

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 2698 - 1995

SẢN PHẨM DẦU MỎ
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN CẮT

Soát xét lần 1

HÀ NỘI - 1995

Lời nói đầu

TCVN 2698 - 1995 được xây dựng trên cơ sở :

- AST M D 86 - 88.

- IP 123/84.

TCVN 2698 - 1995 thay thế cho TCVN 2698 - 78.

TCVN 2698 - 1995 do Tổng công ty xăng dầu biên soạn,
Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ
khoa học Công nghệ và Môi trường ban hành.

SẢN PHẨM DẦU MỎ PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN CẮT

*Petroleum products
Test method for distillation*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này dùng để xác định thành phần cắt của xăng ô - tô, xăng máy bay, nhiên liệu phản lực naphata, xăng trắng (Ete dầu mỏ - white spirit) dầu hỏa, nhiên liệu Diezen, và các sản phẩm dầu mỏ tương tự bằng thiết bị trung cất thủ công và tự động

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 2715 - 78 : Dầu mỏ và các sản phẩm dầu mỏ - Phương pháp lấy mẫu.

3 Nội dung phương pháp

Chung cất 100 ml mẫu ở điều kiện thích hợp. Ghi lại số chỉ trên nhiệt kế ứng với từng thể tích thu được trong ống đồng theo qui định đối với loại sản phẩm thử nghiệm. Từ các số liệu này tính toán các kết quả thử nghiệm.

4 Định nghĩa các thuật ngữ

4.1 Số chỉ của nhiệt kế : là nhiệt độ của hơi bão hòa đo tại cổ của bình chung phía dưới ống hơi.

4.2 Điểm sôi đầu : là số chỉ của nhiệt kế tại thời điểm giọt chất lỏng đầu tiên rơi ra khỏi đầu dưới của ống ngưng tụ.

4.3 Điểm phân hủy : Là số chỉ của nhiệt kế tại thời điểm xảy ra hiện tượng phân hủy nhiệt. Đặc điểm của phân hủy nhiệt là có hiện tượng tạo khói và chỉ số của nhiệt kế không ổn định.

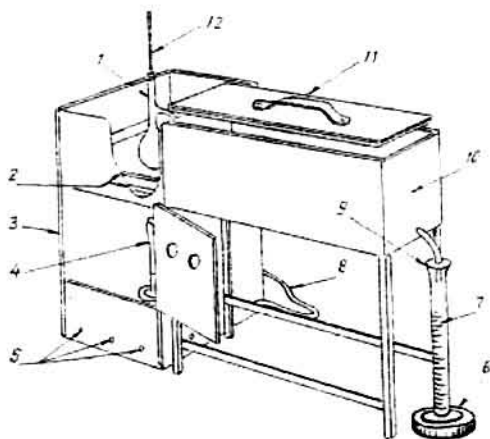
4.4 Điểm khô: là chỉ số của nhiệt kế tại thời điểm giọt chất lỏng cuối cùng bay hơi khỏi điểm thấp nhất của bình cất. Không tính đến giọt hoặc màng chất lỏng bám trên thành bình hoặc nhiệt kế.

4.5 Điểm sôi cuối (điểm cuối) : Là số chỉ cực đại của nhiệt kế trong quá trình thử nghiệm. Nhiệt độ này thường đạt được sau khi toàn bộ chất lỏng trong bình đã bay hơi hết. Thuật ngữ "điểm sôi cuối" cũng đồng nghĩa với thuật ngữ "nhiệt độ cực đại"

- 4.6 Phấn trầm bay hơi : là tổng của phấn trầm thu được và phấn trầm hao hụt.
- 4.7 Phấn trầm cất được: là thể tích (tính bằng ml) của chất lỏng ngưng tụ trong ống đong, tương ứng với một nhiệt độ nhất định của nhiệt kế.
- 4.8 Phấn trầm hao hụt : bằng một trăm phần trăm trừ đi phấn trầm tổng thu hồi .
- 4.9 Phấn trầm thu hồi : là phấn trầm cất được tối đa theo 8.10.
- 4.10 Phấn trầm cặn : lượng cặn tính bằng ml, xác định theo 8.11.
- 4.11 Phấn trầm tổng thu hồi : Là tổng của phấn trầm thu hồi và phấn trầm cặn xác định theo 8.12

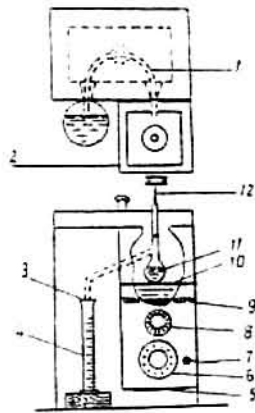
5 Thiết bị

Sơ đồ lắp đặt thiết bị chung cất tiêu chuẩn được thể hiện trên hình 1 và 2.



