

Mục lục

	Trang
1 Phạm vi áp dụng	7
2 Tài liệu viện dẫn.....	7
3 Thuật ngữ.....	9
4 Tóm tắt phương pháp.....	12
5 Ý nghĩa và sử dụng.....	12
6 Thiết bị.....	13
7 Lấy mẫu, bảo quản và luyện mẫu.....	17
8 Chuẩn bị thiết bị.....	19
9 Hiệu chuẩn và chuẩn hoá.....	20
10 Cách tiến hành.....	22
11 Tính toán kết quả.....	27
12 Báo cáo kết quả.....	30
13 Độ chụm và độ lệch.....	31
Phụ lục A.....	37
Phụ lục B.....	46

Lời nói đầu

TCVN 2698 : 2007 thay thế TCVN 2698 : 2002.

TCVN 2698 : 2007 tương đương ASTM D 86 – 05
*Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products
at Atmospheric Pressure.*

TCVN 2698 : 2007 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn
TCVN/TC28/SC2 *Nhiên liệu lỏng – Phương pháp thử*
biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng
đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định thành phần cất ở áp suất khí quyển

Petroleum products – Test method for distillation at atmospheric pressure

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chưng cất sản phẩm dầu mỏ ở áp suất khí quyển bằng thiết bị chưng cất phòng thí nghiệm để xác định một cách định lượng khoảng nhiệt độ sôi đặc trưng của các sản phẩm như xăng tự nhiên, các phần cất nhẹ và trung bình, các loại nhiên liệu động cơ ô tô, xăng hàng không, nhiên liệu tước bin hàng không, các loại nhiên liệu điêzen 1-D, 2-D thông thường và loại có hàm lượng lưu huỳnh thấp, các loại dung môi gốc dầu mỏ đặc biệt, các loại spirit dầu mỏ, naphta, dầu hoả và các loại nhiên liệu đốt loại 1 và 2.

1.2 Phương pháp này chỉ áp dụng cho các nhiên liệu cất, không áp dụng cho các sản phẩm có chứa lượng cặn đáng kể.

1.3 Phương pháp này qui định cho cả thiết bị chưng cất thủ công và chưng cất tự động.

1.4 Nếu không có qui định nào khác, các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn. Các giá trị ghi trong ngoặc đơn chỉ dùng để tham khảo.

1.5 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.

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).

TCVN 2698 : 2007

TCVN 3573 : 2007 (ASTM D 97 – 05a) Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định điểm đông đặc.

TCVN 5731 : 2006 (ASTM D 323 – 99a) Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định áp suất hơi (Phương pháp Reid).

TCVN 6777 : 2000 (ASTM D 4057 – 95) Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thủ công.

TCVN 7023 : 2002 (ASTM D 4953 - 99a) Xăng và hỗn hợp xăng oxygenat – Phương pháp xác định áp suất hơi (phương pháp khô).

ASTM D 2892 Test Method for Distillation of Crude Petroleum (15-Theoretical Plate Column) (Phương pháp xác định thành phần cất của dầu thô (Cột có 15 đĩa lý thuyết)).

ASTM D 4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products (Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ - Phương pháp lấy mẫu tự động).

ASTM D 5190 Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Automatic Method) (Phương pháp xác định áp suất hơi cho các sản phẩm dầu mỏ (Phương pháp tự động)).

ASTM D 5191 Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Mini Method) (Phương pháp xác định áp suất hơi cho các sản phẩm dầu mỏ (Phương pháp mini)).

ASTM D 5482 Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Mini Method-Atmospheric) (Phương pháp xác định áp suất hơi cho các sản phẩm dầu mỏ (Phương pháp mini - áp suất khí quyển)).

ASTM D 5949 Test Method for Pour Point of Petroleum Products (Automatic Pressure Pulsing Method) (Phương pháp xác định điểm đông đặc của sản phẩm dầu mỏ (Phương pháp tạo xung áp tự động)).

ASTM D 5950 Test Method for Pour Point of Petroleum Products (Automatic Tilt Method) (Phương pháp xác định điểm đông đặc của sản phẩm dầu mỏ (Phương pháp nghiêng tự động)).

ASTM D 5985 Test Method for Pour Point of Petroleum Products (Rotational Method) (Phương pháp xác định điểm đông đặc của sản phẩm dầu mỏ (Phương pháp quay)).

ASTM E 1 Specification for ASTM Thermometers (Nhiệt kế ASTM – Yêu cầu kỹ thuật).

ASTM E 77 Test Method for Inspection and Verification of Thermometers (Phương pháp kiểm tra và hiệu chỉnh đối với các loại nhiệt kế).

ASTM E 1272 Specification for Laboratory Glass Graduated Cylinders (Ống đong thủy tinh có chia độ dùng trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật).

ASTM E 1405 Specification for Laboratory Glass Distillation Flasks (Bình chưng cất thủy tinh dùng trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật)

IP 69 Determination of Vapour Pressure – Reid Method (Xác định áp suất hơi – Phương pháp Reid).

IP 123 Petroleum Products – Determination of Distillation Characteristics (Sản phẩm dầu mỏ - Phương pháp xác định các đặc tính chưng cất).

IP 394 Determination of Air Saturated Vapour Pressure (Phương pháp xác định áp suất hơi bão hoà).

IP Standard Methods for Analysis and Testing of Petroleum and Related Products 1996 – Appendix A (Các phương pháp thử IP về phân tích và thử nghiệm các sản phẩm dầu mỏ 1996 – Phụ lục A)

3 Thuật ngữ

3.1 Định nghĩa

3.1.1 *Thể tích nạp (charge volume)*, là thể tích của 100 ml mẫu thử được đưa vào bình cất ở nhiệt độ qui định trong bảng 1.

Bảng 1 – Chuẩn bị thiết bị

	Nhóm 0	Nhóm 1	Nhóm 2	Nhóm 3	Nhóm 4
Bình cất, ml	100	125	125	125	125
Nhiệt kế chưng cất ASTM	7C (7F)	7C (7F)	7C (7F)	7C (7F)	8C (8F)
Dải đo của nhiệt kế chưng cất IP	thấp	thấp	thấp	thấp	cao
Tấm đỡ bình cất	A	B	B	C	C
Đường kính lỗ, mm	32	38	38	50	50
Nhiệt độ bắt đầu phép thử:					
Bình cất, °C	0 - 5	13 - 18	13 - 18	13 - 18	Không cao hơn nhiệt độ môi trường xung quanh
°F	32 - 40	55 - 65	55 - 65	55 - 65	
Giá đỡ và tấm chắn bình cất	Không cao hơn nhiệt độ môi trường xung quanh				
Ống hứng và 100 ml mẫu nạp, °C	0 - 5	13 - 18	13 - 18	13 - 18	13 - nhiệt độ môi trường xung quanh
°F	32 - 40	55 - 65	55 - 65	55 - 65	55 - nhiệt độ môi trường xung quanh

* Đối với các trường hợp ngoại lệ, xem 10.3.1.1.

3.1.2 *Sự phân huỷ (decomposition)* - của một hydrocacbon, là sự nhiệt phân hoặc quá trình cracking của một phân tử tạo ra các phân tử nhỏ hơn có các điểm sôi thấp hơn so với phân tử ban đầu.

3.1.2.1 *Giải thích* – Các biểu hiện đặc trưng của sự phân huỷ nhiệt là sự tạo thành khói và các số đọc của nhiệt kế không ổn định, thường bị giảm xuống sau mỗi lần điều chỉnh lại việc cấp nhiệt.

3.1.3 *Điểm phân huỷ (decomposition point)*, là số đọc của nhiệt kế đã hiệu chỉnh ở thời điểm mà chất lỏng trong bình chưng cất có các biểu hiện đầu tiên của sự phân huỷ nhiệt.

3.1.3.1 *Giải thích* - Điểm phân huỷ như đã xác định theo các điều kiện của tiêu chuẩn này, không nhất thiết phải tương ứng với nhiệt độ phân huỷ trong các trường hợp khác.

3.1.4 *Điểm khô (dry point)*, là số đọc của nhiệt kế đã hiệu chỉnh quan sát được ngay khi giọt chất lỏng cuối cùng (không tính đến các giọt hoặc màng chất lỏng còn bám trên thành bình hoặc trên bộ cảm ứng nhiệt) bay hơi khỏi điểm thấp nhất của bình cất.

3.1.4.1 *Giải thích* – Thuật ngữ điểm cuối (điểm sôi cuối) nói chung được dùng nhiều hơn là điểm khô. Điểm khô có thể được báo cáo khi mẫu thử liên quan đến các loại naphta dùng cho các mục đích đặc biệt, ví dụ trong sản xuất sơn. Tuy nhiên, thuật ngữ điểm khô được dùng thay thế cho điểm cuối (điểm sôi cuối) khi do bản chất của mẫu mà độ chính xác của điểm cuối (điểm sôi cuối) không thể phù hợp với các yêu cầu qui định về độ chính xác.

3.1.5 *Lượng giữ động (dynamic holdup)*, là một lượng nhiên liệu tồn tại ở cổ bình, nhánh bình và ống ngưng trong suốt quá trình chưng cất.

3.1.6 *Hiệu ứng nhô của phần thân (emergent stem effect)*, là phần thêm vào số đọc nhiệt độ khi sử dụng nhiệt kế thủy ngân nhúng ngập toàn phần mà chỉ nhúng một phần.

3.1.6.1 *Giải thích* – Trong cách nhúng một phần, phần cột thủy ngân nhô ra ở tại nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ của phần nhúng ngập, dẫn đến cột thủy ngân hạ xuống và số đọc nhiệt độ thấp hơn.

3.1.7 *Điểm cuối (EP) hoặc điểm sôi cuối (FBP) (end point (EP) or final boiling point (FBP))*, là giá trị lớn nhất trong suốt quá trình thử nghiệm của số đọc của nhiệt kế đã hiệu chỉnh.

3.1.7.1 *Giải thích* – Điều này thường xảy ra sau khi toàn bộ chất lỏng ở đáy bình cất bay hơi hết. Thuật ngữ nhiệt độ cao nhất là một từ đồng nghĩa vẫn thường sử dụng.

3.1.8 *Hao hụt toàn phần (front end loss)*, là sự hao hụt do bay hơi trong quá trình chuyển mẫu từ ống đong mẫu sang bình chưng cất, lượng hơi mất đi trong quá trình chưng cất và hơi không ngưng tụ trong bình ở cuối quá trình chưng cất.

3.1.9 *Điểm sôi đầu (IBP) (initial boiling point)*, là số đọc của nhiệt kế đã hiệu chỉnh khi quan sát thấy giọt chất lỏng đầu tiên ngưng tụ và rơi xuống từ đầu dưới của ống ngưng

3.1.10 *Phần trăm bay hơi (percent evaporated)*, là tổng số của phần trăm thu cất được và phần trăm hao hụt.

3.1.11 *Phần trăm hao hụt (hoặc hao hụt quan sát được) (percent loss (or observed loss))*, là hiệu số của một trăm phần trăm trừ đi tổng phần trăm thu hồi.

3.1.11.1 *Hao hụt đã hiệu chỉnh (corrected loss)*, là phần trăm hao hụt đã hiệu chỉnh về áp suất khí quyển.

3.1.12 *Phần trăm đã thu hồi (percent recovered)*, là thể tích của chất lỏng ngưng tụ trong ống hứng, tính bằng phần trăm của thể tích nạp ứng với số đọc nhiệt độ tại thời điểm đó.

3.1.13 *Phần trăm thu hồi (percent recovery)*, là phần trăm đã thu hồi tối đa quan sát được theo 10.18.

3.1.13.1 *Phần trăm thu hồi đã hiệu chỉnh (corrected percent recovery)*, là phần trăm thu hồi cộng với sự chênh lệch giữa hao hụt quan sát được và hao hụt đã hiệu chỉnh, như đã nêu ở phương trình 8.

3.1.13.2 *Tổng phần trăm thu hồi (percent total recovery)*, là tổng của phần trăm phần hứng được và phần trăm cặn trong bình cất như xác định theo 11.1.

3.1.14 *Phần trăm cặn (percent residue)*, là thể tích cặn trong bình cất, đo được theo 10.19 và tính theo phần trăm thể tích nạp.

3.1.15 *Tốc độ thay đổi (hoặc độ dốc) (rate of change (or slope))*, là sự thay đổi trong số đọc nhiệt độ theo phần trăm bay hơi hoặc thu hồi, như đã nêu ở 13.2.

3.1.16 *Độ trễ của nhiệt độ (temperature lag)*, là độ lệch giữa số đọc nhiệt độ nhận được từ dụng cụ đo nhiệt độ và nhiệt độ thực tại thời điểm đó.

3.1.17 *Dụng cụ đo nhiệt độ (temperature measurement device)*, là nhiệt kế như mô tả ở 6.3.1 hoặc là bộ cảm ứng nhiệt như mô tả ở 6.3.2.

3.1.18 *Số đọc nhiệt độ (temperature reading)*, là nhiệt độ đo được bằng dụng cụ hoặc hệ thống đo nhiệt độ, có giá trị bằng số đọc nhiệt kế đã mô tả ở 3.1.19.

3.1.18.1 *Số đọc nhiệt độ đã hiệu chỉnh (corrected temperature reading)*, là số đọc nhiệt độ như mô tả ở 3.1.17, đã hiệu chỉnh theo khí áp kế.

3.1.18 *Số đọc nhiệt kế (hoặc kết quả nhiệt kế) (thermometer reading (or thermometer result))*, là nhiệt độ của hơi bão hoà đo được ở cổ bình cất dưới ống hơi, xác định bằng nhiệt kế đã mô tả theo các điều kiện của phép thử

3.1.18.1 *Số đọc nhiệt kế đã hiệu chỉnh (corrected thermometer reading)*, là số đọc nhiệt kế, như mô tả ở 3.1.18, đã hiệu chỉnh theo khí áp kế.

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Dựa trên thành phần, áp suất hơi, điểm sôi đầu hoặc điểm cuối dự kiến, hoặc sự kết hợp của các thông số đó, mẫu được xếp vào một trong năm nhóm. Việc bố trí thiết bị, nhiệt độ ngưng và các thông số vận hành khác được xác định theo nhóm đó.

4.2 Chung cất 100 ml mẫu dưới các điều kiện qui định cho nhóm của mẫu đó. Việc chung cất được thực hiện bằng bộ thiết bị chung cất của các phòng thí nghiệm, tại áp suất môi trường dưới các điều kiện đã qui định được thiết kế gần như tương đương với một đĩa lý thuyết của thiết bị chung cất. Tuỳ thuộc vào nhu cầu sử dụng số liệu, ghi chép đều đặn các số đọc nhiệt độ và các thể tích ngưng tụ. Thể tích cặn và hao hụt cũng được ghi lại.

4.3 Tại phần cuối quá trình chung cất, có thể hiệu chỉnh nhiệt độ hơi quan sát được về áp suất khí quyển, và các số liệu như tốc độ chung cất được kiểm tra về sự phù hợp với các yêu cầu của qui trình. Phải làm lại phép thử nếu bất kỳ một điều kiện nào không phù hợp.

4.4 Thông thường các kết quả thử được thể hiện là phần trăm bay hơi hoặc phần trăm cặn được với nhiệt độ tương ứng, dưới dạng bảng hoặc đồ thị của đường cong chung cất.

5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Phương pháp cơ bản xác định dải sôi của sản phẩm dầu mỏ bằng việc thực hiện một đợt cất đơn giản đã được sử dụng từ lâu trong ngành công nghiệp dầu mỏ. Đây là một trong các phương pháp được áp dụng lâu nhất do Ban kỹ thuật ASTM D02 tổ chức, kể từ khi còn là phương pháp chung cất Engler. Do phương pháp đã được áp dụng một thời gian dài như vậy nên có một lượng lớn cơ sở số liệu lưu trữ để dự đoán độ nhạy tối đa đối với sản phẩm và quá trình chế biến.

5.2 Các đặc tính chung cất (tính bay hơi) của các hydrocarbon thường có ảnh hưởng quan trọng đến an toàn và tính năng sử dụng của chúng, đặc biệt đối với các loại nhiên liệu và dung môi. Dựa vào dải sôi có thể biết được các thông tin về thành phần, tính chất của nhiên liệu trong quá trình bảo quản và sử dụng. Tính bay hơi là một yếu tố chính để xác định xu hướng tạo hơi nổ của hỗn hợp hydrocarbon.

5.3 Các đặc tính chung cất có vai trò đặc biệt quan trọng cho cả xăng ô tô và xăng máy bay, ảnh hưởng đến sự khởi động máy, làm nóng máy và xu hướng tạo nút hơi ở nhiệt độ vận hành cao hoặc ở độ cao lớn, hoặc cả hai. Sự có mặt của các thành phần có điểm sôi cao trong các loại nhiên liệu có thể ảnh hưởng đáng kể đến sự tạo thành cặn cháy cứng.

5.4 Tính bay hơi ảnh hưởng đến tốc độ bay hơi, tính chất này là một yếu tố quan trọng khi sử dụng các dung môi, đặc biệt những dung môi pha sơn.

