qui định theo ASTM D 1500, thì nước tự do hoặc các hạt vẩn đục có thể bị mờ, không rõ ràng, người quan sát sẽ không nhìn thấy.

## 7 Thiết bị, dụng cụ

7.1 Ống đong hình trụ, bằng thủy tinh trong, có dung tích bằng 1,0 lít  $\pm$  0,1 lít nhiên liệu và có đường kính bằng 100 mm  $\pm$  10 mm.

## TCVN 7759 : 2008

7.2 *Bảng giấy (Biểu đồ chuẩn)*, được dán trên tấm nhựa trong, có năm vạch song song với các chiều rộng khác nhau và phù hợp với mô tả sau:

7.2.1 *Tính chất đặc trưng của Biểu đồ*, bằng giấy trắng rộng 120 mm, dài 180 mm.

7.2.2 *Vạch màu, độ rộng và khoảng cách*, năm vạch màu đen có chiều rộng tăng dần bắt đầu từ 0,6 mm, vạch thứ hai 1,6 mm và mỗi vạch kế tiếp rộng hơn 1,6 mm cho đến vạch cuối cùng có chiều rộng lớn nhất là 6,4 mm

7.2.3 Các vạch sẽ được đánh số từ 1 đến 5, vạch hẹp nhất là số 1.

7.3 Một dãy ảnh tiêu chuẩn của Biểu đồ chuẩn có các mức độ mờ đục khác nhau, được đánh số từ 1 đến 6. Ảnh số 1 là trong nhất, và số 6 biểu thị sự mờ đục nhất.

7.4 Sự khác nhau giữa các mức độ mờ đục không nhằm mục đích thể hiện tương đương với sự tăng lượng nước lơ lửng và tạp chất. Điều này rất có ý nghĩa, do vậy, chỉ sử dụng các tấm ảnh đã được phê chuẩn.

7.5 *Dụng cụ cảm biến nhiệt độ (temperature sensing device (TSD))*, có thể quan sát nhiệt độ thí nghiệm chính xác đến 0,5 °C ( $\pm 1$  °F), áp dụng cho các phép thử trong phòng thí nghiệm thực hiện tại một nhiệt độ qui định.

7.6 *Bể kiểm soát nhiệt độ*, bể có kích thước và dung tích phù hợp để kiểm soát nhiệt độ bình chứa mẫu, chính xác đến 0,5 °C ( $\pm 1$ °F) so với nhiệt độ cần đo đối với các phép thử trong phòng thí nghiệm cần có các số đo nhiệt độ cụ thể

## 8 Lấy mẫu

8.1 Lấy mẫu theo TCVN 6777 (ASTM D 4057).

8.2 Hút mẫu trực tiếp vào trong bình chứa mẫu theo qui trình sau:

8.2.1 Đảm bảo là van lấy mẫu không có các tạp chất. Nếu bị rỉ hoặc có lớp phủ thì lau sạch bằng vải, sau đó tráng, làm sạch van lấy mẫu trước khi tiến hành lấy mẫu.

8.2.2 Rửa sạch kỹ bình chứa mẫu bằng nhiên liệu là mẫu (**Cảnh báo - Dễ cháy**. Xem Phụ lục A 1.1)

8.2.3 Hút công nhanh công tốt khoảng 900 ml nhiên liệu vào trong bình chứa. Lấy đầy bình mẫu lớn hơn là đổ mẫu bớt ra.

## 9 Chuẩn bị mẫu

9.1 *Thử ngoài hiện trường* – Thực hiện cả hai qui trình 1 và 2 ngay sau khi lấy mẫu. Ghi lại nhiệt độ bảo quản mẫu và nhiệt độ môi trường nơi thực hiện phép thử.

9.2 *Thử trong phòng thí nghiệm*

9.2.1 Không được chuyển hoặc rót máu sang vật chứa thứ cấp nào. Tiến hành thí nghiệm trên máu được rót từ bình chứa máu ban đầu.

9.2.2 Thay nắp bình chứa máu bằng một nắp kín khí cho dụng cụ đo nhiệt độ xuyên qua nắp và không chìm trong máu. Để bình chứa máu cân bằng với nhiệt độ kiểm soát của bể với sai số cho phép. Thỉnh thoảng lắc máu đủ để máu đồng nhất (các giọt nước và tạp chất nếu có, không cần phải lắc đều).

9.2.3 Lấy bình chứa máu từ bể kiểm soát nhiệt độ ra, lau khô bằng vải hút nước (nếu dùng bể băng lạnh lỏng), và thực hiện theo qui trình qui định, ngay sau khi lấy máu ra. Sau khi ghi nhiệt độ máu, thao dụng cụ đo nhiệt độ.

## 10 Cách tiến hành

10.1 Qui trình 1 - Kiểm tra bằng mắt thường sự có mặt của nước hoặc hạt tạp chất. Cắm mẫu lên hướng về nguồn sáng và kiểm tra bằng mắt thường độ đục hoặc sự thiếu trong sáng. Lắc xoáy máu thành cuộn xoáy và kiểm tra tạp chất bên dưới của cuộn xoáy. Ghi lại độ trong sạch bằng mắt thường như trong và sáng hoặc sạch và sáng. Ghi lại, nếu tạp chất hoặc nước hoặc không quan sát thấy chúng ở đáy cuộn xoáy.

10.2 Qui trình 2 - Đặt bình chứa máu ở vị trí hợp lý, tránh sự phản chiếu của ánh sáng lên mặt trước của bình chứa càng tốt. Đặt trực tiếp Biểu đồ chuẩn sau bình chứa sao cho các vạch hướng về bình chứa và song song với đáy của bình, vạch hẹp nhất nên ở phía đáy của Biểu đồ.