- | | |
|------------------|--------------------|
| 1. Bình chung | 7. Ống đong |
| 2. Tấm đỡ | 8. Ống dẫn khí |
| 3. Vỏ (tấm chắn) | 9. Giấy thấm |
| 4. Đèn đốt | 10. Thùng làm lạnh |
| 5. Lỗ thông gió | 11. Nắp thùng |
| 6. Đế ống đong | 12. Nhiệt kế |

Hình 1. Thiết bị chung cất dùng khí đốt



- | | |
|----------------------------|-----------------------------------|
| 1. Ống ngưng | 7. Công tắc |
| 2. Vỏ (tấm chắn) | 8. Núm điều chỉnh vị trí của bình |
| 3. Giấy thấm | 9. Bộ đốt điện |
| 4. Ống dòng | 10. Tấm đỡ |
| 5. Đay mở | 11. Bình chung |
| 6. Núm điều chỉnh nhiệt độ | 12. Nhiệt kế |

Hình 2. Thiết bị chung cất dùng điện

Chi tiết về các bộ phận của thiết bị chung cất xem phần Phụ lục A.

6 Lấy mẫu

Xác định xem mẫu chung cất thuộc vào nhóm nào trong bảng 1, sau đó tiến hành các thao tác tiếp theo theo đúng trình tự đã qui định cho các mẫu thuộc nhóm đó.

6.1 Lấy mẫu từ nguồn mẫu theo qui định trong TCVN 2715 - 78.

6.1.1 Nhóm 1 và 2 : Lấy mẫu vào chai đã được làm lạnh tới 0 - 10°C. Tốt nhất là nhúng hẳn chai vào trong thùng mẫu, bỏ đi lần lấy mẫu đầu tiên. Nếu không thể nhúng chai vào trong thùng mẫu thì có thể rót mẫu vào chai nhưng cố gắng tránh tối đa việc lắc xóc mẫu. Đóng chặt ngay miệng chai bằng nút sạch và đặt vào trong thùng nước đá hoặc tủ lạnh để giữ mẫu ở nhiệt độ nói trên.

6.1.2 Bảo quản mẫu ở nhiệt độ thường.

6.2 Những mẫu quan sát thấy có lẫn nước (bảng mặt thường) phải xử lý tách nước trước khi chung như sau:

6.2.1 Nhóm 1 và 2 : Nếu mẫu có nước thì bỏ đi, lấy mẫu khác. Phải đảm bảo mẫu không có nước ở dạng nhũ tương trước khi đưa vào chung cất.

6.2.2 Nhóm 3 và 4 :

Trong trường hợp không thể lấy được mẫu khô (không chứa nước tự do) thì tách nước trong mẫu ướt bằng cách lắc nó với natri sunfat (Na_2SO_4) khan (hoặc các tác nhân làm khô thích hợp khác) sau đó tách nước và muối ra khỏi mẫu bằng cách để lắng và gạn.

Phân loại nhóm

Bảng 1

Các đặc tính của nhóm	Nhóm 1	Nhóm 2	Nhóm 3	Nhóm 4
Áp suất hơi : + 37,8 °C, kPa	≥ 65,5	< 65,5	< 65,5	< 65,5
Chung cất :				
+ Điểm sôi đầu, °C	-	-	< 100	< 100
+ Điểm sôi cuối, °C	≤ 250	≤ 250	> 250	> 250

Lấy mẫu

Bảng 2

Nhiệt độ lấy mẫu	Nhóm 1	Nhóm 2	Nhóm 3	Nhóm 4
Nhiệt độ của chai lấy mẫu, °C	0 - 10	0 - 10	-	-
Nhiệt độ bảo quản mẫu, °C	0 - 10	0 - 10	môi trường hoặc cao hơn điểm rét 11°C	
Mẫu có nước.	Lấy mẫu lại	Lấy mẫu lại	Làm khô theo 5.2.1	

7 Chuẩn bị thiết bị

7.1 Chọn các dụng cụ và thiết bị thích hợp cho mẫu như qui định trong bảng 3 và đưa nhiệt độ của chúng về nhiệt độ qui định.