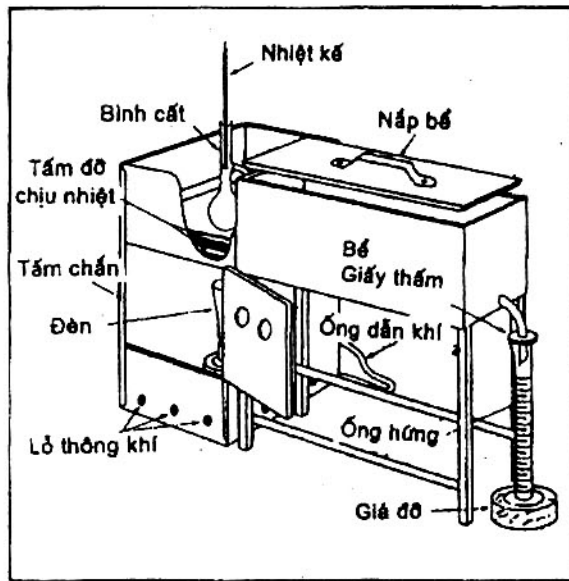
5.5 Thông thường trong các tiêu chuẩn chất lượng, hợp đồng mua bán, qui trình lọc dầu, kiểm tra và các qui định về sự phù hợp đều qui định các giới hạn chứng cất.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Các thành phần chính của thiết bị

6.1.1 Các thành phần chính của thiết bị chưng cất là bình cất, ống ngưng và bể làm lạnh, tấm chắn hoặc lớp bọc bình cất bằng kim loại, nguồn nhiệt, tấm đỡ bình, dụng cụ đo nhiệt độ và ống hứng phần cất.

6.1.2 Các ví dụ về bộ thiết bị chưng cất thủ công được thể hiện trên Hình 1 và Hình 2.



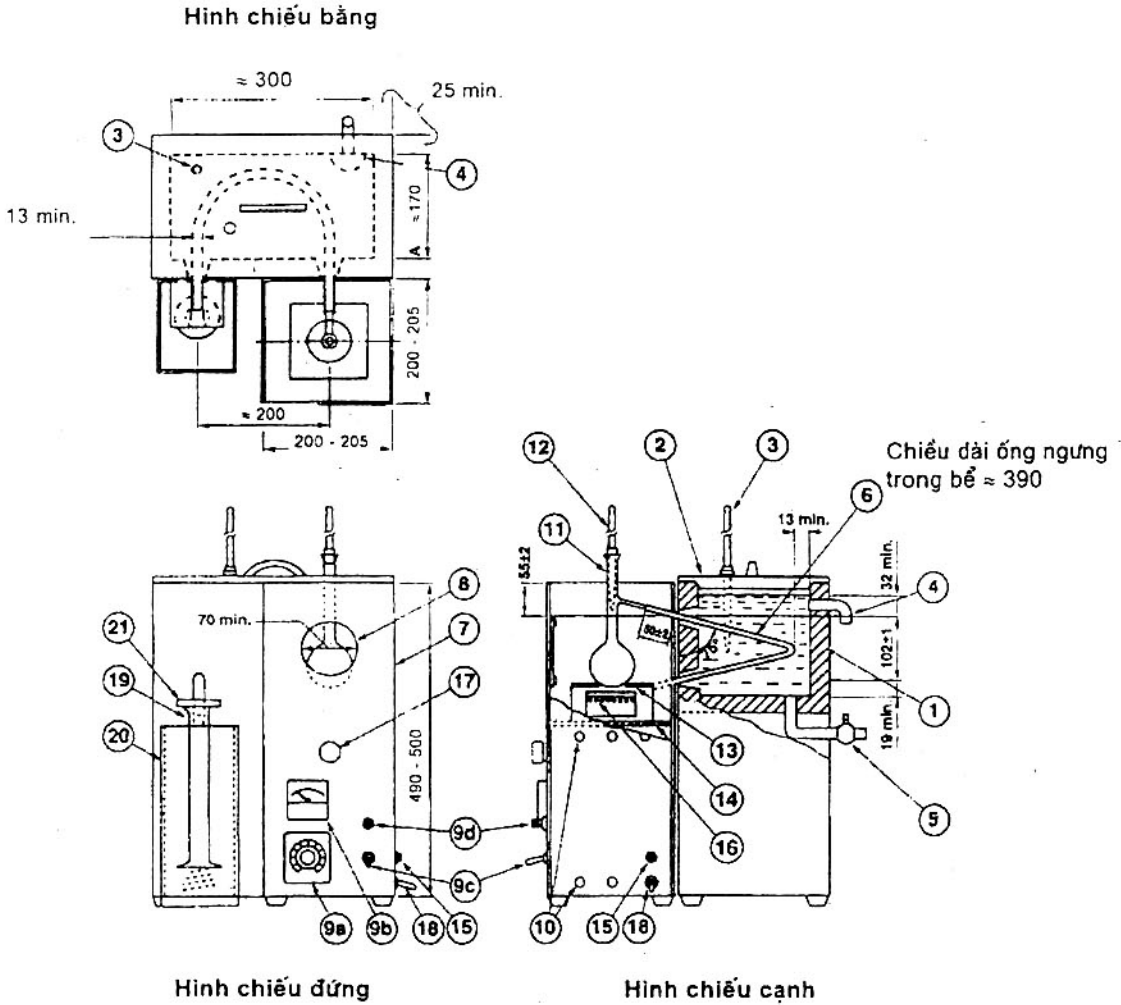
Hình 1 – Sơ đồ bộ thiết bị dùng đèn dầu

6.1.3 Ngoài các thành phần chính như nêu ở 6.1.1, các thiết bị tự động còn được trang bị thêm một hệ thống tự động đo và ghi nhiệt độ và thể tích cất được tương ứng trong ống hứng.

6.2 Phụ lục A.2 mô tả chi tiết về thiết bị

6.3 Dụng cụ đo nhiệt độ

6.3.1 Nhiệt kế thủy ngân, nếu sử dụng thì phải nạp đầy khí trơ, có vạch mức trên thân và tráng men ở phía sau. Các nhiệt kế này phải phù hợp với các tiêu chuẩn ASTM E 1 hoặc IP, hoặc cả hai. Dùng các nhiệt kế ASTM 7C/IP 5C và ASTM 7F trong các phương pháp phân tích và thử nghiệm sản phẩm dầu mỏ có dải nhiệt độ thấp và ASTM 8C/IP 6C và ASTM 8F cho dải nhiệt độ cao.



- | | |
|-----------------------------|---------------------------|
| 1 - Bể ngưng tu | 10 - Lỗ thông khí |
| 2 - Nắp bể | 11 - Bình cất |
| 3 - Đầu đo nhiệt độ của bể | 12 - Đầu đo nhiệt độ |
| 4 - Ống chảy tràn | 13 - Tấm đỡ bình cất |
| 5 - Ống tháo bể | 14 - Bộ đỡ bình cất |
| 6 - Ống ngưng | 15 - Nồi đất |
| 7 - Tấm chắn | 16 - Bếp điện |
| 8 - Cửa quan sát | 17 - Núm điều chỉnh bộ đỡ |
| 9a - Núm điều chỉnh điện áp | 18 - Dây điện |
| 9b - Vôn kế hoặc ampe kế | 19 - Ống hứng |
| 9c - Công tắc | 20 - Bể làm lạnh ống hứng |
| 9d - Đèn báo | 21 - Nắp ống hứng |

Hình 2 – Sơ đồ lắp ráp thiết bị dùng bếp điện

6.3.1.1 Các nhiệt kế đã sử dụng trong thời gian dài ở nhiệt độ trên $370\text{ }^{\circ}\text{C}$ sẽ không được dùng lại nếu không kiểm tra điểm băng hoặc kiểm tra theo ASTM E 1 và ASTM E 77.

CHÚ THÍCH 1 Khi số đọc nhiệt độ quan sát được bằng $370\text{ }^{\circ}\text{C}$ thì nhiệt độ trong bầu thủy tinh sẽ tiến dần tới điểm tới hạn, nhiệt kế có thể mất chính xác.

6.3.2 Có thể sử dụng các hệ thống đo nhiệt độ khác với nhiệt kế thủy ngân đã mô tả ở 6.3.1 với điều kiện các hệ thống này có cùng sự trễ về nhiệt độ, cùng hiệu ứng nhỏ của phần thân, cùng độ chính xác như nhiệt kế thủy ngân tương đương.

6.3.2.1 Phải sử dụng thiết bị điện tử hoặc thuật toán, hoặc cả hai để mô phỏng được sự trễ nhiệt độ của nhiệt kế thủy ngân.

6.3.2.2 Cách khác, vì độ dẫn điện và khối lượng nhiệt đã được hiệu chỉnh, nên đầu dò được đặt trong hộp với phần đầu được bọc sao cho có cùng thời gian trễ nhiệt độ như nhiệt kế thủy ngân.

CHÚ THÍCH 2 Trong một vùng mà nhiệt độ thay đổi nhanh trong quá trình chưng cất thì sự trễ nhiệt độ lớn nhất của một nhiệt kế có thể là 3 giây.

6.3.3 Trong trường hợp có tranh chấp, sử dụng nhiệt kế thủy ngân đã qui định trong phép thử trọng tài.

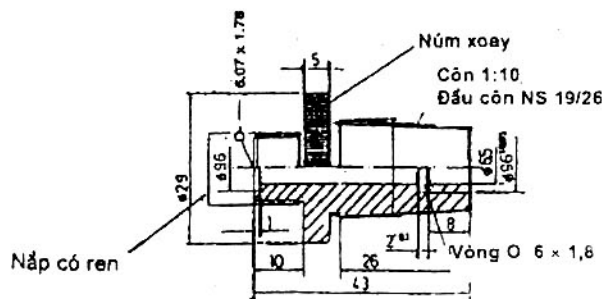
6.4 Thiết bị định tâm cho đầu dò nhiệt độ

6.4.1 Đầu dò nhiệt được lắp xuyên qua bộ phận đã được thiết kế vừa khít để đặt bộ cảm biến ở giữa cổ bình cất, không để hở khí. Có thể chấp nhận các thiết bị định tâm như ví dụ thể hiện ở Hình 3 và Hình 4 (**Cảnh báo** – Không dùng nút phẳng có lỗ xuyên qua như mô tả tại 6.4.1).

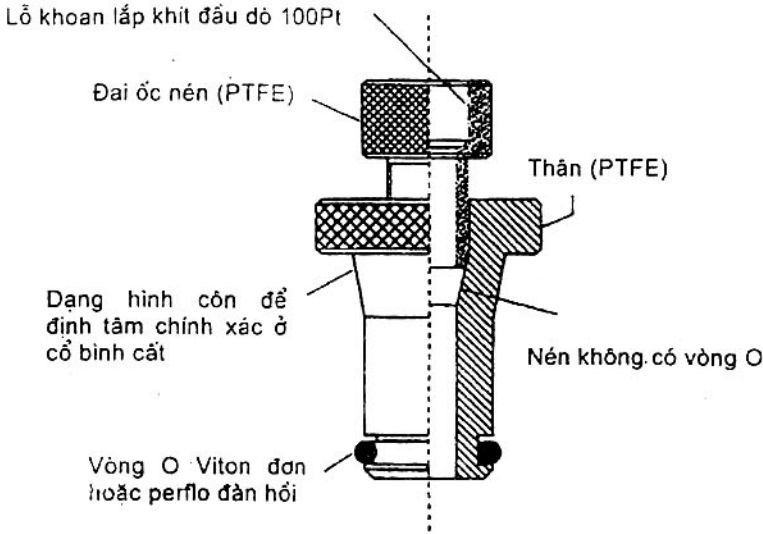
CHÚ THÍCH 3 Cũng có thể dùng các thiết bị định tâm khác, với điều kiện chúng giữ được bộ cảm biến nhiệt tại vị trí chính xác ở cổ của bình ngưng, xem Hình 5 và 10.5.

CHÚ THÍCH 4 Khi tiến hành phép thử bằng phương pháp thủ công, các sản phẩm có điểm sôi đầu thấp có thể có một vài số đọc bị mờ do các thiết bị định tâm che khuất. Xem 10.14.4.1.

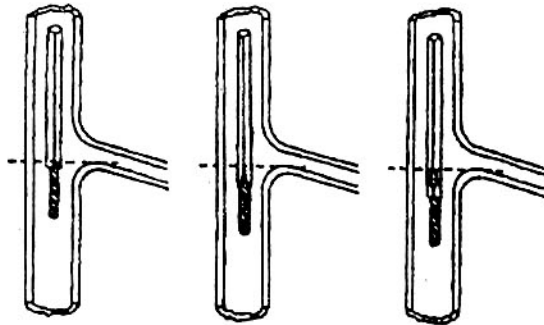
Kích thước tính bằng milimét



Hình 3 – Sơ đồ thiết bị định tâm cho phần nổi nhám



Hình 4 – Ví dụ thiết kế thiết bị định tâm cho bình cắt, cổ thẳng



Hình 5 – Vị trí của nhiệt kế trong bình cắt

6.5 Thiết bị tự động được chế tạo từ năm 1999 trở lại đây được lắp thêm một thiết bị tự động để khi có cháy, sẽ tự động ngắt điện và phun khí trơ hoặc hơi vào trong khoang có bình cắt.

CHÚ THÍCH 5 Một vài nguyên nhân gây cháy là bình cắt bị nứt, đoạn mạch, và do sự nổi bọt và tràn mẫu nhiên liệu qua đỉnh bình cắt.

6.6 *Khi áp kế* - Thiết bị đo áp suất có khả năng đo áp suất cục bộ của một địa điểm, chính xác đến 0,1 kPa (1 mmHg) hoặc cao hơn, mà ở đó thiết bị trong phòng thí nghiệm có cùng độ cao tương đối so với độ cao mực nước biển (**Cảnh báo** - Không chấp nhận các số đọc từ các hộp áp kế thông dụng ví dụ các loại dùng để đo ở các trạm khí tượng, sân bay vì các hộp này đã được hiệu chỉnh trước để cho kết quả áp suất ứng với mực nước biển).

7 Lấy mẫu, bảo quản và chuẩn bị các điều kiện cho mẫu

7.1 Xác định các đặc tính của nhóm tương ứng với mẫu thử (xem Bảng 2). Ở chỗ nào mà qui trình cất mẫu sẽ phụ thuộc vào nhóm đã xác định, đánh dấu các đề mục.

Bảng 2 – Các đặc tính của nhóm

	Nhóm 0	Nhóm 1	Nhóm 2	Nhóm 3	Nhóm 4
Các đặc tính của mẫu					
Dạng chưng cất	Xăng tự nhiên				
Áp suất hơi ở 37,8 °C, kPa (100 °F, psi)		≥ 65,5 ≥ 9,5	< 65,5 < 9,5	< 65,5 < 9,5	< 65,5 < 9,5
(Phương pháp thử: TCVN 5731 (ASTM 323), D TCVN 7023 (ASTM D 4953), ASTM D 5190, ASTM D 5191, ASTM D 5482, IP 69 hoặc IP 394)					
Chưng cất, điểm sôi đầu, °C				≤ 100	> 100
°F				≤ 212	> 212
điểm sôi cuối, °C		≤ 250	≤ 250	> 250	> 250
°F		≤ 482	≤ 482	> 482	> 482

7.2 Lấy mẫu

7.2.1 Lấy mẫu theo TCVN 6777 (ASTM D 4057) hoặc ASTM D 4177 như qui định ở Bảng 3.

Bảng 3 – Lấy mẫu, bảo quản và luyện mẫu

	Nhóm 0	Nhóm 1	Nhóm 2	Nhóm 3	Nhóm 4
Nhiệt độ chai chứa mẫu	°C < 5	< 10			
°F	< 40	< 50			
Nhiệt độ mẫu lưu	°C < 5	< 10 ^A	< 10	Môi trường xung quanh	
°F	< 40	< 50 ^A	< 50	Môi trường xung quanh	
Nhiệt độ mẫu sau khi luyện, trước khi phân tích	°C < 5	< 10	< 10	Môi trường xung quanh hoặc 9 °C đến 21 °C trên điểm đông đặc ^B	
°F	< 40	< 50	< 50	Môi trường xung quanh hoặc 48 °F đến 70 °F trên điểm đông đặc ^B	
Nếu mẫu ướt		lấy mẫu lại		làm khô theo 7.5.3	
Nếu mẫu lấy lại vẫn ướt ^C		làm khô theo 7.5.2			

^A Trong các trường hợp cụ thể, có thể bảo quản mẫu ở nhiệt độ dưới 20 °C (68 °F), xem 7.3.3 và 7.3.4.

^B Nếu tại nhiệt độ môi trường xung quanh mẫu ở dạng (nửa) rắn, xem 10.3.1.1.

^C Nếu biết là mẫu ướt, không cần lấy mẫu lại. Làm khô mẫu theo 7.5.2 và 7.5.3.

TCVN 2698 : 2007

7.2.1.1 *Nhóm 0* – Bảo ôn bình chứa mẫu ở nhiệt độ dưới 5 °C, nên đổ mẫu lạnh vào bình chứa và bỏ đi mẫu đầu tiên. Nếu không thực hiện được cách này, ví dụ do sản phẩm được lấy mẫu đang ở nhiệt độ môi trường thì cho mẫu vào bình chứa đã được làm lạnh trước đến dưới 5 °C, sao cho mẫu ít bị xáo trộn nhất. Đóng kín ngay bình mẫu và đặt vào bể đá hoặc tủ lạnh.

7.2.1.2 *Nhóm 1* – Lấy mẫu theo qui định ở 7.2.1.1 ở nhiệt độ dưới 10 °C. Nếu không thực hiện được, ví dụ do sản phẩm được lấy mẫu đang ở nhiệt độ môi trường thì cho mẫu vào bình chứa đã làm lạnh trước đến dưới 10 °C, sao cho ít bị xáo trộn nhất. Đóng kín ngay bình mẫu (**Cảnh báo** – Không đổ đầy và gắn kín bình mẫu lạnh vì có thể vỡ khi nóng dần lên).