10.2.1 Đặt đối diện trực tiếp bình chứa máu và biểu đồ, so sánh ngoại quan của Biểu đồ khi nhìn qua máu và các tấm ảnh. Đặt các tấm ảnh bên cạnh bình chứa để chúng được chiếu sáng tương tự như máu. Chọn tấm ảnh giống mẫu nhất. Bỏ qua sự nhiễu màu của máu. Chú ý sự khác nhau giữa các tấm ảnh như sự biến mất liên tục của các vạch, cũng như sự chiếu sáng đều của tất cả các vạch. Ghi lại số của tấm ảnh giống nhất về ngoại quan, đó là kết quả đánh giá của mẫu.

10.2.2 Bỏ Biểu đồ ra và lắc xoáy bình chứa máu để tạo thành cuộn xoáy. Kiểm tra đáy của cuộn xoáy xem có tạp chất và các giọt nước không. Ghi lại sự có mặt của các hạt hoặc nước.

10.2.3 Đồng thời ghi lại bất kỳ sự quan sát đặc biệt nào, như sự nhiễm bẩn đặc biệt nhiều nước hoặc các hạt rắn hoặc máu sẫm hơn thông thường, sự nhiễm bẩn này gây khó khăn khi đánh giá.

## 11 Báo cáo kết quả

11.1 Đối với các thí nghiệm hiện trường, báo cáo phải cung cấp đầy đủ sự mô tả mẫu gồm: loại, nguồn gốc của nhiên liệu (vị trí lấy mẫu), ngày, tháng, thời gian, và nhiệt độ xấp xỉ của mẫu. Trong báo cáo cũng ghi lại nhiệt độ xấp xỉ của nơi tiến hành thử nghiệm hiện trường.

11.1.1 Đối với các phép thử thực hiện tại phòng thí nghiệm, báo cáo bao gồm nhiệt độ tại đo mẫu được phân tích. Báo cáo cũng nêu rõ tên phòng thí nghiệm tiến hành thử.

11.2 Quy trình 1 – Kết quả của phép thử nêu là đạt nếu (A) khi quan sát bằng mắt thường thấy mẫu trong và sáng, và (B) khi quan sát ở đáy của cuộn xoáy, thấy mẫu không có nước hoặc tạp chất. Kết quả của phép thử cũng sẽ nêu không đạt nếu không phù hợp các điều kiện (A), (B). Phải ghi lại các lý do không đạt.

11.2.1 Ngoài các yêu cầu của việc đánh giá đạt /không đạt như nêu tại 11.2, các đặc tính của từng mẫu cũng có thể được báo cáo như sau:

Trong và sáng	– Đạt hoặc không đạt.
Nước tự do	– Đạt (không có) hoặc không đạt (có)
Tạp chất	– Đạt (không có) hoặc không đạt (có)

11.3 Quy trình 2 – Báo cáo cũng bao gồm đánh giá bằng số của mẫu thử và ghi lại nếu có bất kỳ tạp chất nào, hoặc giọt nước nhìn thấy trên đáy của bình chứa mẫu. Ghi lại các quan sát đặc biệt hoặc bất thường, như là màu sẫm hơn màu bình thường của nhiên liệu.

## 12 Độ chụm và độ chệch

12.1 Quy trình 1 – Sẽ không thực tế khi xác định độ chụm của quy trình vì kết quả của phép thử không mang tính định lượng, chỉ là đạt / không đạt.

12.2 Quy trình 2 – Không xây dựng được quy định về độ chụm, vì khoảng giữa các chuẩn đánh giá không thể bằng nhau. Tuy nhiên, nếu giá định các khoảng đó là bằng nhau, thì đánh giá độ chụm như dưới đây. Sự thống kê các kết quả của chương trình thử nghiệm liên phòng xác nhận các đánh giá này.

12.1.1 *Độ lặp lại* – Sự chênh lệch giữa các kết quả liên tiếp thu được do cùng một thí nghiệm viên trên cùng một dụng cụ, với một mẫu thử như nhau trong một thời gian dài trong điều kiện thử không đổi, với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt một số.

12.1.2 *Độ tái lập* – Sự chênh lệch giữa hai kết quả đơn lẻ và độc lập thu được do các thí nghiệm viên khác nhau làm việc ở những phòng thí nghiệm khác nhau, trên một mẫu thử như nhau trong điều kiện thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt hai số.

CHÚ THÍCH 2 – Các giá trị đó tái lập nêu trên được xác định từ các kết quả thu được tại cùng một vị trí trong cùng ngày do các thí nghiệm viên khác nhau thực hiện trên các thiết bị khác nhau, trên cùng mẫu thử trong thời gian gần như nhau. Sự không ổn định về độ đục của nhiên liệu gây khó dự đoán đối với các mẫu thử tại các thời điểm khác nhau và làm cho việc chuyển mẫu đến các nơi khác nhau là không thực tế. Số liệu để công bố độ chụm và kết quả chương trình so sánh thu được theo quy trình này do 12 thí nghiệm viên tiến hành thử trên 24 mẫu nhiên liệu được lưu tại trụ sở ASTM.



12.3 Trong tiêu chuẩn này không có qui định mang tính pháp lý về độ chính của các qui trình, vì sự mở rộng của nhiên liệu do nhiều nguyên nhân gây ra, và sự tương quan với phương pháp định lượng tuyệt đối là không thực tế.

---