7.2 Đưa nhiệt độ của thùng làm lạnh về giá trị qui định. Ống ngưng tụ phải ngập hoàn toàn trong nước. Có thể tiến hành tuần hoàn nước hoặc các biện pháp làm nguội khác nếu cần. Đặt ống đóng vào trong cốc chứa nước làm mát. Mức nước tối thiểu phải ngập tới vạch 100 ml của ống.

Chuẩn bị thiết bị

Bảng 3

Điều kiện thử nghiệm	Nhóm 1	Nhóm 2	Nhóm 3	Nhóm 4
Bình cất, ml	125	125	125	125
Nhiệt kế chung cất	7C	7C	7C	8C
Tấm đỡ bình cất	B	B	C	C
Đường kính của lỗ tấm đem bình cất, mm	38	38	50	50
Nhiệt độ bắt đầu kiểm nghiệm, °C				
Bình cất và nhiệt kế	13 - 18	13 - 18	13 - 18	Không quá nhiệt độ môi trường
Tấm đỡ bình cất và tấm chắn	Không cao hơn nhiệt độ môi trường			
Ống hứng chia độ 100 ml	3 - 18	13 - 18	13 - 18	13 đến nhiệt độ môi trường

7.2.1 Các nhóm 1 và 2 : Môi trường làm lạnh thích hợp là nước đá vụn và nước, nước muối lạnh hoặc etylenglycol lạnh.

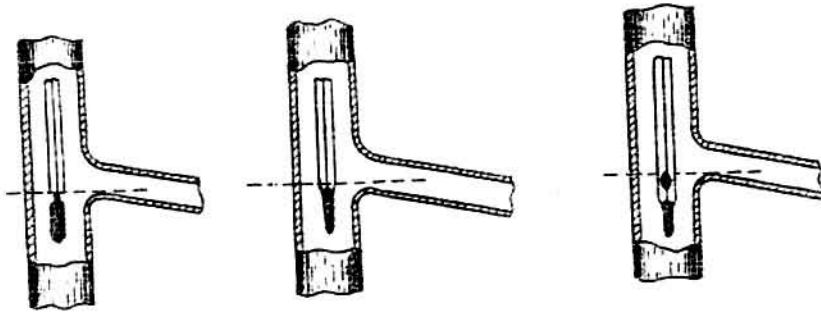
7.2.2 Nhóm 3 và 4 : Môi trường làm lạnh thích hợp là nước lạnh, nước ấm hoặc etylen glycol.

7.3 Dùng một mẫu vải xô lau sạch cặn và chất lỏng bám trên thành ống đong và ống ngưng.

7.4 Lắp nhiệt kế vào cổ bình cất và đưa nhiệt độ của mẫu đến nhiệt độ ghi trong bảng 3.

7.5 Đong 100 ml mẫu bằng ống đong và rót toàn bộ mẫu vào bình cất, rót cẩn thận để chất lỏng không chảy vào ống thoát hơi.

7.6 Lắp nhiệt kế (hoặc cảm biến nhiệt độ trong trường hợp dùng cặp nhiệt điện hoặc nhiệt kế điện trở) vào cổ bình cất (dùng nút cao su hoặc nút li-e). Trong trường hợp dùng nhiệt kế thì bầu nhiệt kế được đặt chính giữa cổ bình cất và điểm thấp nhất của ống mao quản đặt ngang với điểm cao nhất ở bên trong thành của ống hơi (xem h.1). Trong trường hợp dùng cặp nhiệt điện hoặc nhiệt kế điện trở thì lắp đặt theo hướng dẫn của nhà sản xuất.



Hình 3. Cách lắp nhiệt kế

7.7 Lắp ống dẫn hơi có lắp sẵn nút liê hoặc cao su silicon thật kín vào ống ngưng tụ của thùng làm lạnh. Đưa bình cất về vị trí thẳng đứng sao cho ống hơi xuyên vào lòng ống ngưng một đoạn 25 đến 50 mm. Nâng và điều chỉnh tấm đỡ cho vừa khít vào đáy của bình cất.