7.2.1.3 *Nhóm 2, 3 và 4* – Lấy mẫu ở nhiệt độ môi trường. Sau khi lấy mẫu đóng kín ngay bình mẫu.

7.2.1.4 Nếu phòng thí nghiệm nhận mẫu do người khác lấy và dù không rõ việc lấy mẫu có theo qui định của 7.2 không, thì mẫu vẫn được coi là được lấy theo các qui định trên.

7.3 Bảo quản mẫu

7.3.1 Nếu không tiến hành thí nghiệm ngay sau khi lấy mẫu thì lưu mẫu theo 7.3.2, 7.3.3, 7.3.4 và Bảng 3. Bảo quản mẫu tránh ánh sáng mặt trời trực tiếp hoặc nguồn nhiệt trực tiếp.

7.3.2 *Nhóm 0* – Bảo quản mẫu trong tủ lạnh ở nhiệt độ dưới 5 °C.

7.3.3 *Nhóm 1* – Bảo quản mẫu ở nhiệt độ dưới 10 °C.

CHÚ THÍCH 6 Nếu không có hoặc không đủ thiết bị để bảo quản mẫu dưới 10 °C, thì có thể bảo quản dưới 20 °C, với điều kiện là thí nghiệm viên đảm bảo rằng bình chứa mẫu được đóng kín và không bị rò rỉ.

7.3.4 *Nhóm 2* – Bảo quản mẫu ở nhiệt độ dưới 10 °C.

CHÚ THÍCH 7 Nếu không có hoặc không đủ thiết bị để bảo quản mẫu dưới 10 °C, thì có thể bảo quản dưới 20 °C, với điều kiện là thí nghiệm viên đảm bảo rằng bình chứa mẫu được đóng kín và không bị rò rỉ.

7.3.5 *Nhóm 3 và 4* – Bảo quản mẫu ở nhiệt độ môi trường hoặc thấp hơn.

7.4 Luyện mẫu trước khi phân tích

7.4.1 Trước khi mở bình chứa mẫu, phải đưa mẫu về nhiệt độ như qui định ở Bảng 3.

7.4.1.1 *Nhóm 0* – Trước khi mở bình chứa mẫu, phải đưa mẫu về nhiệt độ dưới 5 °C (40 °F).

7.4.1.2 *Nhóm 1 và 2* – Trước khi mở bình chứa mẫu, phải đưa mẫu về nhiệt độ dưới 10 °C (50 °F).

7.4.1.3 Nhóm 3 và 4 – Trước khi phân tích, nếu ở nhiệt độ môi trường mà mẫu không ở dạng lỏng, thì phải gia nhiệt đến nhiệt độ từ 9 °C đến 21 °C cao hơn điểm đông đặc của mẫu (ASTM D 97, ASTM D 5949 hoặc ASTM D 5985). Nếu mẫu đặc hoàn toàn hoặc một phần thì sau khi nóng chảy phải lắc mạnh cho mẫu đồng nhất trước khi mở nắp bình chứa mẫu.

7.4.1.4 Nếu ở nhiệt độ phòng mẫu không ở dạng lỏng thì không áp dụng dải nhiệt độ đã qui định ở Bảng 3 cho cả bình cất và mẫu thử.

7.5 Mẫu ướt

7.5.1 Nếu nhìn thấy có nước trong mẫu thì mẫu đó không phù hợp để thí nghiệm. Nếu mẫu không khô thì lấy mẫu khác không chứa nước lơ lửng để thử.

7.5.2 Nhóm 0, 1 và 2 – Trong trường hợp không lấy được mẫu không có nước thì có thể loại nước lơ lửng bằng cách duy trì mẫu ở nhiệt độ 0 °C đến 10 °C, cho vào 100 ml mẫu khoảng 10 g natri sulfat khan, lắc khoảng 2 phút, sau đó để lắng khoảng 15 phút. Khi nhìn mẫu thấy không có nước, dùng phần mẫu đã gạn, duy trì ở nhiệt độ 1 °C đến 10 °C để phân tích. Trong báo cáo thử ghi rõ mẫu đã được làm khô bằng cách cho thêm chất làm khô.

CHÚ THÍCH 8 Nước lơ lửng trong các mẫu đục thuộc nhóm 1 và 2 có thể loại bằng cách cho thêm natri sulfat khan và tách phần mẫu lỏng ra khỏi chất làm khô theo cách gạn mà không ảnh hưởng mang tính thống kê đến kết quả phép thử.

7.5.3 Nhóm 3 và 4 – Trong trường hợp không thể lấy được mẫu khô thì có thể loại nước lơ lửng bằng cách lắc mẫu với natri sulfat khan hoặc chất làm khô thích hợp và sau đó gạn để tách mẫu khỏi chất làm khô. Trong báo cáo kết quả ghi rõ mẫu đã được làm khô bằng cách cho thêm chất làm khô.

8 Chuẩn bị thiết bị

8.1 Căn cứ vào Bảng 1 và chuẩn bị thiết bị bằng cách chọn bình cất tương ứng, thiết bị đo nhiệt độ, tấm đỡ bình cất theo chỉ dẫn cho từng nhóm. Đưa nhiệt độ của ống hứng, bình cất và bể ngưng đến nhiệt độ qui định.

8.2 Chuẩn bị để nhiệt độ của bể ngưng tụ và ống hứng được duy trì ở các nhiệt độ qui định. Ống hứng được đặt trong bể ổn nhiệt sao cho hoặc mức chất lỏng cao ít nhất đến vạch 100 ml hoặc toàn bộ ống hứng được bao quanh bằng buồng tuần hoàn không khí.

8.2.1 *Nhóm 0, 1, 2 và 3* – Chất làm lạnh thích hợp cho các bể nhiệt độ thấp có thể là một trong những hỗn hợp: đá vụn và nước, nước muối lạnh và etylen glycol lạnh. Ngoài ra, có thể sử dụng các tác nhân làm lạnh khác.

8.2.2 *Nhóm 4* – Có thể sử dụng nước lạnh, nước nóng và etylen glycol đã hâm nóng để tạo bể có nhiệt độ môi trường hoặc cao hơn. Ngoài ra, có thể sử dụng các tác nhân làm lạnh khác.

8.3 Loại bỏ chất lỏng đã đóng cặn trong ống ngưng bằng cách lấy một miếng vải mềm, không xơ, buộc vào dây thép và thông.

9 Hiệu chuẩn và chuẩn hoá

9.1 *Hệ thống đo nhiệt độ* – Nếu sử dụng hệ thống đo nhiệt độ khác với các nhiệt kế thủy ngân qui định thì chúng phải có cùng độ trễ nhiệt độ, hiệu ứng nhô của phần và độ chính xác bằng nhiệt kế thủy ngân tương đương. Việc hiệu chuẩn các hệ thống đo nhiệt độ này được thực hiện theo chu kỳ không quá sáu tháng một lần và sau khi chuyển dịch hoặc sửa chữa hệ thống.

9.1.1 Độ chính xác và hiệu chuẩn của hệ thống điện tử hoặc thuật toán máy tính hoặc cả hai sẽ được xác định bằng việc sử dụng bộ điện trở có độ chính xác chuẩn. Khi thực hiện các phép thử này, không sử dụng các thuật toán để hiệu chỉnh độ trễ nhiệt độ và hiệu ứng nhô của phần thân (xem hướng dẫn của nhà sản xuất).

9.1.2 Kiểm tra việc hiệu chuẩn của thiết bị đo nhiệt độ bằng cách chưng cất toluen tinh khiết theo các điều kiện tương ứng với nhóm 1 và so sánh nhiệt độ tại 50 % thu hồi với nhiệt độ trong Bảng 4.

9.1.2.1 Nếu số đọc nhiệt độ của thiết bị được sử dụng tương ứng khác với qui định trong Bảng 4 (xem chú thích 10 và Bảng 4), thì hệ thống đo nhiệt độ sẽ bị coi là không đạt, không được sử dụng cho phép thử.

CHÚ THÍCH 9 Toluene được sử dụng như là chất chuẩn để hiệu chuẩn, hầu như toluene không cho thông tin về khả năng mô phỏng của hệ thống đo điện tử về độ trễ nhiệt độ của nhiệt kế bầu thủy ngân.

Bảng 4 – Nhiệt độ sôi thực và nhiệt độ sôi thấp nhất, cao nhất tại mức 50 % phần cất được theo TCVN 2698 (ASTM D 86), °C^A

		Thủ công		Tự động	
		Các điều kiện cất nhiệt độ sôi thấp nhất tại mức 50 % phần cất được	Các điều kiện cất nhiệt độ sôi cao nhất tại mức 50 % phần cất được	Các điều kiện cất nhiệt độ sôi thấp nhất tại mức 50 % phần cất được	Các điều kiện cất nhiệt độ sôi cao nhất tại mức 50 % phần cất được
Toluen	Nhiệt độ sôi thực TCVN/ASTM/IP	Nhóm 1, 2 và 3	Nhóm 1, 2 và 3	Nhóm 1, 2 và 3	Nhóm 1, 2 và 3
		110,6	111,8	108,5	109,7
Hexadecan	Nhiệt độ sôi thực ASTM/IP	Nhóm 4	Nhóm 4	Nhóm 4	Nhóm 4
		287,0	283,1	277,0	280,0

^A Các nhiệt độ nhân được theo phương pháp thủ công và tự động nêu trong bảng này là các giá trị trong khoảng dung sai 95 % đối với 99 % số liệu tập hợp. Dung sai đề xuất khoảng 3 X sigma. Thông tin về các giá trị trong bảng này có thể xem trong RR D02 – 1580.

9.1.2.2 Trong tiêu chuẩn này sử dụng toluen và hexadecan (cetane) có độ tinh khiết hoá học phù hợp với tiêu chuẩn kỹ thuật qui định. Tuy nhiên có thể sử dụng các loại khác với điều kiện không làm giảm độ chính xác của phép xác định.

CHÚ THÍCH 10 Trong sổ tay hướng dẫn, tại 101,3 kPa toluen sôi ở 110,6 °C, đo bằng nhiệt kế nhúng ngập một phần. Vì phương pháp này sử dụng các nhiệt kế hiệu chuẩn nhúng ngập toàn phần do vậy các kết quả sẽ thấp hơn và tùy thuộc loại nhiệt kế và tình huống, kết quả của mỗi nhiệt kế có thể khác nhau. Cũng trong sổ tay hướng dẫn, tại 101,3 kPa hexadecan sôi ở 287,0 °C, đo bằng nhiệt kế nhúng ngập một phần. Vì phương pháp này sử dụng các nhiệt kế hiệu chuẩn nhúng ngập toàn phần vì vậy các kết quả sẽ thấp hơn và tùy thuộc loại nhiệt kế và tình huống, kết quả của mỗi nhiệt kế có thể khác nhau.

9.1.3 Xác định độ lớn của độ trễ nhiệt độ theo qui trình trong Phụ lục A.3.

9.1.4 Qui trình để giảm hiệu ứng nhò của phần thân được qui định trong Phụ lục B.4.

9.1.5 Dùng cetan (n-hexadecan) để hiệu chuẩn hệ thống đo nhiệt độ tại nhiệt độ cao. Hệ thống đo nhiệt độ sẽ chỉ ra, tại 50 % thu hồi, một nhiệt độ có thể so sánh được với nhiệt độ trong Bảng 4 với thiết bị tương ứng trong các điều kiện chưng cất của nhóm 4.

CHÚ THÍCH 11 Vì điểm chảy của n-hexadecan cao, nên phải thực hiện chưng cất theo các điều kiện của nhóm 4 với ống ngưng có nhiệt độ > 20 °C.

9.2 Phương pháp tự động

9.2.1 Cơ cấu đo mức – Đối với các thiết bị chưng cất tự động, cơ cấu đo mức/cơ cấu ghi của thiết bị phải có vạch chia 0,1 ml hoặc nhỏ hơn với sai số lớn nhất là 0,3 ml cho khoảng đo từ 5 ml

đến 100 ml. Hiệu chỉnh thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất, với chu kỳ không quá ba tháng một lần hoặc sau khi chuyển dịch, sửa chữa.

CHÚ THÍCH 12 Qui trình hiệu chuẩn điển hình bao gồm xác định phần cất được trong ống hứng có 5 ml và 100 ml mẫu tương ứng.

9.2.2 Khi áp kế – Tại các chu kỳ không quá sáu tháng và sau khi chuyển dịch hoặc sửa chữa thiết bị thì số đọc áp suất phải được kiểm tra bằng áp kế, như qui định ở 6.6.

10 Cách tiến hành

10.1 Ghi lại áp suất hiện hành.

10.2 *Nhóm 0, 1 và 2* – Lắp nhiệt kế có dải đo thấp xuyên qua nút bấc đặc, nút cao su silicon hoặc vật liệu polyme tương đương, nút được lắp khít cổ bình chứa mẫu và đưa nhiệt độ mẫu đến nhiệt độ như qui định ở bảng 3.

10.3 *Nhóm 0, 1, 2, 3 và 4* – Kiểm tra để đảm bảo nhiệt độ mẫu đúng theo qui định ở Bảng 3. Đổ mẫu đến chính xác vạch 100 ml của ống hứng và chuyển toàn bộ lượng mẫu đó vào bình cất, cẩn thận không cho chất lỏng chảy vào ống hơi.

CHÚ THÍCH 13 Điều quan trọng là sự chênh lệch giữa nhiệt độ mẫu và nhiệt độ của bể ổn nhiệt của ống hứng càng nhỏ càng tốt. Sự chênh lệch 5 °C có thể tạo chênh lệch thể tích đến 0,7 ml.

10.3.1 *Nhóm 3 và 4* – Tại nhiệt độ môi trường, nếu mẫu không ở dạng lỏng thì trước khi tiến hành phân tích, phải gia nhiệt đến nhiệt độ cao hơn điểm đông đặc của mẫu từ 9 °C đến 21 °C (TCVN 3573 (ASTM D 97); ASTM D 5949; ASTM D 5950 hoặc ASTM D 5985). Nếu mẫu đặc hoàn toàn hoặc một phần thì phải lắc mạnh sau khi làm chảy mẫu và trước khi lấy mẫu để đảm bảo đồng nhất.

10.3.1.1 Tại nhiệt độ môi trường, nếu mẫu không ở dạng lỏng thì không cần xem xét dải nhiệt độ của mẫu và ống hứng đã ghi ở Bảng 1. Trước khi phân tích, gia nhiệt cho ống hứng mẫu đến nhiệt độ xấp xỉ nhiệt độ của mẫu. Rót mẫu đã hâm nóng đúng đến vạch 100 ml của ống hứng, chuyển toàn bộ lượng mẫu này vào bình cất, cẩn thận không cho chất lỏng chảy vào ống hơi.

CHÚ THÍCH 14 Nhiên liệu bay hơi trong quá trình chuyển mẫu thì sẽ góp phần vào lượng thất thoát; nhiên liệu lưu trong ống hứng sẽ góp phần vào thể tích thu hồi tại thời điểm của điểm sôi đầu.

10.4 Nếu dự kiến mẫu có thể sôi không bình thường, tức là sôi bùng, cho thêm một vài hạt tâm sôi vào mẫu. Việc cho thêm này có thể chấp nhận đối với bất kỳ loại chưng cất nào.

10.5 Lắp đầu dò nhiệt qua nút bình cất như mô tả ở 6.4, đặt đầu dò ở giữa cổ bình cất. Trong trường hợp dùng nhiệt kế thì bầu nhiệt kế nằm ở giữa cổ bình cất và điểm thấp hơn của mao quản

ở ngang mức với điểm cao nhất ở đáy thành trong của ống hơi (xem Hình 5). Trong trường hợp dùng cấp nhiệt điện hoặc nhiệt kế điện trở thì lắp đặt theo hướng dẫn của nhà chế tạo.

CHÚ THÍCH 15 Nếu dùng mỡ chân không để bôi trên bề mặt của thiết bị định tâm thì phải dùng lượng mỡ càng ít càng tốt.

10.6 Lắp chặt ống hơi của bình cất có nút bấc hoặc nút cao su hoặc nút polyme tương đương vào ống ngưng. Chính bình cất theo phương thẳng đứng sao cho ống hơi xuyên vào ống ngưng một khoảng từ 25 mm đến 50 mm. Nâng và chỉnh để tẩm đờ bình cất khít vào đáy của bình.

10.7 Đặt ống hứng vừa dùng để đo thể tích mẫu (không cần làm khô bên trong) vào trong bể điều nhiệt nằm dưới đầu thấp của ống ngưng. Đầu của ống ngưng sẽ nằm giữa miệng ống hứng và sâu vào trong ống một khoảng ít nhất là 25 mm, nhưng không dưới vạch 100 ml.

10.8 Điểm sôi đầu

10.8.1 Phương pháp thủ công – Để giảm lượng thất thoát của phần cất do bay hơi, dây ống hứng bằng mảnh giấy thấm hoặc vật liệu tương tự đã được cắt vừa khít với ống ngưng. Nếu dùng ống dẫn dòng cho ống hứng thì bắt đầu chum cất với đầu của ống dẫn dòng vừa chạm thành của ống hứng. Nếu không dùng ống dẫn dòng thì giữ đầu chảy của ống ngưng xa thành của ống hứng. Ghi lại thời gian bắt đầu. Quan sát và ghi lại điểm sôi đầu chính xác đến 0,5 °C (1,0 °F). Nếu không dùng ống dẫn dòng thì phải chuyển dịch ống hứng ngay, sao cho đầu ống ngưng chạm vào thành trong của nó.

10.8.2 Phương pháp tự động – Để giảm lượng thất thoát của phần cất do bay hơi, dùng thiết bị cho mục đích này do nhà chế tạo cung cấp. Cấp nhiệt cho mẫu và bình cất với đầu của ống dẫn dòng vừa chạm vào thành ống hứng. Ghi lại thời gian bắt đầu. Ghi lại điểm sôi đầu chính xác đến 0,1 °C (0,2 °F).

10.9 Điều chỉnh việc cấp nhiệt sao cho khoảng thời gian giữa lần cấp nhiệt đầu tiên và điểm sôi đầu phù hợp qui định trong Bảng 5.

10.10 Điều chỉnh việc cấp nhiệt sao cho thời gian từ điểm sôi đầu đến khi thu được 5 % hoặc 10 % thu hồi phù hợp qui định ở Bảng 5.

10.11 Tiếp tục điều chỉnh nhiệt sao cho tốc độ ngưng trung bình không đổi từ khi thu được 5 % hoặc 10 % đến khi còn 5 ml cặn trong bình cất là 4 ml/phút đến 5 ml/phút. (**Cảnh báo** – Do hình dạng của bình và điều kiện của phép thử, hơi và chất lỏng xung quanh đầu dò nhiệt độ là không cân bằng về nhiệt động. Do đó tốc độ chum cất có ảnh hưởng đến nhiệt độ hơi đã đo. Vì vậy tốc độ chum cất phải được giữ không đổi trong suốt quá trình thử).

CHÚ THÍCH 16 Khi thí nghiệm các mẫu xăng, không có gì là bất thường khi nhìn thấy phần ngưng tụ đột ngột tạo thành các pha chất lỏng riêng biệt và tạo thành giọt trên dụng cụ đo nhiệt độ và trong cổ bình cất tại nhiệt độ hơi khoảng 160 °C. Có thể kèm theo hiện tượng sụt nhiệt độ hơi đột ngột (khoảng 3 °C) và tỷ lệ thu hồi giảm. Hiện tượng này có thể do sự có mặt của vết nước trong mẫu, và kéo dài từ 10 giây đến 30 giây trước khi nhiệt độ được phục hồi và chất ngưng tụ bắt đầu chảy thành dòng trở lại. Đôi khi điểm này còn gọi là điểm ngưng ngưng.

10.12 Phải tiến hành chưng cất lại nếu không phù hợp các điều kiện nêu ở 10.9; 10.10 và 10.11.

10.13 Nếu quan sát thấy có điểm phân huỷ như mô tả ở 3.1.3 thì dừng cấp nhiệt và tiến hành theo 10.17.

Bảng 5 – Các điều kiện trong quá trình thí nghiệm

	Nhóm 0	Nhóm 1	Nhóm 2	Nhóm 3	Nhóm 4
Nhiệt độ của bể làm lạnh ^A , °C	0 – 1	0 – 1	0 – 5	0 – 5	0 – 60
°F	32 – 34	32 – 34	32 – 40	32 – 40	32 – 140
Nhiệt độ của bể bao quanh ống hứng,					nhiệt độ mẫu ±3
°C	0 – 4	13 – 18	13 – 18	13 – 18	±5
°F	32 – 40	55 – 65	55 – 65	55 – 65	
Thời gian từ lúc bắt đầu đun đến điểm sôi đầu, phút	2 – 5	5 – 10	5 – 10	5 – 10	5 – 15
Thời gian từ điểm sôi đầu đến khi thu được 5 %, giây		60 – 100	60 – 100		
đến khi thu được 10 %, phút	3 – 4				
Tốc độ trung bình của quá trình ngưng tụ từ khi thu được 5 % đến khi còn 5 ml trong bình cất, ml/phút	4 – 5	4 – 5	4 – 5	4 – 5	4 – 5
Thời gian từ khi còn 5 ml cạn đến điểm sôi cuối, phút	max 5	max 5	max 5	max 5	max 5

^A Nhiệt độ thích hợp của bể ngưng phụ thuộc vào hàm lượng sáp của mẫu và của phân đoạn chưng cất. Thông thường chỉ dùng một nhiệt độ ngưng. Việc tạo sáp ở ống ngưng có thể bị ảnh hưởng do: (a) sự có mặt các hạt sáp trong phần cất thoát ra khỏi đầu giọt ngưng, (b) lượng thất thoát chưng cất cao hơn lượng dự kiến dựa trên cơ sở điểm sôi đầu của mẫu, (c) tỷ lệ thu hồi thất thường và (d) sự có mặt của các hạt sáp trong khi thải chất cặn lỏng bằng cách dùng vải (không xơ) chà xát (xem điều 8.3). Áp dụng nhiệt độ tối thiểu để vận hành thuận tiện. Nói chung, nhiệt độ của bể ngưng tụ nằm trong khoảng từ 0 °C đến 4 °C là phù hợp cho dầu hoả, dầu đốt lò FO loại 1 và nhiên liệu DO loại 1-D. Trong một vài trường hợp gồm cả FO loại 2, DO loại 2-D, gazoin và các sản phẩm chưng cất tương tự, thì nên giữ nhiệt độ bể ngưng trong khoảng từ 38 °C đến 60 °C.

10.14 Trong khoảng thời gian giữa điểm sôi đầu và kết thúc chưng cất, quan sát và ghi lại các số liệu cần thiết cho tính toán và báo cáo kết quả phép thử theo tiêu chuẩn yêu cầu kỹ thuật qui định, hoặc như đã yêu cầu đối với mẫu thử. Các số liệu quan sát có thể bao gồm các số đọc nhiệt độ tại các phần trăm thu hồi định trước hoặc ngược lại, hoặc cả hai.

10.14.1 *Phương pháp thủ công* – Ghi lại thể tích trong ống chia độ chính xác đến 0,5 ml và số đọc nhiệt độ chính xác đến 0,5 °C (1,0 °F).

10.14.2 *Phương pháp tự động* – Ghi lại thể tích trong ống hứng chính xác đến 0,1 ml và số đọc nhiệt độ chính xác đến 0,1 °C (0,2 °F).

10.14.3 Nhóm 0 – Trong trường hợp không có các yêu cầu đặc biệt về số liệu, ghi lại điểm sôi đầu, điểm sôi cuối và các số đọc nhiệt độ tương ứng tại từng bội số 10 % thể tích thu hồi từ 10 đến 90.

10.14.4 Nhóm 1, 2, 3 và 4 – Trong trường hợp không có các yêu cầu đặc biệt về số liệu, ghi lại điểm sôi đầu và điểm sôi cuối hoặc điểm khô, hoặc cả hai và các số đọc nhiệt độ tại 5, 15, 85 và 95 % thu hồi; và tương ứng tại từng bội số của 10 % thể tích thu hồi từ 10 đến 90.

10.14.4.1 Nhóm 4 – Khi sử dụng nhiệt kế có dải đo cao trong thử nghiệm nhiên liệu tuốc bin hàng không và các sản phẩm tương tự, vị trí số đọc nhiệt kế tại một số điểm sôi bị thiết bị định tâm che khuất. Nếu cần các số đọc này thì phải thực hiện chung cất lần hai theo nhóm 3. Trong các trường hợp này có thể báo cáo số đọc của nhiệt kế dải đo thấp thay cho các số đọc bị khuất của nhiệt kế có dải đo cao, trong báo cáo thí nghiệm cũng ghi rõ như vậy. Nếu có sự thoả thuận là bỏ các số đọc bị khuất thì cũng phải ghi rõ trong báo cáo.

10.14.5 Nếu yêu cầu báo cáo số đọc nhiệt độ tại phần trăm đã bay hơi hoặc thu hồi của mẫu mà có sự thay đổi nhanh về độ dốc của đường chưng cất trong phạm vi số đọc trên thì ghi lại số đọc nhiệt độ tại từng 1 % cất được. Độ dốc được coi là thay đổi nhanh nếu sự thay đổi độ dốc (C) của các mốc số liệu như qui định ở điều 10.14.2 trong vùng đó lớn hơn 0,6 (sự thay đổi độ dốc (F) lớn hơn 1,0) như đã tính theo phương trình 1 (phương trình 2).

$$\text{Sự thay đổi độ dốc (C)} = [(C_2 - C_1)/(V_2 - V_1)] - [(C_3 - C_2)/(V_3 - V_2)] \quad (1)$$

$$\text{Sự thay đổi độ dốc (F)} = [(F_2 - F_1)/(V_2 - V_1)] - [(F_3 - F_2)/(V_3 - V_2)] \quad (2)$$

trong đó:

C_1 là nhiệt độ tại % thể tích đã ghi của một số đọc trước % thể tích theo yêu cầu, °C;

C_2 là nhiệt độ tại % thể tích đã ghi theo yêu cầu, °C;

C_3 là nhiệt độ tại % thể tích đã ghi sau % thể tích theo yêu cầu, °C;

F_1 là nhiệt độ tại % thể tích đã ghi của một số đọc trước % thể tích theo yêu cầu, °F;

F_2 là nhiệt độ tại % thể tích đã ghi theo yêu cầu, °F;

F_3 là nhiệt độ tại % thể tích đã ghi sau % thể tích theo yêu cầu, °F;

V_1 là phần trăm thể tích đã ghi của một số đọc trước % thể tích theo yêu cầu;

V_2 là phần trăm thể tích đã ghi tại % thể tích theo yêu cầu, và

V_3 là phần trăm thể tích sau % thể tích theo yêu cầu, °C.

10.15 Khi lượng cặn lỏng trong bình cất còn khoảng 5 ml, điều chỉnh nhiệt lần cuối. Thời gian từ lúc còn 5 ml cặn lỏng trong bình đến điểm sôi cuối nằm trong khoảng giới hạn đã nêu trong Bảng 5. Nếu không thoả mãn điều kiện này thì phải tiến hành lại phép thử với sự điều chỉnh nhiệt cuối cho phù hợp

CHÚ THÍCH 17 Do khó xác định được khi nào trong bình cất còn lại có 5 ml chất lỏng sôi, xác định thời gian này bằng cách quan sát lượng chất lỏng thu hồi trong ống hứng. Tại thời điểm này, lượng giữ đọng phải xấp xỉ là 1,5 ml. Nếu không có hao hụt toàn phần thì lượng 5 ml trong bình cất có thể coi là tương ứng với 93,5 ml trong ống hứng. Phải khớp lượng này với lượng hao hụt dự đoán trong cả quá trình.

10.15.1 Nếu lượng hao hụt cả quá trình lớn hơn 2 ml so với giá trị ước lượng thì phải tiến hành lại phép thử.

10.16 Quan sát và ghi lại điểm sôi cuối hoặc điểm khô hoặc cả hai theo yêu cầu và ngừng gia nhiệt.

10.17 Sau khi ngừng cấp nhiệt, lấy nốt những giọt cất vào ống hứng.

10.17.1 *Phương pháp thủ công* – Khi ống ngưng tiếp tục nhỏ giọt vào ống hứng, quan sát và cứ hai phút một lần ghi lại thể tích ngưng tụ chính xác đến 0,5 ml, cho đến khi kết quả quan sát hai lần kế tiếp trùng nhau. Đo chính xác thể tích trong ống hứng và ghi lại chính xác đến 0,5 ml.

10.17.2 *Phương pháp tự động* – Thiết bị liên tục kiểm soát việc ghi thể tích cho đến khi thể tích thay đổi không quá 0,1 ml trong vòng 2 phút. Ghi lại thể tích trong ống hứng chính xác đến 0,1 ml.

10.18 Ghi lại thể tích trong ống hứng, đó là phần trăm thu hồi. Nếu việc chưng cất bị gián đoạn sớm do có điểm phân huỷ thì lấy 100 trừ phần trăm cất được, báo cáo hiệu số này là tổng của phần trăm cặn và hao hụt, và bỏ qua bước thực hiện đã nêu ở 10.19.

10.19 Sau khi bình đã nguội và quan sát thấy không còn hơi thì lấy bình ra khỏi ống ngưng, dốc bình vào ống đong 5 ml có vạch mức cho đến khi thể tích chất lỏng trong ống không thể tăng nữa. Đo thể tích trong ống chính xác đến 0,1 ml, đó là phần trăm cặn.

10.19.1 Nếu ống 5 ml không có vạch chia dưới 1 ml và thể tích chất lỏng nhỏ hơn 1 ml thì rót trước vào ống 1 ml dầu nặng để đánh giá chính xác hơn thể tích thu hồi.

10.19.1.1 Nếu phần cặn lớn hơn dự kiến và việc chưng cất không kết thúc trước điểm sôi cuối thì phải kiểm tra xem việc cấp nhiệt ở giai đoạn cuối của quá trình chưng cất có đảm bảo không và các điều kiện thử có đáp ứng qui định ở Bảng 5 không. (**Cảnh báo** – Khi chuyển dịch bình cất đang nóng phải tuân thủ đủ các qui định để tránh cháy nổ). nếu không thì phải làm lại.

CHÚ THÍCH 18 Trong TCVN 2698 (ASTM D 86) các cặn của xăng, dầu hoả và điêzen chưng cất là 0,9-1,3 % thể tích; 0,9-1,3 % thể tích và 1,0-1,4 % thể tích.

CHÚ THÍCH 19 Phương pháp này không áp dụng cho các nhiên liệu chưng cất chứa quá nhiều cặn (xem 1.2).

10.19.2 *Nhóm 0* – Làm lạnh ống 5 ml (có vạch mức) đến dưới 5 °C. Ghi lại thể tích trong ống chính xác đến 0,1 ml, đó là phần trăm cặn.

10.19.3 *Nhóm 1, 2, 3 và 4* – Ghi lại thể tích trong ống 5 ml chính xác đến 0,1 ml, đó là phần trăm cặn.

10.20 Nếu mục đích của việc chưng cất là để xác định phần trăm bay hơi hoặc phần trăm thu hồi tại số đọc nhiệt độ đã hiệu chỉnh được xác định trước thì có thể thay đổi qui trình để phù hợp với hướng dẫn đã nêu ở Phụ lục A.4.

10.21 Kiểm tra xem có sáp hoặc cặn cứng đóng ở ống ngưng và phần nhánh của bình cất. Nếu có, phải làm lại phép thử sau khi đã điều chỉnh theo qui định ở Chú thích A của Bảng 5.

11 Tính toán kết quả

11.1 Tổng phần trăm thu hồi là tổng của phần trăm thu hồi (xem điều 10.18) và phần trăm cặn (xem 10.19). Hiệu số của 100 và tổng phần trăm thu hồi là phần trăm hao hụt.

11.2 Không hiệu chỉnh áp suất khí quyển đo cho phần khum, và không hiệu chỉnh áp suất mà có thể là ở mực nước biển.

CHÚ THÍCH 20 Không dùng số đọc áp suất để hiệu chỉnh về nhiệt độ và trọng lực tiêu chuẩn. Thậm chí không cần thực hiện hiệu chỉnh do các số đọc nhiệt độ đã hiệu chỉnh của cùng một mẫu giữa các phòng thí nghiệm ở hai nơi khác nhau trên thế giới, nói chung tại 100 °C chỉ chênh nhau nhỏ hơn 0,1 °C. Hầu như tất cả các số liệu trước đây nhận được, đều đã được báo cáo tại áp suất khí quyển, không hiệu chỉnh về nhiệt độ và trọng lực tiêu chuẩn.

11.3 Hiệu chỉnh các số đọc nhiệt độ về 101,3 kPa (760 mmHg). Việc hiệu chỉnh sẽ áp dụng cho từng số đọc nhiệt kế theo phương trình của Sydney Young như đã nêu trong phương trình 3, 4, 5 hoặc sử dụng Bảng 6.

Đối với nhiệt độ Celsius:

$$C_c = 0,0009 (101,3 - P_k)(273 + t_c) \quad (3)$$

$$C_c = 0,00012 (760 - P)(273 + t_c) \quad (4)$$

Đối với nhiệt độ Fahrenheit:

$$C_f = 0,00012 (760 - P)(460 + t_f) \quad (5)$$

trong đó:

t_c là số đọc nhiệt độ quan sát được, °C;

t_f là số đọc nhiệt độ quan sát được, °F;

C_c và C_f là các giá trị hiệu chỉnh sẽ được cộng số học vào các số đọc quan sát được,

P_k là áp suất khí quyển tại thời điểm và nơi thử, kPa, và

P là áp suất khí quyển tại thời điểm và nơi thử, mmHg.

Sau khi hiệu chỉnh và làm tròn kết quả chính xác đến 0,5 °C (1,0 °F) hoặc 0,1 °C (0,2 °F), tùy thuộc vào thiết bị đã sử dụng, sử dụng các số đọc nhiệt kế đã hiệu chỉnh cho tính toán và báo cáo kết quả tiếp theo.

CHÚ THÍCH 21 Không hiệu chỉnh các số đọc nhiệt độ về áp suất 101,3 kPa (760 mmHg), khi các định nghĩa, tiêu chuẩn kỹ thuật của sản phẩm hoặc các thoả thuận giữa các bên đã chỉ rõ rằng sự qui đổi là không cần thiết hoặc sự qui đổi đó sẽ đưa về áp suất cơ bản khác.