7.8 Đặt ống đồng đã được sử dụng để đóng mẫu. (không được làm khô) vào một cốc làm lạnh (cốc bao) ngay dưới đầu thấp của ống ngưng sao cho đầu cuối của ống ngưng nằm giữa miệng ống đồng, sâu vào phía trong ống một khoảng ít nhất là 25 mm nhưng không quá vạch chia 100 ml của ống đồng. Dùng một miếng giấy thấm hoặc giấy lọc (cắt vừa khít) đậy miệng ống đồng để tránh sự bay hơi của mẫu đã ngưng tụ

7.9 Ghi lại nhiệt độ và áp suất khi quyền lúc thử nghiệm, và tiến hành chung cất theo hướng dẫn trong mục 8.

8 Tiến hành thử

8.1 Cấp nhiệt cho bình cất có chứa mẫu. Điều chỉnh tốc độ gia nhiệt trong giai đoạn này sao cho khoảng thời gian từ khi bắt đầu cấp nhiệt đến điểm sôi đầu ph ù hợp với bảng 4.

Các điều kiện trong khi tiến hành chưng cất

Bảng 4

Điều kiện thử nghiệm	Nhóm 1	Nhóm 2	Nhóm 3	Nhóm 4
Nhiệt độ của bình làm lạnh, °C	0 - 1	0 - 4	0 - 4	0 - 60
Nhiệt độ của ống bao làm lạnh ống đồng, °C	13 - 18	13 - 18	13 - 18	± 3 so với nhiệt độ bảo quản mẫu
Điều kiện thử nghiệm	Nhóm 1	Nhóm 2	Nhóm 3	Nhóm 4
Thời gian từ bắt đầu cấp nhiệt đến điểm sôi đầu, phút	3 - 5	5 - 10	5 - 10	5 - 15
Tốc độ trung bình của quá trình ngưng tụ từ khi thu được 5% đến còn 5 ml cặn trong bình cất ml/phút.	4 - 5	4 - 5	4 - 5	4 - 5
Thời gian từ còn 5 ml cặn đến điểm cuối, phút	3 - 5	3 - 5	Tối đa là 5	Tối đa là 5

8.2 Quan sát và ghi lại điểm sôi đầu. Ngay sau khi giọt chất lỏng đầu tiên vừa rơi xuống, dịch chuyển ống đồng sao cho đầu của ống ngưng luôn chạm vào thành của ống đồng.

8.3 Điều chỉnh tốc độ gia nhiệt sao cho thời gian từ điểm sôi đầu đến điểm cất 5 - 10% phù hợp với qui định trong bảng 4.

8.4 Tiếp tục khống chế tốc độ gia nhiệt sao cho tốc độ chưng từ điểm cất 5% đến khi trong bình chưng còn lại 5 ml cặn là 4 - 5 ml /phút.

8.5 Tiến hành lại nếu không đạt được các điều kiện đã nêu.

8.6 Nếu phát hiện thấy điểm phân hủy thì dừng cấp nhiệt và tiến hành tiếp theo hướng dẫn ở 8.10.

8.7 Trong khoảng thời gian từ điểm sôi đầu đến khi kết thúc chưng cất, quan sát và ghi lại các số liệu cần thiết để tính toán kết quả. Có thể ghi lại số liệu thử nghiệm theo hai cách sau:

- Ghi lại nhiệt độ tại những giá trị phần trăm cất đã định.
- Ghi lại giá trị phần trăm cất tại những nhiệt độ đã định.
- Ghi lại số liệu theo cả hai cách trên

Các số liệu thể tích ghi chính xác tới 0,5 - 0,1 ml, các số liệu nhiệt độ ghi chính xác tới 0,5 - 0,1°C.

Nếu không có yêu cầu ghi lại những số liệu đặc biệt thì ghi lại điểm sôi đầu, điểm cuối (điểm sôi cuối) hoặc điểm khô hoặc cả hai và nhiệt độ tại các thời điểm cất 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 85, 90%.

8.8 Khi còn lỏng trong bình cất còn khoảng 5 ml, điều chỉnh lại tốc độ chưng sao cho thời gian từ khi còn lại 5 ml còn lỏng trong bình cất tới điểm sôi cuối sẽ nằm trong giới hạn nêu trong bảng 4. Nếu thời gian này nằm ngoài mức cho phép thì phải tiến hành chưng cất lại.

8.9 Quan sát và ghi lại điểm cuối (điểm sôi cuối) hoặc điểm khô, hoặc cả hai như yêu cầu và ngừng cấp nhiệt.

8.10 Để cho chất lỏng tiếp tục chảy vào ống đong, quan sát thể tích chất ngưng 2 phút một lần cho đến khi kết quả quan sát của hai lần liên tiếp trùng nhau. Đo và ghi lại chính xác thể tích này. Giá trị này chính là phần trăm thu hồi. Nếu trước đó quá trình chưng cất bị gián đoạn do có điểm phân hủy thì tính phần trăm cân và hao hụt bằng cách lấy 100 trừ đi phần trăm thu hồi. Bỏ qua thao tác 8 - 11.

8.11 Sau khi bình cất đã nguội, để xác định phần trăm cặn, rót tất cả cặn lỏng còn lại trong bình vào ống đong 5 ml và đóc bình cất trên miệng ống đong 5 ml cho đến khi thể tích chất lỏng trong ống đong không thể tăng lên được nữa.

8.12 Nhóm 1, 2, 3 và 4: Ghi lại thể tích trong ống đong, chính xác đến 0,1 ml.

8.13 Tổng của phần trăm thu hồi (xem 8.10) và phần trăm cặn (xem 8.11) là phần trăm tổng thu hồi. Lấy 100 trừ đi phần trăm tổng thu hồi, thu được phần trăm hao hụt.

9 Tính toán kết quả

9.1 Tính toán đầy đủ các số liệu cần thiết theo yêu cầu. Các giá trị thể tích (%) chính xác đến 0,5 - 0,1, các giá trị nhiệt độ chính xác đến 0,5 - 0,1 °C, áp suất chính xác đến 0,1 kPa (1 mm Hg).

9.2 Khi dùng nhiệt kế 8C để chưng cất nhiên liệu phân lực hoặc các sản phẩm tương tự thì chỉ số của nhiệt kế có thể bị nút che khuất. Để khắc phục tiến hành chưng cất lại theo nhóm 3 và đọc các số chỉ của nhiệt kế 7C thay cho 8C và ghi lại sự thay đổi này trong báo cáo kết quả. Nếu bỏ qua giá trị nhiệt độ tại những điểm bị che khuất thì cũng phải ghi lại trong báo cáo.

9.3 Hiệu chỉnh nhiệt độ về áp suất 101,3 kPa (760mm Hg trừ khi không yêu cầu) Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức sau:

$$C_C = 0,009 \times (101,3 - P_K) \times (273 + t_C)$$

$$C_C = 0,00012 \times (760 - P) \times (273 + t_C)$$

Trong đó :

C_C là hệ số hiệu chỉnh nhiệt độ (số học).

P_K là áp suất môi trường, mm Hg, tại thời điểm tiến hành chung cất.

P là áp suất môi trường, mm Hg, tại thời điểm tiến hành chung cất.

t_C nhiệt độ đo tại áp suất môi trường tại thời điểm tiến hành chung cất

Hiệu chỉnh gắn đúng số đo nhiệt độ

Bảng 5

Khoảng nhiệt độ		Số gia hiệu chỉnh độ chênh lệch áp suất *	
°C	°F	°C	°F
10 - 30	50 - 86	0,35	0,63
31 - 50	86 - 122	0,38	0,68
51 - 70	122 - 158	0,40	0,72
71 - 90	158 - 194	0,42	0,76
91 - 110	194 - 230	0,45	0,81
111 - 130	230 - 266	0,47	0,85
131 - 150	266 - 302	0,50	0,90
151 - 170	302 - 338	0,52	0,94
171 - 190	338 - 374	0,54	0,99
191 - 210	374 - 410	0,57	1,03
211 - 230	410 - 446	0,59	1,06
231 - 250	446 - 482	0,62	1,12
251 - 270	482 - 518	0,64	1,15
271 - 290	518 - 554	0,66	1,19
291 - 310	554 - 590	0,69	1,24
311 - 330	590 - 626	0,71	1,28
331 - 350	626 - 662	0,74	1,33
351 - 370	662 - 698	0,76	1,37
371 - 390	698 - 734	0,78	1,40
391 - 410	734 - 770	0,81	1,46