Bảng 6 – Hiệu chỉnh số đọc nhiệt kế

Dải nhiệt độ		Giá trị hiệu chỉnh cho chênh lệch áp suất 1,3 kPa ^{A)} (10 mmHg)	
°C	°F	°C	°F
10 – 30	50 – 86	0,35	0,63
30 – 50	86 – 122	0,38	0,68
50 – 70	122 – 158	0,40	0,72
70 – 90	158 – 194	0,42	0,76
90 – 110	194 – 230	0,45	0,81
110 – 130	230 – 266	0,47	0,85
130 – 150	266 – 302	0,50	0,89
150 – 170	302 – 338	0,52	0,94
170 – 190	338 – 374	0,54	0,98
190 – 210	374 – 410	0,57	1,02
210 – 230	410 – 446	0,59	1,07
230 – 250	446 – 482	0,62	1,11
250 – 270	482 – 518	0,64	1,15
270 – 290	518 – 554	0,66	1,20
290 – 310	554 – 590	0,69	1,24
310 – 330	590 – 626	0,71	1,28
330 – 350	626 – 662	0,74	1,33
350 – 370	662 – 698	0,76	1,37
370 – 390	698 – 734	0,78	1,41
390 – 410	734 – 770	0,81	1,46

A) Phải cộng giá trị này vào khi áp suất khí quyển thấp hơn 101,3 kPa (760 mmHg).

Phải trừ đi giá trị này khi áp suất khí quyển cao hơn 101,3 kPa (760 mmHg).

11.4 Khi các số đọc nhiệt độ được hiệu chỉnh về áp suất 101,3 kPa, thì cũng hiệu chỉnh lượng hao hụt thực về áp suất 101,3 kPa (760 mmHg). Lượng hao hụt đã hiệu chỉnh L_c được tính từ công thức 6 hoặc 7, hoặc có thể đọc từ các bảng số X.3.1 hoặc X.3.2.

$$L_c = 0,5 + (L - 0,5) / \{1 + (101,3 - P_k) / 8,00\} \quad (6)$$

$$L_c = 0,5 + (L - 0,5) / \{1 + (760 - P) / 60,0\} \quad (7)$$

trong đó:

L là hao hụt quan sát được;

L_c là hao hụt đã hiệu chỉnh;

P_k là áp suất, tính bằng kPa, và

P là áp suất, tính bằng mmHg.

CHÚ THÍCH 22 Công thức 6 và 7 được tính từ các số liệu trong Bảng 7 và công thức 5 và 6 trong tiêu chuẩn ASTM D 86 - 95 và các phát hành trước đó. Có thể thấy rằng công thức 6 và 7 là các công thức mang tính kinh nghiệm đầu tiên mà từ đó các công thức và bảng của ASTM D 86 - 95 và các phát hành trước đó đã tính ra.

11.4.1 Phần trăm thu hồi đã hiệu chỉnh tương ứng được tính theo công thức sau:

$$R_c = R + (L - L_c) \quad (8)$$

trong đó:

L là phần trăm hao hụt hoặc hao hụt quan sát được;

L_c là phần trăm hao hụt đã hiệu chỉnh;

R là phần trăm thu hồi, và

R_c là phần trăm thu hồi đã hiệu chỉnh.

11.5 Để nhận được phần trăm bay hơi tại số đọc nhiệt độ qui định thì cộng phần trăm hao hụt vào từng phần trăm cất được tại số đọc nhiệt độ qui định, và báo cáo các kết quả này là phần trăm bay hơi tương ứng, đó là:

$$P_o = P_t + L \quad (9)$$

trong đó:

L là hao hụt quan sát được;

P_o là phần trăm bay hơi, và

P_t là phần trăm thu hồi.

11.6 Để có được các số đọc nhiệt độ tại phần trăm bay hơi qui định, và nếu không có các số liệu nhiệt độ đã hiệu chỉnh trong khoảng 0,1 % thể tích của phần trăm bay hơi thì dùng một trong hai phương pháp sau và ghi lại trong báo cáo việc dùng phương pháp số học hoặc phương pháp đồ thị.

11.6.1 Phương pháp số học – Lấy phần trăm bay hơi trừ đi phần trăm hao hụt để có được phần trăm thu hồi tương ứng. Tính các số đọc nhiệt kế như sau:

$$T = T_L + \frac{(T_H - T_L)(R - R_L)}{R_H - R_L} \quad (10)$$

trong đó

R là phần trăm thu hồi tương ứng với phần trăm bay hơi qui định;

R_H là phần trăm thu hồi tiếp theo, và lớn hơn R;

R_L là phần trăm thu hồi ngay trước đó, và nhỏ hơn R;

T là số đọc nhiệt độ tại phần trăm bay hơi đã qui định;

T_H là số đọc nhiệt độ ghi được tại R_H , và

T_L là số đọc nhiệt độ ghi được tại R_L .

Áp dụng phương pháp số học, các giá trị nhận được sẽ bị ảnh hưởng trong vùng mà đồ thị chưng cất không phải là tuyến tính. Trong bất kỳ giai đoạn nào của phép thử, khoảng cách giữa các điểm liên tiếp không được rộng hơn khoảng cách đã qui định ở 10.18. Không áp dụng phép ngoại suy trong tính toán.

11.6.2 Phương pháp đồ thị – Sử dụng giấy vẽ kỹ thuật ô ly, đánh dấu từng số đọc nhiệt kế đã hiệu chỉnh theo áp suất khí quyển (xem 11.3), tương ứng là phần trăm thu hồi. Đánh dấu điểm sôi đầu tại 0 % cất được. Vẽ đường cong nối liền các điểm này. Lấy phần trăm bay hơi qui định trừ đi phần trăm hao hụt thu được phần trăm cất thu hồi và lấy từ đồ thị số đọc nhiệt độ ứng với phần trăm thu hồi. Các giá trị thu được bằng phép nội suy đồ thị này sẽ bị ảnh hưởng tùy theo mức độ cẩn thận từ khi đánh dấu các điểm.

CHÚ THÍCH 23 Xem Phụ lục B.1 về các ví dụ minh họa phương pháp số học nêu trên.

11.6.3 Phần lớn các thiết bị tự động đều thu nạp và lưu nhớ các số liệu nhiệt độ - thể tích ở các khoảng nhỏ hơn hoặc bằng 0,1 % thể tích. Không áp dụng phương pháp đã nêu ở 11.6.1 hoặc 11.6.2 để báo cáo số đọc nhiệt độ tại phần trăm bay hơi qui định. Lấy nhiệt độ mong muốn trực tiếp từ cơ sở dữ liệu theo nhiệt độ gần kề nhất và trong khoảng 0,1 % thể tích của phần trăm bay hơi qui định.

12 Báo cáo kết quả

12.1 Báo cáo các thông tin dưới đây:

12.2 Báo cáo áp suất khí quyển chính xác đến 0,1 kPa (1 mmHg).

12.3 Báo cáo các số đọc thể tích theo phần trăm.

12.3.1 *Phương pháp thủ công* – Báo cáo các số đọc thể tích chính xác đến 0,5 ml, và các số đọc nhiệt độ chính xác đến 0,5 °C (1,0 °F).

12.3.2 *Phương pháp tự động* – Báo cáo số đọc thể tích chính xác đến 0,1 ml, và các số đọc nhiệt độ chính xác đến 0,1 °C (0,2 °F) hoặc thấp hơn.

12.4 Sau khi đã hiệu chỉnh số đọc nhiệt độ theo áp suất khí quyển thì không cần tính các số liệu tiếp theo trước khi báo cáo: điểm sôi đầu, điểm khô, điểm cuối (điểm sôi cuối), điểm phân huỷ, và tất cả các cặp giá trị tương ứng về phần trăm cất được và các số đọc nhiệt độ.

12.4.1 Nếu các số đọc nhiệt độ không được hiệu chỉnh về áp suất khí quyển thì phải nêu rõ trong báo cáo.

12.5 Khi các số đọc nhiệt độ không được hiệu chỉnh về áp suất 101,3 kPa (760 mmHg), báo cáo phần trăm cất và phần trăm hao hụt đã quan sát được theo 10.19 và 11.1.

12.6 Không dùng hao hụt đã hiệu chỉnh trong tính toán phần trăm bay hơi.

12.7 Nên báo cáo dựa trên mối tương quan giữa các số đọc nhiệt độ và phần trăm bay hơi khi mẫu là xăng, hoặc sản phẩm thuộc nhóm 0 hoặc nhóm 1 hoặc thuộc nhóm mà có phần trăm hao hụt lớn hơn 2,0. Mặt khác báo cáo có thể dựa trên mối tương quan giữa số đọc nhiệt độ và phần trăm bay hơi hoặc phần trăm thu hồi. Các báo cáo phải nêu rõ các nguyên tắc đã áp dụng.

12.7.1 Ở phương pháp thủ công, nếu các kết quả đưa ra là phần trăm bay hơi theo các số đọc nhiệt độ thì báo cáo là đã sử dụng phương pháp số học hoặc đồ thị (xem 11.6).

12.8 Báo cáo nếu sử dụng chất làm khô như đã nêu ở 7.5.2 hoặc 7.5.3.

12.9 Hình B.1.1 là một ví dụ về báo cáo dạng bảng. Báo cáo này chỉ ra phần trăm thu hồi theo số đọc nhiệt độ tương ứng và theo số đọc nhiệt độ đã hiệu chỉnh. Bảng này cũng chỉ ra phần trăm hao hụt, hao hụt đã hiệu chỉnh và phần trăm bay hơi theo số đọc nhiệt độ đã hiệu chỉnh.

13 Độ chụm và độ lệch

13.1 Độ chụm

13.1.1 Độ chụm của phép thử được xác định theo phương pháp kiểm tra thống kê các kết quả liên phòng của 26 phòng thí nghiệm trên 14 mẫu xăng, 4 phòng thí nghiệm trên 8 mẫu dầu hoả theo phương pháp thủ công, và 3 phòng thí nghiệm trên 6 mẫu dầu hoả theo phương pháp tự động, 5 phòng thí nghiệm trên 10 mẫu điêzen theo cả hai phương pháp thủ công và tự động. Bảng A.1.1 liệt kê việc sử dụng bảng và số liệu cho các nhóm nhiên liệu, các phương pháp chưng cất và các thang nhiệt độ khác nhau.

13.1.2 Trong phần này sử dụng các thuật ngữ dưới đây: (1) r = độ lặp lại và (2) R = độ tái lập. Giá trị của r và R sẽ phụ thuộc cách tính theo °C và °F.

13.2 Độ dốc hoặc tốc độ thay đổi nhiệt độ

13.2.1 Để xác định độ chụm của một kết quả, thông thường cần xác định độ dốc hoặc tốc độ thay đổi nhiệt độ tại điểm đó. Sự thay đổi này ký hiệu bằng S_C và S_F tương ứng sự thay đổi nhiệt độ theo °C và °F trên phần trăm thu hồi hoặc bay hơi.

13.2.2 Đối với nhóm 1 trong phương pháp thủ công và tất cả các nhóm trong phương pháp tự động, độ chính xác của điểm sôi đầu và điểm cuối không yêu cầu tính toán độ dốc.

13.2.3 Trừ ngoại lệ đã nêu ở 13.2.2 và 13.2.4, độ dốc tại bất kỳ điểm nào trong quá trình chưng cất cũng tính theo các phương trình dưới đây, sử dụng các giá trị ghi trong Bảng 7.

$$S_C \text{ (hoặc } S_F) = (T_U - T_L) / (V_U - V_L) \quad (11)$$

trong đó:

S_C là độ dốc, tính bằng °C/% thể tích;

S_F là độ dốc, tính bằng °F/% thể tích;

T_U là nhiệt độ phía trên, °C (hoặc °F);

T_L là nhiệt độ phía dưới, °C (hoặc °F);

V_U là thể tích phần trăm thu hồi hoặc bay hơi tương ứng với T_U ;

V_L là thể tích phần trăm thu hồi hoặc bay hơi tương ứng với T_L ; và

V_{EP} là thể tích phần trăm thu hồi hoặc bay hơi tương ứng với điểm cuối.

13.2.4 Trong trường hợp điểm cuối chưng cất xuất hiện trước điểm 95 % thì độ dốc tại điểm cuối được tính như sau:

$$S_C \text{ (hoặc } S_F) = (T_{EP} - T_{HR}) / (V_{EP} - V_{HR}) \quad (12)$$

trong đó:

T_{EP} hoặc T_{HR} là nhiệt độ tính theo °C hoặc °F tại phần trăm thể tích thu hồi;

V_{EP} hoặc V_{HR} là phần trăm thể tích thu hồi.

13.2.4.1 Các ký hiệu trong phương trình 12 là:

EP là điểm cuối

HR là số đọc cao nhất, hoặc là 80 % của 90 %, trước điểm cuối.

13.2.5 Đối với các điểm từ 10 đến 85 % thu hồi mà không có trong Bảng 7, độ dốc được tính như sau:

$$S_C \text{ (hoặc } S_F) = 0,05 (T_{(V+10)} - T_{(V-10)}) \quad (13)$$

Bảng 7 – Số liệu để xác định độ dốc S_C hoặc S_F

Độ dốc tại %	Điểm sôi đầu	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	95	Điểm cuối
T_L tại %	0	0	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	95
T_U tại %	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	90	95	V_{EP}
$V_U - V_L$	5	10	20	20	20	20	20	20	20	20	10	5	$V_{EP} - 95$

13.2.6 Đối với các mẫu thuộc nhóm 1, báo cáo số liệu độ chụm dựa trên các giá trị độ dốc đã tính từ các số liệu của phần trăm bay hơi.

13.2.7 Đối với các mẫu thuộc nhóm 2, 3 và 4 thì số liệu về độ chụm được báo cáo (bảng 8) dựa trên các giá trị độ dốc được tính từ số liệu phần trăm thu hồi.

Bảng 8 – Độ lặp lại và độ tái lập đối với nhóm 1

Điểm bay hơi, %	Phương pháp thủ công				Phương pháp tự động			
	Độ lặp lại ^{A)}		Độ tái lập ^{A)}		Độ lặp lại ^{A)}		Độ tái lập ^{A)}	
	°C	°F	°C	°F	°C	°F	°C	°F
Điểm sôi đầu	3,3	6	5,6	10	3,9	7	7,2	13
5	1,9+0,86S _C	3,4+0,86S _F	3,1+1,74S _C	5,6+1,74S _F	2,1+0,67S _C	3,8+0,67S _F	4,4+2,0S _C	7,9+2,0S _F
10	1,2+0,86S _C	2,2+0,86S _F	2,0+1,74S _C	3,6+1,74S _F	1,7+0,67S _C	3,0+0,67S _F	3,3+2,0S _C	6,0+2,0S _F
20	1,2+0,86S _C	2,2+0,86S _F	2,0+1,74S _C	3,6+1,74S _F	1,1+0,67S _C	2,0+0,67S _F	3,3+2,0S _C	6,0+2,0S _F
30 – 70	1,2+0,86S _C	2,2+0,86S _F	2,0+1,74S _C	3,6+1,74S _F	1,1+0,67S _C	2,0+0,67S _F	2,6+2,0S _C	4,7+2,0S _F
80	1,2+0,86S _C	2,2+0,86S _F	2,0+1,74S _C	3,6+1,74S _F	1,1+0,67S _C	2,0+0,67S _F	1,7+2,0S _C	3,0+2,0S _F
90	1,2+0,86S _C	2,2+0,86S _F	0,8+1,74S _C	1,4+1,74S _F	1,1+0,67S _C	2,0+0,67S _F	0,7+2,0S _C	1,2+2,0S _F
95	1,2+0,86S _C	2,2+0,86S _F	1,1+1,74S _C	1,9+1,74S _F	2,5+0,67S _C	4,5+0,67S _F	2,6+2,0S _C	4,7+2,0S _F
Điểm sôi cuối	3,9	7	7,2	13	4,4	8	8,9	16

^{A)} S_C hoặc S_F là độ dốc trung bình (hoặc tốc độ thay đổi) được tính theo điều 13.2.

13.2.7 Đối với các mẫu thuộc nhóm 2, 3 và 4, số liệu về độ chính xác được báo cáo (Bảng 8) dựa trên các giá trị độ dốc được tính từ số liệu phần trăm thu hồi.

13.2.8 Khi báo cáo kết quả theo phần trăm cất được thì các giá trị độ dốc để tính độ chính xác được xác định từ số liệu phần trăm cất được; khi báo cáo các kết quả theo phần trăm thể tích bay hơi thì các giá trị độ dốc được xác định từ số liệu phần trăm bay hơi.

13.3 Phương pháp thủ công

13.3.1 Độ lặp lại

13.3.1.1 NHÓM 0 – Một trong hai mươi trường hợp, các kết quả song song đối với điểm cuối sẽ không được chênh lệch quá 3,5 °C (6 °F). Các chênh lệch của các số đọc nhiệt độ khi thử nghiệm song song tương ứng với mỗi phần trăm qui định không vượt quá 2 ml chất ngưng tại từng điểm đang kiểm tra. Việc tính chênh lệch lớn nhất này được qui định trong Phụ lục A.5

13.3.1.2 NHÓM 1 – Sự chênh lệch giữa các kết quả thu được liên tiếp 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 các giá trị tính từ Bảng 9.

**Bảng 9 - Độ lặp lại và độ tái lập đối với nhóm 2, 3 và 4
(Phương pháp thủ công)**

	Độ lặp lại ^A		Độ tái lập ^A	
	°C	°F	°C	°F
Điểm sôi đầu	1,0+0,35S _C	1,9+0,35S _F	2,8+0,93S _C	5,0+0,93S _F
5 - 95 %	1,0+0,41S _C	1,8+0,41S _F	1,8+1,33S _C	3,3+1,33S _F
Điểm sôi cuối	0,7+0,36S _C	1,3+0,36S _F	3,1+0,42S _C	5,7+0,42S _F
% thể tích tại số đọc nhiệt độ	0,7+0,92/S _C	0,7+1,66/S _F	1,5+1,78/S _C	1,53+3,20/S _F

^A Tính S_C và S_F theo điều 13.2.

13.3.1.3 NHÓM 2, 3 và 4 – Sự chênh lệch giữa các kết quả thử thu được liên tiếp 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 các giá trị qui định trong Bảng 9.

13.3.2 Độ tái lập

13.3.2.1 NHÓM 0 – Độ tái lập của phương pháp này đối với nhóm 0 chưa được xác định.

13.3.2.2 NHÓM 1 – 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 các giá trị tính từ Bảng 9.

13.3.2.3 NHÓM 2, 3 và 4 – 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 các giá trị tính từ Bảng 9.

13.4 Phương pháp tự động

13.4.1 Độ lặp lại

13.4.1.1 NHÓM 0 – Một trong hai mươi trường hợp, các kết quả song song đối với điểm cuối sẽ không khác nhau quá 3,5 °C (6 °F). Các chênh lệch của các số đọc nhiệt độ khi thử nghiệm song song tương ứng với mỗi phần trăm qui định không vượt quá 2 ml chất ngưng tại từng điểm đang kiểm tra. Việc tính chênh lệch lớn nhất này được qui định trong Phụ lục A.5.

13.4.1.2 NHÓM 1 – Sự chênh lệch giữa các kết quả thu được liên tiếp 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 các giá trị tính từ Bảng 8.

13.4.1.3 NHÓM 2, 3 và 4 – Sự chênh lệch giữa các kết quả thu được liên tiếp do cùng một thí nghiệm viên trên cùng một dụng cụ, với cùng 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 các giá trị đã tính từ Bảng 10.

13.4.2 Độ tái lập

13.4.2.1 NHÓM 0 – Độ tái lập của phương pháp này đối với nhóm 0 chưa được xác định.

13.4.2.2 NHÓM 1 – 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 các giá trị tính từ Bảng 8.

13.4.2.3 NHÓM 2, 3 và 4 – 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 các giá trị tính từ Bảng 10.

**Bảng 10 – Độ lặp lại và độ tái lập đối với nhóm 2, 3 và 4
(Phương pháp tự động)**

Phần trăm thu được	Độ lặp lại ^A		Độ tái lập ^A	
	°C	°F	°C	°F
Điểm sôi đầu	3,5	6,3	8,5	15,3
2 %	3,5	6,3	2,6+1,92S _C	4,7+1,92S _F
5 %	1,1+1,08S _C	2,0+1,08S _F	2,0+2,53S _C	3,6+2,53S _F
10 %	1,2+1,42S _C	2,2+1,42S _F	3,0+2,64S _C	5,4+2,64S _F
20 – 70 %	1,2+1,42S _C	2,2+1,42S _F	2,9+3,97S _C	5,2+3,97S _F
80 %	1,2+1,42S _C	2,2+1,42S _F	3,0+2,64S _C	5,4+2,64S _F
90 – 95 %	1,1+1,08S _C	2,0+1,08S _F	2,0+2,53S _C	3,6+2,53S _F
Điểm sôi cuối	3,5	6,3	10,5	18,9

^{A)} S_C hoặc S_F là độ dốc trung bình (hoặc tốc độ thay đổi) được tính theo 13.5.

13.5 *Độ lệch*

13.5.1 *Độ lệch* – Do sử dụng loại nhiệt kế nhúng ngập toàn phần hoặc hệ thống dò nhiệt, nên các nhiệt độ chứng cất trong phương pháp này đôi khi thấp hơn nhiệt độ thực. Giá trị độ lệch phụ thuộc vào loại sản phẩm được chứng cất và loại nhiệt kế sử dụng. Độ lệch phụ thuộc vào sản phẩm được chứng cất và nhiệt kế sử dụng.

13.5.2 *Độ lệch tương đối* – Tồn tại độ lệch tương đối giữa các kết quả thực nghiệm về các đặc tính chứng cất theo phương pháp này và đường cong chứng cất theo điểm sôi thực thu được theo ASTM D 2892. Giá trị độ lệch và sự tương quan với độ chụm chưa được nghiên cứu kỹ.

13.5.3 *Độ lệch tương đối* – Kết quả của một thí nghiệm so sánh liên phòng thực hiện năm 2003 sử dụng cả phương pháp thủ công và phương pháp tự động, đã cho kết luận rằng không có bằng chứng thống kê để đề nghị là có độ lệch giữa các kết quả của hai phương pháp đó.

Phụ lục A

(qui định)

A.1 Hỗ trợ xác định độ lặp lại và độ tái lập

A.1.1 Bảng A.1.1 hỗ trợ việc xác định dùng bảng hoặc điều cần áp dụng cho độ lặp lại và độ tái lập.

Bảng A.1.1 – Tổng hợp các phương pháp xác định độ lặp lại và độ tái lập

Nhóm	Phương pháp	Thang nhiệt độ	Bảng hoặc điều cần áp dụng	
			Độ lặp lại	Độ tái lập
0	Thủ công	°C hoặc °F	13.3.1.1	13.3.2.1
	Tự động	°C hoặc °F	13.4.1.1	13.4.2.1
1	Thủ công	°C	Bảng 8	Bảng 8
		°F	Bảng 8	Bảng 8
1	Tự động	°C	Bảng 8	Bảng 8
		°F	Bảng 8	Bảng 8
2,3,4	Thủ công	°C	Bảng 9	Bảng 9
		°F	Bảng 9	Bảng 9
2,3,4	Tự động	°C	Bảng 10	Bảng 10
		°F	Bảng 10	Bảng 10

A.2 Mô tả chi tiết về thiết bị

A.2.1 Bình chung cất – Bình thủy tinh chịu nhiệt, kích thước và dung sai được thể hiện trên Hình A.2.1 và phù hợp với tiêu chuẩn yêu cầu kỹ thuật ASTM E 1405. Bình A (100 ml) cũng có thể được chế tạo với đầu nối thủy tinh nhám, khi đó đường kính cổ bình này cũng bằng cổ bình 125 ml.

CHỦ THÍCH A.2.1 Đối với các phép thử điểm khô, đặc biệt nên chọn các bình có chiều dày đáy và thành bằng nhau.

A.2.2 Ống ngưng và bể ngưng – Bể và ống ngưng điển hình được thể hiện trên Hình 1 và Hình 2.

A.2.2.1 Ống ngưng được làm bằng kim loại không gỉ, không ăn mòn, dài $560 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$, có đường kính ngoài bằng 14 mm và chiều dày thành từ 0,8 mm đến 0,9 mm.

CHỦ THÍCH A.2.2 Vật liệu phù hợp nhất là đồng thau hoặc thép không gỉ.

A.2.2.2 Ống ngưng được lắp đặt sao cho $393 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ chiều dài ống tiếp xúc với chất làm lạnh, $50 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ đầu trên và $114 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ đầu dưới nằm ngoài bể làm lạnh. Đầu ống trên, một phần được đặt chéch lên tạo với phương thẳng đứng một góc $75^\circ \pm 3^\circ$. Ống trong bể ngưng

được đặt thẳng hoặc cong đều. So với phương nằm ngang độ dốc trung bình $15^{\circ} \pm 1^{\circ}$, không có đoạn 10 cm nào có độ dốc nằm ngoài phạm vi $15^{\circ} \pm 3^{\circ}$. Đầu dưới của ống ngưng cong xuống có độ dài bằng 76 mm và đầu dưới ống được cắt vát. Tạo mọi điều kiện để dòng chưng cất chảy xuống phía ống hứng. Có thể dùng ống dẫn hướng, nối từ đầu ra của ống ngưng. Hoặc có thể làm cong dần đều ống ngưng để tiếp xúc với thành của ống hứng tại điểm cách miệng ống hứng 25 mm đến 32 mm. Hình A.2.3 là một dạng đầu dưới của ống ngưng có thể chấp nhận được.

A.2.2.3 Thể tích và cấu trúc của bể ngưng tụ phụ thuộc vào môi trường làm lạnh được sử dụng. Khả năng làm lạnh của bể đủ để tạo nhiệt độ như mong muốn cho ống ngưng. Một bể ngưng tụ có thể dùng cho nhiều ống ngưng.

A.2.3 Vỏ bọc kim loại hoặc nắp bịt bình cất (chỉ dùng cho thiết bị thủ công)

A.2.3.1 Vỏ hộp đèn khí (xem Hình 1) – Mục đích của vỏ hộp là để bảo vệ cho người vận hành thiết bị và để dễ tiếp cận với đèn này và bình cất trong quá trình thao tác. Vỏ hộp điển hình có thể cao 480 mm, dài 280 mm và rộng 200 mm, làm từ tấm kim loại có chiều dày 0,8 mm (22 gage). Hộp này có ít nhất một cửa để quan sát điểm khô ở cuối của quá trình chưng cất.

A.2.3.2 Vỏ hộp bếp điện (xem Hình 2) – Vỏ hộp điển hình có thể cao 440 mm, dài 200 mm, và rộng 200 mm, được làm từ tấm kim loại có độ dày khoảng 0,8 mm và có cửa quan sát phía trước. Hộp này có ít nhất một cửa để quan sát điểm khô ở cuối của quá trình chưng cất.

A.2.4 Nguồn nhiệt

A.2.4.1 Đèn khí (xem Hình 1), có khả năng đảm bảo thời gian qui định từ khi bắt đầu chưng cất (mẫu còn lạnh) cho đến khi thu được giọt chất lỏng đầu tiên và tiếp tục việc chưng cất với một tốc độ xác định. Đèn này có một van vận tay nhạy và một bộ điều khiển áp suất khí ga để kiểm soát việc cấp nhiệt.

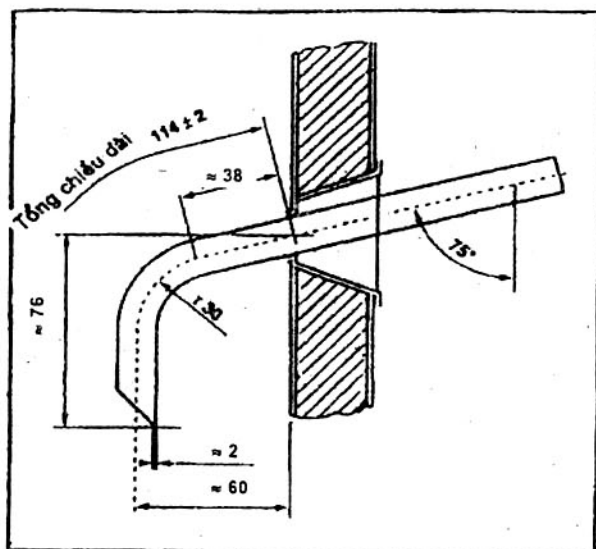
A.2.4.2 Bếp điện (xem Hình 2), có nhiệt năng thấp.

CHÚ THÍCH A.2.3 Loại bếp điện có công suất từ 0 W đến 1000 W là phù hợp cho mục đích này.

A.2.5 Giá đỡ bình cất

A.2.5.1 Kiểu 1 – Sử dụng giá đỡ kiểu 1 cho đèn khí (xem Hình 1). Giá này gồm một vòng đỡ loại bình thường dùng cho phòng thí nghiệm, có đường kính 100 mm hoặc lớn hơn, được lắp trên giá đỡ bên trong hộp, hoặc một mặt phẳng điều chỉnh được từ bên ngoài hộp. Trên vòng đỡ hoặc mặt phẳng này có một tấm cứng bằng gốm hoặc vật liệu chịu nhiệt, chiều dày từ 3 mm đến 6 mm, ở giữa có lỗ thủng đường kính từ 76 mm đến 100 mm, kích thước các vật bên trong phải nhỏ hơn hộp ngoài.

A.2.5.2 Kiểu 2 – Sử dụng giá đỡ kiểu 2 cho bếp điện (xem Hình 2). Giá đỡ này bao gồm một hệ thống bếp điện và tấm đỡ được điều chỉnh (xem A.2.6) từ bên ngoài tấm chắn.



Hình A.2.3 – Đầu dưới của ống ngưng

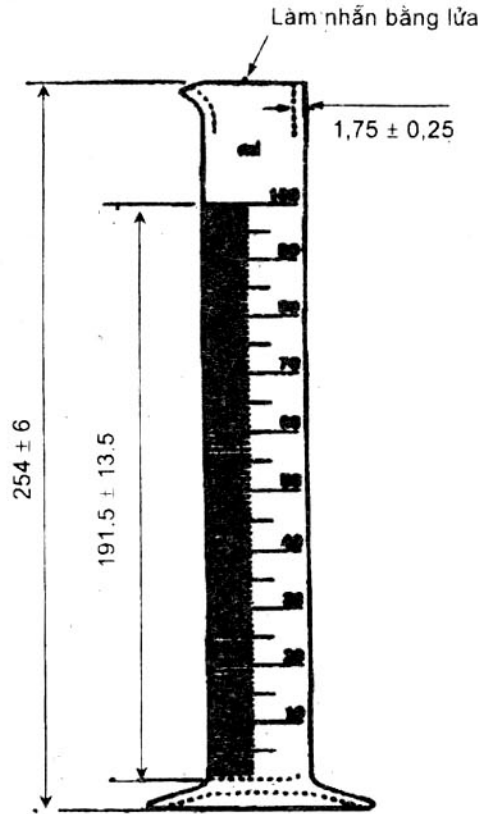
A.2.6 Tấm đỡ bình cất – Tấm này cũng làm bằng gỗ hoặc vật liệu chịu nhiệt, chiều dày từ 3 mm đến 6 mm, được đặt trên tấm cứng như đã nêu ở A.2.5.1 và A.2.5.2 và có kích thước nhỏ hơn tấm đỡ này một chút. Dựa trên kích thước lỗ giữa, tấm đỡ bình cất được phân thành 3 loại A, B và C, thể hiện trong Bảng 1. Tấm đỡ bình cất có kích thước thích hợp để đảm bảo rằng nhiệt cấp cho bình cất chỉ đi từ lỗ hồng trung tâm, còn các nguồn nhiệt khác là không đáng kể. (**Cảnh báo** – Không dùng vật liệu amiăng cho các tấm nêu ở A.2.5 và A.2.6).

A.2.7 Tấm đỡ bình cất có thể di chuyển nhẹ nhàng theo các hướng ngang đến vị trí của bình cất, sao cho nhiệt truyền trực tiếp đến bình qua lỗ thủng trên tấm này. Thông thường vị trí của bình được đặt bằng cách điều chỉnh độ dài của nhánh bình xuyên vào trong ống ngưng.

A.2.8 Thiết bị đỡ bình cất được di chuyển theo chiều thẳng đứng sao cho tấm đỡ bình cất tiếp xúc sát với đáy của bình cất trong quá trình chưng cất. Thiết bị này có thể hạ xuống để tiện lắp và tháo bình cất ra khỏi thiết bị thử.

A.2.9 Ống hứng – Ống có khả năng đo và chứa được 100 ml. Kích thước hình học của ống phải đảm bảo để ống không bị đổ khi ống không đựng gì và được đặt trên mặt phẳng nghiêng một góc 13°.

A.2.9.1 Phương pháp thủ công – Ống hứng có vạch chia 1 ml và vạch mức 100 ml. Kích thước chi tiết và dung sai của ống được thể hiện trên Hình A.2.4.



CHÚ THÍCH 1 Từ 1 đến 100 ml có các vạch chia 1 ml, sai số $\pm 1,0$ ml.

Hình A.2.4 – Ống định mức 100 ml

A.2.9.2 Phương pháp tự động – Ống hứng phải phù hợp với yêu cầu nêu trên hình A.2.4, ngoại trừ không có các vạch chia dưới vạch mức 100 ml, điều này không ảnh hưởng đến việc thao tác các mức thấp hơn. Các ống hứng dùng trong các thiết bị tự động có đế bằng kim loại.

A.2.9.3 Trong quá trình chưng cất, nếu có yêu cầu, ống hứng phải đặt ngập đến trên vạch 100 ml trong bể làm lạnh (có chứa chất lỏng làm lạnh), bể như là một cốc thử cao thành, bằng nhựa hoặc thủy tinh trong suốt. Ống hứng còn có thể đặt trong khoang khí ổn nhiệt.

A.2.10 Ống đong cân – Ống chia vạch có dung tích 5 ml hoặc 10 ml, có vạch chia 0,1 ml bắt đầu từ 0,1 ml. Miệng trên của ống có thể loe ra, các tính chất khác phải phù hợp với tiêu chuẩn ASTM E 1272.

A.3 Xác định sự chênh lệch về thời gian trễ giữa hệ thống điện tử đo nhiệt và nhiệt kế thuỷ ngân

A.3.1 Bao giờ hệ thống đo nhiệt độ bằng điện tử cũng cho kết quả nhanh hơn so với nhiệt kế thuỷ ngân. Thông thường thiết bị đo nhiệt độ gồm một đầu dò và vỏ bọc hoặc hệ thống điện tử và phần mềm kèm theo, hoặc cả hai, thiết bị này được thiết kế sao cho hệ thống đo nhiệt sẽ mô phỏng độ trễ nhiệt độ của nhiệt kế thuỷ ngân.

A.3.2 Để xác định được sự chênh lệch về thời gian trễ giữa hệ thống điện tử và nhiệt kế thuỷ ngân, tiến hành phân tích các mẫu: xăng, dầu hoả, nhiên liệu phản lực hoặc điêzen nhẹ bằng hệ thống điện tử đo nhiệt độ theo qui trình đã nêu trong tiêu chuẩn này. Trong hầu hết các trường hợp đây là bước chung cấ chuẩn được thực hiện bằng thiết bị tự động.

A.3.2.1 Đối với phép thử này không dùng đơn chất tinh khiết, sản phẩm có dải sôi rất hẹp, hoặc hỗn hợp tổng hợp có ít hơn 6 hợp chất.

A.3.2.2 Mẫu cho kết quả tốt nhất là mẫu điển hình lấy từ lô mẫu của phòng thí nghiệm. Cách khác là sử dụng hỗn hợp có dải sôi từ 5 % đến 95 % tại ít nhất 100 °C.

A.3.3 Thay cho thiết bị điện tử đo nhiệt độ bằng nhiệt kế thuỷ ngân có dải đo cao hoặc thấp tùy theo dải sôi của mẫu.

A.3.4 Lập lại chung cấ với nhiệt kế này và ghi lại nhiệt độ tại các phần trăm thu hồi khác nhau theo qui định ở 10.14.

A.3.5 Tính các giá trị của độ lặp lại cho độ dốc quan sát được ($\Delta T/\Delta V$) đối với các số đọc khác nhau của phép thử.

A.3.6 So sánh các số liệu thử đã thu được khi dùng hai loại thiết bị đo nhiệt độ. Tại một điểm bất kỳ độ chênh lệch phải bằng hoặc nhỏ hơn độ lặp lại của phương pháp tại điểm đó. Nếu độ chênh lệch này lớn hơn thì thay thiết bị điện tử đo nhiệt độ hoặc điều chỉnh chi tiết điện tử trong thiết bị này hoặc cả hai.

A.4 Qui trình xác định phần trăm bay hơi hoặc phần trăm thu hồi tại số đọc nhiệt độ qui định

A.4.1 Nhiều tiêu chuẩn kỹ thuật yêu cầu các phần trăm bay hơi hoặc phần trăm cấ được cụ thể tại các số đọc nhiệt độ qui định, hoặc nhiệt độ lớn nhất, nhỏ nhất hoặc tại các dải nhiệt độ. Các

qui trình để xác định các giá trị này thông thường ghi là EXXX hoặc RXXX, trong đó XXX là nhiệt độ mong muốn.

CHÚ THÍCH A.4.1 Các tiêu chuẩn qui định về chứng nhân xăng reformulated đòi hỏi xác định E200 và E300, định nghĩa như là phần trăm bay hơi của nhiên liệu tại 93,3 °C(200 °F) và 148,9 °C (300 °F), tương ứng E158, phần trăm bay hơi tại nhiệt độ 70 °C (158 °F), điều này cũng được sử dụng khi mô tả đặc tính bay hơi của nhiên liệu. Tương ứng, các nhiệt độ điển hình cho đầu hoá là R200 và gasolin là R250 và R350, trong đó R200, R250 và R350 là phần trăm nhiên liệu cất được tại 200 °C, 250 °C và 350 °C.

A.4.2 Xác định áp suất khí quyển và tính giá trị hiệu chuẩn về số đọc nhiệt độ mong muốn theo công thức 3, 4 hoặc 5 cho $t = \text{XXX } ^\circ\text{C}$ (hoặc $t_f = \text{XXX } ^\circ\text{F}$).

A.4.2.1 *Phương pháp thủ công* – Xác định giá trị hiệu chuẩn về 0,5 °C (1 °F).

A.4.2.2 *Phương pháp tự động* – Xác định giá trị hiệu chuẩn về 0,1 °C (0,2 °F).

A.4.3 Xác định số đọc nhiệt độ dự kiến để có XXX °C (hoặc XXX °F) sau khi hiệu chỉnh áp suất. Để có giá trị dự kiến, nếu áp suất khí quyển trên 101,3 kPa thì cộng giá trị tuyệt đối của giá trị hiệu chuẩn đã tính với nhiệt độ mong muốn. Nếu áp suất khí quyển dưới 101,3 kPa lấy nhiệt độ mong muốn trừ đi giá trị tuyệt đối của giá trị hiệu chuẩn.

A.4.4 Thực hiện việc chưng cất theo qui định ở điều 10, có chú ý đến A.4.5 và A.4.6.

A.4.5 *Chưng cất thủ công*

A.4.5.1 Trong khoảng giữa dưới và trên 10 °C so với số đọc nhiệt độ dự kiến mong muốn đã xác định ở A.4.3, ghi lại số đọc nhiệt độ trong các khoảng 1 % thể tích.

A.4.5.2 Nếu dự kiến của việc chưng cất chỉ là xác định giá trị EXXX hoặc RXXX, dừng việc chưng cất sau khi thu hồi thêm được ít nhất 2 ml nữa. Nếu không, tiếp tục chưng cất như qui định ở điều 10, và xác định lượng hao hụt như nêu ở 11.1.

A.4.5.2.1 Nếu dự kiến của việc chưng cất là để xác định giá trị EXXX và việc chưng cất đã kết thúc sau khi thu hồi được khoảng 2 ml sau nhiệt độ mong muốn, thì cho sản phẩm chưng cất chảy vào ống hứng. Để bình cất nguội đến dưới 40 °C và sau đó đổ những gì còn trong bình vào ống hứng. Cứ khoảng 2 phút lại ghi thể tích trong ống hứng chính xác đến 0,5 ml cho đến khi kết quả của hai lần quan sát liên tiếp bằng nhau.

A.4.5.2.2 Lượng cất được trong ống hứng là phần trăm thu hồi. Xác định lượng hao hụt bằng cách lấy 100,0 trừ đi phần trăm thu hồi.

A.4.6 *Chưng cất tự động*

A.4.6.1 Trong vùng trên và dưới 10 °C so với số đọc nhiệt độ dự kiến mong muốn đã xác định ở điều A.4.3, thu thập các số liệu thể tích - nhiệt độ tại các khoảng bằng hoặc nhỏ hơn 0,1 % thể tích.

A.4.6.2 Tiếp tục chưng cất như đã nêu ở điều 10 và xác định phần trăm hao hụt như 11.1.

A.4.7 Tính kết quả

A.4.7.1 Phương pháp thủ công – Nếu không có sẵn số đọc phần trăm thể tích thu hồi tại chính xác nhiệt độ đã tính ở A.4.3, xác định phần trăm cất được theo phép nội suy giữa các số đọc liền kề nhau. Được phép hoặc theo phương pháp tuyến tính như nêu ở 11.6.1, hoặc theo qui trình đồ thị như mô tả ở 11.6.2. Phần trăm thu hồi được bằng RXXX.

A.4.7.2 Phương pháp tự động – Báo cáo thể tích quan sát được đến 0,1 phần trăm thể tích tương ứng với nhiệt độ gần nhất với số đọc nhiệt độ dự kiến. Đây là phần trăm thu hồi hoặc RXXX.

A.4.7.3 Phương pháp thủ công và tự động – Để xác định giá trị EXXX, cộng phần hao hụt đã quan sát được với phần trăm cất được RXXX như đã xác định ở A.4.7.1 hoặc A.4.7.2 và như đã nêu ở phương trình 9.

A.4.7.3.1 Như đã nêu ở 12.6, không dùng lượng hao hụt đã hiệu chỉnh.

A.4.8 Độ chụm

A.4.8.1 Trong trường hợp thử nghiệm liên phòng, việc xác định mang tính thống kê về độ chụm của phần trăm thể tích bay hơi hoặc thu hồi tại nhiệt độ đã nêu đã không được đo trực tiếp từ một so sánh liên phòng thí nghiệm. Có thể chỉ ra rằng độ chụm của % thể tích bay hơi hoặc thu hồi tại một nhiệt độ xác định trước là tương đương với độ tinh chụm của việc đo nhiệt độ tại điểm đó chia cho tốc độ thay đổi nhiệt độ theo phần trăm thể tích bay hơi hoặc cất được. Tại các giá trị của độ dốc cao, việc ước lượng sẽ trở nên kém chính xác.

A.4.8.2 Tính tốc độ thay đổi của số đọc nhiệt độ, S_C hoặc S_F như mô tả ở 13.2 và phương trình 11 và sử dụng các giá trị nhiệt độ cao hơn và thấp hơn so với nhiệt độ đã mong muốn.

A.4.8.3 Tính độ lặp lại hoặc độ tái lập, từ tốc độ thay đổi, S_C hoặc S_F và từ số liệu trong Bảng 8, 9 hoặc 10.

A.4.8.4 Xác định độ lặp lại hoặc độ tái lập, hoặc cả hai, của phần trăm thể tích bay hơi hoặc thu hồi tại nhiệt độ đã nêu theo các công thức dưới đây:

$$r_{\%TT} = r/S_C (S_F) \quad (A.4.1)$$

$$R_{\%TT} = R/S_C (S_F) \quad (A.4.2)$$

trong đó:

$r_{\%TT}$ là độ lặp lại của phần trăm thể tích bay hơi hoặc cất được,

$R_{\%TT}$ là độ tái lập của phần trăm thể tích bay hơi hoặc cất được,

r là độ lặp lại của nhiệt độ tại nhiệt độ đã nêu tại phần trăm cất được.

R là độ tái lập của nhiệt độ tại nhiệt độ đã nêu tại phần trăm cất được, và

S_c (S_f) là tốc độ thay đổi của số đọc nhiệt độ theo °C (°F) trên phần trăm thể tích bay hơi hoặc cất được.

A.4.8.5 Các ví dụ về cách tính độ lặp lại và độ tái lập được nêu trong Phụ lục X.2.

A.5 Độ lặp lại đối với các mẫu nhóm 0

A.5.1 Hiệu của các số đọc nhiệt độ khi tiến hành xác định song song cho từng điểm phần trăm đã nêu không vượt quá 2 ml lượng chưng cất được tại từng điểm theo yêu cầu.

A.5.2 Đối với lần xác định thứ nhất tại thể tích V , hiệu d giữa hai số đọc 2 ml, tính theo nhiệt độ là:

$$d_1 = [T_1 (V - 2) - T_1(V)] \quad \text{hoặc} \quad (\text{A.5.1})$$

$$d_2 = [T_1 (V + 2) - T_1(V)] \quad (\text{A.5.2})$$

A.5.2.1 Đối với lần xác định thứ hai, hai giá trị của d là:

$$d_3 = [T_2 (V - 2) - T_2(V)] \quad \text{hoặc} \quad (\text{A.5.3})$$

$$d_4 = [T_2 (V + 2) - T_2(V)] \quad (\text{A.5.4})$$

trong đó:

$T_x(V)$ là giá trị nhiệt độ của mẫu x tại thể tích V ,

$T_x(V + 2)$ là giá trị nhiệt độ của mẫu x tại thể tích $V + 2$ ml, và

$T_x(V - 2)$ là giá trị nhiệt độ của mẫu x tại thể tích $V - 2$ ml.

A.5.2.2 Để bảo toàn, chọn giá trị nhỏ nhất trong 4 giá trị này, đó là:

$$d_{\min} = \text{giá trị thấp nhất của } d_1, d_2, d_3 \text{ hoặc } d_4 \quad (\text{A.5.5})$$

A.5.2.3 Các số đọc nhiệt độ khi tiến hành song song dường như nằm trong chuẩn cứ về độ lặp lại nếu

$$[T_1 (V) - T_2 (V)] \leq d_{\min} \quad (\text{A.5.6})$$

Phụ lục B

(tham khảo)

B.1 Các ví dụ minh họa về tính toán để báo cáo các số liệu

B.1.1 Các số liệu về chung cất quan sát được được sử dụng để tính cho các mẫu dưới đây được thể hiện trong ba cột đầu của Bảng B.1.1.

B.1.1.1 Các số đọc nhiệt độ đã hiệu chỉnh về áp suất 101,3 kPa (760 mmHg) (xem 11.3) như sau:

$$\text{Hiệu chỉnh (}^{\circ}\text{C)} = 0,0009 (101,3 - 98,6) (273 + t_c) \quad (\text{B.1.1})$$

$$\text{Hiệu chỉnh (}^{\circ}\text{F)} = 0,00012 (760 - 740) (460 + t_f) \quad (\text{B.1.2})$$

B.1.1.2 Hiệu chỉnh lượng hao hụt về áp suất 101,3 kPa (xem 11.4) được tính như dưới đây. Các số liệu cho ví dụ này được lấy từ bảng B.1.1.

$$\text{Lượng hao hụt đã hiệu chỉnh} = (0,5 + (4,7 - 0,5)/(1 + (101,3 - 98,6)/8,0)) = 3,6 \quad (\text{B.1.3})$$

B.1.1.3 Hiệu chỉnh lượng thu hồi về áp suất 101,3 kPa (xem 11.4.1) như sau:

$$\text{Lượng thu hồi đã hiệu chỉnh} = 94,2 + (4,7 - 3,6) = 95,3 \quad (\text{B.1.4})$$

B.1.2 Các số đọc nhiệt độ tại phần trăm bay hơi qui định:

B.1.2.1 Số đọc nhiệt độ tại 10 % bay hơi (4,7 % hao hụt = 5,3 % thu hồi) (xem 11.6.1) như sau:

$$T_{10E} (^{\circ}\text{C}) = 33,7 + [(40,3 - 33,7)(5,3 - 5)/(10 - 5)] = 34,1 ^{\circ}\text{C} \quad (\text{B.1.5})$$

$$T_{10E} (^{\circ}\text{F}) = 92,7 + [(104,5 - 92,7)(5,3 - 5)/(10 - 5)] = 93,1 ^{\circ}\text{F} \quad (\text{B.1.6})$$

B.1.2.2 Số đọc nhiệt độ tại 50 % bay hơi (45,3 % thu hồi) (xem 11.6.1) như sau:

$$T_{50E} (^{\circ}\text{C}) = 93,9 + [(108,9 - 93,9)(45,3 - 40)/(50 - 40)] = 101,9 ^{\circ}\text{C} \quad (\text{B.1.7})$$

$$T_{50E} (^{\circ}\text{F}) = 201 + [(228 - 201)(45,3 - 40)/(50 - 40)] = 215,3 ^{\circ}\text{F} \quad (\text{B.1.8})$$

B.1.2.3 Số đọc nhiệt độ tại 90 % bay hơi (85,3 % thu hồi) (xem 11.6.1) như sau:

$$T_{90E} (^{\circ}\text{C}) = 181,6 + [(201,6 - 181,6)(85,3 - 85)/(90 - 85)] = 182,8 ^{\circ}\text{C} \quad (\text{B.1.9})$$

$$T_{90E} (^{\circ}\text{F}) = 358,9 + [(394,8 - 358,9)(85,3 - 85)/(90 - 85)] = 361,0 ^{\circ}\text{F} \quad (\text{B.1.10})$$

B.1.2.4 Số đọc nhiệt độ tại 90 % bay hơi (85,3 % thu hồi) không hiệu chỉnh về áp suất 101,3 kPa (xem 11.6.1) như sau:

$$T_{90E} (^{\circ}\text{C}) = 180,5 + [(200,4 - 180,5)(85,3 - 85)/(90 - 85)] = 181,7 ^{\circ}\text{C} \quad (\text{B.1.11})$$

$$T_{90E} (^{\circ}\text{F}) = 357 + [(392 - 357)(85,3 - 85)/(90 - 85)] = 359,1 ^{\circ}\text{F} \quad (\text{B.1.12})$$

CHÚ THÍCH B.1.1 Do các sai số trong việc làm tròn số các kết quả tính từ các số liệu tính bằng $^{\circ}\text{C}$ có thể không tương ứng chính xác với các kết quả tính từ các số liệu tính bằng $^{\circ}\text{F}$.

Bảng B.1.1 – Ví dụ của một báo cáo thử nghiệm

Số hiệu mẫu:

Áp suất khí quyển: 98,6 kPa

Ngày phân tích:

Người phân tích:

Số thiết bị:

Đặc điểm:

% cất được	Áp suất khí quyển				% bay hơi	qui trình toán học/đồ thị	
	quan sát được 98,6 kPa 740 mmHg		đã hiệu chỉnh 101,3 kPa 760 mmHg			$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$
Điểm sôi đầu	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$			
5	25,5	78	26,2	79,2	5	26,7	80,8
10	33,0	91	33,7	92,7	10	34,1	93,4
15	39,5	103	40,3	104,5	15	40,7	105,2
20	46,0	115	46,8	116,2	20	47,3	117,1
30	54,5	130	55,3	131,5	30	65,7	150,2
40	74,0	165	74,8	166,7	40	84,9	184,9
50	93,0	199	93,9	201,0	50	101,9	215,3
60	108,0	226	108,9	228,0	60	116,9	242,4
70	123,0	253	124,0	255,1	70	134,1	273,3
80	142,0	288	143,0	289,4	80	156,0	312,8
85	146,5	302	147,6	305,7	85	168,4	335,1
90	166,5	332	167,6	333,6	85	168,4	335,1
	180,5	357	181,6	358,9	90	182,8	361,0
	200,4	393	201,6	394,8	95	202,4	396,3
Điểm sôi cuối	215,0	419	216,2	421,1			
Thu hồi, %	94,2		95,3				
Cặn, %	1,1		1,1				
Hao hụt, %	4,7		3,6				

B.2 Các ví dụ về tính toán độ lặp lại và tái lập của % thể tích (cất được hoặc bay hơi) tại một số đọc nhiệt độ qui định

B.2.1 Một số tiêu chuẩn yêu cầu kỹ thuật yêu cầu báo cáo phần trăm thể tích bay hơi hoặc cất được tại một nhiệt độ qui định. Bảng B.2.1 qui định các số liệu chưng cất của mẫu nhóm 1 khi tiến hành bằng thiết bị tự động.

Bảng B.2.1 – Số liệu chưng cất tự động của mẫu nhóm 1

Điểm cất được, ml	Nhiệt độ, °C	Nhiệt độ, °F	Thể tích (ml) cất được tại 93,3 °C (200 °F)
			18,0
10	84	183	
20	94	202	
30	103	217	
40	112	233	
Điểm bay hơi, ml	Nhiệt độ, °C	Nhiệt độ, °F	Thể tích (ml) bay hơi tại 93,3 °C (200 °F)
			18,4
10	83	182	
20	94	201	
30	103	217	
40	111	232	

B.2.2 Ví dụ tính toán

B.2.2.1 Đối với mẫu thuộc nhóm 1, các tính chất chưng cất được thể hiện trên bảng B.2.1, theo kết quả xác định bằng thiết bị tự động, độ tái lập của thể tích bay hơi, $R_{\%TT}$, tại 93,3 °C (200 °F) được xác định như sau:

B.2.2.1.1 Đầu tiên xác định độ dốc tại nhiệt độ mong muốn:

$$\begin{aligned}
 S_C \% &= 0,1 (T_{(20)} - T_{(10)}) \\
 &= 0,1 (94 - 83) \\
 &= 1,1
 \end{aligned}
 \tag{B.2.1}$$

$$\begin{aligned}
 S_F \% &= 0,1 (T_{(20)} - T_{(10)}) \\
 &= 0,1 (201 - 182) \\
 &= 1,9
 \end{aligned}$$

B.2.2.2 Từ Bảng 9, xác định giá trị R, độ tái lập tại phần trăm cất được. Trong trường hợp này, thể tích cất được là 18%.

$$\begin{aligned} R &= 3,3 + 2,0 (S_c) && \text{(B.2.2)} \\ &= 3,3 + 2,0 \times 1,1 \\ &= 5,5 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} R &= 6,0 + 2,0 (S_f) && \text{(B.2.2)} \\ &= 6,0 + 2,0 \times 1,9 \\ &= 9,8 \end{aligned}$$

B.2.2.3 Từ giá trị R, xác định thể tích như mô tả ở A.4.8.4

$$\begin{aligned} R \text{ phần trăm thể tích} &= R/(S_c) && \text{(B.2.3)} \\ &= 5,5/1,1 \\ &= 5,0 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} R \text{ phần trăm thể tích} &= R/(S_f) && \text{(B.2.3)} \\ &= 9,8/1,9 \\ &= 5,1 \end{aligned}$$

B.3 Bảng số liệu hao hụt đã hiệu chỉnh từ hao hụt đo được và áp suất khí quyển

B.3.1 Có thể sử dụng bảng số B.3.1 để xác định hao hụt đã hiệu chỉnh từ hao hụt đo được và áp suất khí quyển tính theo kPa.

B.3.2 Có thể sử dụng Bảng B.3.2 để xác định hao hụt đã hiệu chỉnh từ hao hụt đo được và áp suất khí quyển tính theo mmHg.

Bảng B.3.1 – Hao hụt đã qui đổi từ hao hụt quan sát được và áp suất khí quyển tính theo kPa

Áp suất khí quyển kPa		76,1	80,9	84,5	87,3	89,6	91,5	93,1	94,1	95,5	96,4	97,2	97,9	98,4	98,9	99,5	100,0	100,4	100,8	101,2	101,5	102,0	102,4	102,8	103,2		
Hao hụt quan sát được		từ 80,8	84,4	87,2	89,5	91,4	93,0	94,0	95,4	96,3	97,1	97,8	98,3	98,8	99,4	99,9	100,3	100,7	101,1	101,4	101,9	102,3	102,7	103,1	103,5		
Số nguyên		/ ----- Hao hụt đã hiệu chỉnh -----																									
0	0,37	0,35	0,33	0,31	0,29	0,27	0,25	0,23	0,20	0,18	0,16	0,14	0,13	0,11	0,09	0,06	0,04	0,02	-0,00	-0,02	-0,06	-0,09	-0,13	-0,17			
1	0,63	0,65	0,67	0,69	0,71	0,73	0,75	0,78	0,80	0,82	0,84	0,86	0,87	0,89	0,92	0,94	0,96	0,98	1,00	1,03	1,06	1,09	1,13	1,17			
2	0,89	0,95	1,01	1,08	1,14	1,20	1,26	1,33	1,40	1,46	1,52	1,57	1,62	1,68	1,75	1,81	1,87	1,94	2,00	2,08	2,17	2,27	2,38	2,51			
3	1,15	1,25	1,36	1,46	1,57	1,67	1,77	1,88	1,99	2,09	2,19	2,28	2,37	2,47	2,58	2,69	2,79	2,90	3,00	3,13	3,29	3,45	3,63	3,84			
4	1,41	1,56	1,70	1,84	1,99	2,14	2,28	2,43	2,59	2,73	2,87	3,00	3,12	3,26	3,41	3,56	3,70	3,85	4,00	4,18	4,40	4,63	4,89	5,18			
5	1,68	1,86	2,04	2,23	2,42	2,61	2,79	2,98	3,19	3,37	3,55	3,71	3,87	4,05	4,25	4,44	4,62	4,81	5,00	5,23	5,51	5,81	6,14	6,52			
6	1,94	2,16	2,39	2,61	2,84	3,08	3,30	3,53	3,78	4,01	4,23	4,42	4,62	4,84	5,08	5,31	5,53	5,77	6,00	6,28	6,63	6,99	7,40	7,86			
7	2,20	2,46	2,73	3,00	3,27	3,55	3,80	4,08	4,38	4,65	4,90	5,14	5,37	5,63	5,91	6,18	6,44	6,73	7,00	7,33	7,74	8,17	8,65	9,20			
8	2,46	2,76	3,07	3,38	3,70	4,02	4,31	4,63	4,98	5,28	5,58	5,85	6,12	6,41	6,74	7,06	7,36	7,69	8,00	8,38	8,86	9,35	9,90	10,53			
9	2,72	3,07	3,41	3,76	4,12	4,49	4,82	5,18	5,57	5,92	6,26	6,56	6,87	7,20	7,57	7,93	8,27	8,65	9,00	9,43	9,97	10,53	11,16	11,87			
10	2,98	3,37	3,76	4,15	4,55	4,96	5,33	5,73	6,17	6,56	6,94	7,28	7,61	7,99	8,37	8,78	9,24	9,68	10,10	10,56	11,00	11,53	12,20	12,89	13,67	14,55	
11	3,24	3,67	4,10	4,53	4,97	5,43	5,84	6,28	6,77	7,20	7,61	7,99	8,37	8,78	9,24	9,68	10,10	10,56	11,00	11,53	12,20	12,89	13,67	14,55	15,89		
12	3,50	3,97	4,44	4,92	5,40	5,90	6,35	6,83	7,36	7,84	8,29	8,71	9,12	9,57	10,07	10,56	11,02	11,52	12,00	12,59	13,31	14,07	14,92	15,89			
13	3,76	4,27	4,78	5,30	5,83	6,36	6,86	7,39	7,96	8,47	8,97	9,42	9,86	10,36	10,90	11,43	11,93	12,48	13,00	13,64	14,43	15,25	16,17	17,22			
14	4,03	4,58	5,13	5,69	6,25	6,83	7,36	7,94	8,56	9,11	9,64	10,13	10,61	11,15	11,74	12,31	12,85	13,44	14,00	14,69	15,54	16,43	17,43	18,56			
15	4,29	4,88	5,47	6,07	6,68	7,30	7,87	8,49	9,15	9,75	10,32	10,85	11,36	11,93	12,57	13,18	13,76	14,40	15,00	15,74	16,66	17,61	18,68	19,90			
16	4,55	5,18	5,81	6,45	7,10	7,77	8,38	9,04	9,75	10,39	11,00	11,56	12,11	12,72	13,40	14,06	14,68	15,36	16,00	16,79	17,77	18,79	19,94	21,24			
17	4,81	5,48	6,16	6,84	7,53	8,24	8,89	9,59	10,35	11,03	11,68	12,27	12,86	13,51	14,23	14,93	15,59	16,31	17,00	17,84	18,88	19,97	21,19	22,58			
18	5,07	5,78	6,50	7,22	7,96	8,71	9,40	10,14	10,94	11,66	12,35	12,99	13,61	14,30	15,07	15,80	16,50	17,27	18,00	18,89	20,00	21,11	22,33	23,70	25,25		
19	5,33	6,08	6,84	7,61	8,38	9,18	9,91	10,69	11,54	12,30	13,03	13,70	14,36	15,09	15,90	16,68	17,42	18,23	19,00	19,94	21,11	22,33	23,70	25,25			
20	5,59	6,39	7,18	7,99	8,81	9,65	10,41	11,24	12,14	12,94	13,71	14,41	15,11	15,88	16,73	17,55	18,33	19,19	20,00	20,99	22,23	23,51	24,95	26,59			
Số thập phân																											
0,0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		
0,1	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,09	0,09	0,10	0,10	0,11	0,11	0,12	0,13	0,13		
0,2	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,27		
0,3	0,08	0,09	0,10	0,12	0,13	0,14	0,15	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,22	0,24	0,26	0,27	0,29	0,30	0,32	0,33	0,35	0,37	0,38	0,40	0,40		
0,4	0,10	0,12	0,14	0,15	0,17	0,19	0,20	0,22	0,24	0,26	0,27	0,29	0,30	0,32	0,33	0,35	0,37	0,38	0,40	0,42	0,45	0,47	0,50	0,54	0,54		
0,5	0,13	0,15	0,17	0,19	0,21	0,23	0,25	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,53	0,56	0,59	0,63	0,67	0,67		
0,6	0,16	0,18	0,21	0,23	0,26	0,28	0,31	0,33	0,36	0,38	0,41	0,43	0,45	0,47	0,50	0,52	0,55	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,74	0,78	0,80		
0,7	0,18	0,21	0,24	0,27	0,30	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,47	0,50	0,52	0,55	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,74	0,77	0,80	0,84	0,89	0,94	1,00	1,07
0,8	0,21	0,24	0,27	0,31	0,34	0,38	0,41	0,44	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,67	0,70	0,73	0,77	0,80	0,84	0,89	0,94	1,00	1,06	1,13	1,20	
0,9	0,24	0,27	0,31	0,35	0,38	0,42	0,46	0,50	0,54	0,57	0,61	0,64	0,67	0,71	0,75	0,79	0,82	0,86	0,90	0,95	1,00	1,06	1,13	1,20			

Bảng B.3.2 – Hao hụt đã hiệu chỉnh từ hao hụt quan sát được và áp suất khí quyển tính theo mmHg

Áp suất khí quyển kPa		571	607	634	655	672	686	698	706	716	723	729	734	738	742	746	750	753	756	759	762	765	768	771	774		
Hao hụt quan sát được		từ 606	637	654	671	685	697	705	715	722	728	733	737	741	745	749	752	755	758	761	764	767	770	773	776		
Số nguyên		/ ----- Hao hụt đã hiệu chỉnh -----																									
0	0,37	0,35	0,33	0,31	0,29	0,27	0,25	0,23	0,20	0,18	0,16	0,14	0,13	0,11	0,09	0,07	0,05	0,02	-0,00	-0,03	-0,06	-0,09	-0,13	-0,17			
1	0,63	0,65	0,67	0,69	0,71	0,73	0,75	0,77	0,80	0,82	0,84	0,86	0,87	0,89	0,91	0,93	0,95	0,98	1,00	1,03	1,06	1,09	1,13	1,17			
2	0,89	0,95	1,01	1,07	1,14	1,20	1,26	1,32	1,39	1,45	1,51	1,57	1,62	1,68	1,74	1,80	1,86	1,93	2,00	2,08	2,17	2,27	2,38	2,50			
3	1,15	1,25	1,36	1,46	1,56	1,67	1,77	1,87	1,99	2,09	2,19	2,28	2,36	2,46	2,57	2,67	2,77	2,88	3,00	3,13	3,28	3,44	3,63	3,83			
4	1,41	1,55	1,70	1,84	1,99	2,14	2,27	2,42	2,58	2,72	2,86	2,99	3,11	3,25	3,40	3,54	3,68	3,83	4,00	4,19	4,39	4,62	4,88	5,17			
5	1,67	1,86	2,04	2,22	2,41	2,61	2,78	2,97	3,18	3,36	3,54	3,70	3,86	4,03	4,23	4,41	4,59	4,79	5,00	5,24	5,50	5,80	6,14	6,50			
6	1,93	2,16	2,38	2,61	2,84	3,07	3,29	3,52	3,77	3,99	4,21	4,41	4,60	4,82	5,05	5,28	5,50	5,74	6,00	6,29	6,61	6,97	7,38	7,84			
7	2,19	2,46	2,72	2,99	3,26	3,54	3,79	4,07	4,36	4,63	4,88	5,12	5,35	5,60	5,88	6,15	6,41	6,69	7,00	7,34	7,72	8,15	8,63	9,17			
8	2,46	2,76	3,07	3,37	3,69	4,01	4,30	4,62	4,96	5,27	5,56	5,83	6,09	6,38	6,71	7,02	7,32	7,64	8,00	8,40	8,84	9,33	9,88	10,50			
9	2,72	3,06	3,41	3,76	4,11	4,48	4,81	5,17	5,55	5,90	6,23	6,54	6,84	7,17	7,54	7,89	8,23	8,60	9,00	9,45	9,95	10,50	11,13	11,84			
10	2,98	3,36	3,75	4,14	4,54	4,94	5,31	5,71	6,15	6,54	6,91	7,25	7,58	7,95	8,37	8,76	9,14	9,55	10,00	10,50	11,06	11,68	12,38	13,17			
11	3,24	3,66	4,09	4,52	4,96	5,41	5,82	6,26	6,74	7,17	7,58	7,96	8,33	8,74	9,19	9,63	10,05	10,50	11,00	11,56	12,17	12,86	13,63	14,51			
12	3,50	3,96	4,43	4,91	5,39	5,88	6,33	6,81	7,34	7,81	8,26	8,67	9,07	9,52	10,02	10,50	10,95	11,46	12,00	12,61	13,28	14,03	14,88	15,84			
13	3,76	4,27	4,78	5,29	5,81	6,35	6,83	7,36	7,93	8,44	8,93	9,38	9,82	10,31	10,85	11,37	11,87	12,41	13,00	13,66	14,39	15,21	16,13	17,17			
14	4,02	4,57	5,12	5,67	6,24	6,82	7,34	7,91	8,53	9,08	9,61	10,09	10,57	11,09	11,68	12,24	12,78	13,36	14,00	14,71	15,51	16,39	17,38	18,51			
15	4,28	4,87	5,46	6,06	6,66	7,28	7,85	8,46	9,12	9,71	10,28	10,80	11,31	11,88	12,51	13,11	13,68	14,31	15,00	15							

B.4 Qui trình để giảm sai số hiệu ứng của phần thân nhiệt kế thủy ngân

B.4.1 Khi dùng bộ cảm ứng điện tử hoặc loại khác mà không có sai lệch phần nhô ra thì kết quả của bộ cảm biến này hoặc hệ thống số liệu kèm theo sẽ cạnh tranh với kết quả của nhiệt kế thủy ngân. Dựa trên thông tin do 4 hãng sản xuất thiết bị tự động phục vụ cho tiêu chuẩn này cung cấp, thì phải sử dụng các công thức nêu ở điều B.4.2 và B.4.3.

B.4.1.1 Khả năng áp dụng của phương trình nêu ở điều B.4.2 là hạn chế, chỉ có ý nghĩa thông tin. Ngoài việc hiệu chỉnh cho phần nhô ra, bộ cảm biến điện tử và hệ thống số liệu kèm theo cũng sẽ cạnh tranh về độ trễ thời gian với nhiệt kế thủy ngân.

B.4.2 Khi dùng nhiệt kế có dải đo thấp, không áp dụng hiệu chỉnh phần thân dưới 20 °C. Đối với nhiệt độ trên nhiệt độ này, dùng công thức sau để tính qui đổi:

$$\text{ASTM 7C } T_{\text{air}} = T_t - 0,000162 \times (T_t - 20 \text{ }^\circ\text{C})^2 \quad (\text{B.4.1})$$

-Khi dùng nhiệt kế có dải đo cao, không áp dụng hiệu chỉnh phần thân dưới 35 °C. Đối với nhiệt độ trên nhiệt độ này dùng công thức sau để tính qui đổi:

$$\text{ASTM 8C } T_{\text{air}} = T_t - 0,000131 \times (T_t - 35 \text{ }^\circ\text{C})^2 \quad (\text{B.4.2})$$

trong đó:

T_{air} là nhiệt độ cạnh tranh của nhiệt kế có dải đo thấp, tính bằng °C;

T_{air} là nhiệt độ cạnh tranh của nhiệt kế có dải đo cao, tính bằng °C; và

T_t là nhiệt độ thực tính bằng °C.