Chú thích (*): Công vào trong trường hợp áp suất dưới 101,3 kPa (760 mm Hg) và trừ đi trong trường hợp áp suất trên 101,3 kPa (760 mm Hg)

Sau khi đã hiệu chỉnh và làm tròn từng kết quả chính xác đến $0,5^{\circ}\text{C}$ hoặc $0,1^{\circ}\text{C}$ thì trong các tính toán tiếp theo chỉ được sử dụng các giá trị nhiệt độ này.

9.4 Hiệu chỉnh phần trăm hao hụt về áp suất 101,3 kPa (760 mm Hg) theo công thức sau:

$$L_c = AL + B$$

Trong đó :

L là phần trăm hao hụt tính từ số liệu kiểm nghiệm.

L_c là hao hụt hiệu chỉnh.

A và B là hệ số

9.4 Các giá trị A và B được xác định từ bảng 6 theo áp suất môi trường tại thời điểm chung cất. Cũng có thể dùng các công thức dưới đây để xác định trực tiếp A và B :

$$L_c = \{ (L - 0,499287) / (13,65651 - 0,12492914 \times P_k) \} + 0,4997299$$

$$L_c = \{ (L - 0,499287) / (13,65651 - 0,01665174 \times P) \} + 0,4997299$$

Trong đó :

L là hao hụt tính từ số liệu kiểm nghiệm, %.

L_c là hao hụt hiệu chỉnh, %

P_k là áp suất, kPa

P là áp suất, mm Hg

Giá trị của hằng số A và B dùng khi
hiệu chỉnh hao hụt chung cất

Bảng 6

Áp suất		A	E
kPa	mmHg		
74,6	560	0,231	0,384
76,0	570	0,240	0,380
77,3	580	0,250	0,375
78,6	590	0,261	0,369
80,0	600	0,273	0,363
81,3	610	0,286	0,357
82,6	620	0,300	0,350
84,0	630	0,316	0,342
85,3	640	0,333	0,333
86,6	650	0,353	0,323
88,0	660	0,375	0,312
89,3	670	0,400	0,300
90,6	680	0,428	0,286
92,0	690	0,461	0,269
93,3	700	0,500	0,250
94,6	710	0,545	0,227
96,0	720	0,600	0,200
97,3	730	0,667	0,166
98,6	740	0,750	0,125
100,0	750	0,857	0,071
101,3	760	1,000	0,000

9.4.2 Phần trăm thu hồi hiệu chỉnh được tính theo công thức sau:

$$R_c = R + (L - L_c)$$

Trong đó:

L là hao hụt quan sát được

L_c là hao hụt hiệu chỉnh

R là phần trăm thu hồi quan sát được

R_c là phần trăm thu hồi đã hiệu chỉnh

9.4.3 Khi nhiệt độ không bắt buộc phải hiệu chỉnh về áp suất 101,3 kPa (760 mm Hg), thì phần trăm cân và phần trăm hao hụt được xác định theo 8.11 và 8.12.

9.4.4 Khi báo cáo số liệu phải ghi rõ có hiệu chỉnh hay không.

9.4.5 Phần trăm hao hụt hiệu chỉnh sẽ không được sử dụng để tính phần trăm bay hơi.

9.5 Phần trăm bay hơi ở một nhiệt độ nào đó xác định bằng cách lấy phần trăm hao hụt (chưa hiệu chỉnh) cộng với phần trăm cất được (chưa hiệu chỉnh) ở nhiệt độ đó

$$P_o = P_r + L$$

Trong đó :

L là hao hụt quan sát được.

P_o là phần trăm bay hơi.

P_r là phần trăm cất được.

9.6 Giá trị nhiệt độ tương ứng với một phần trăm bay hơi nào đó được xác định theo một trong hai phương pháp sau :

9.6.1 Phương pháp số học : Lấy phần trăm bay hơi đã định trừ đi phần trăm hao hụt (chưa hiệu chỉnh) thu được phần trăm cất được tương ứng. Từ giá trị này tính nhiệt độ tương ứng với phần trăm bay hơi đã cho theo công thức :

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

Trong đó :

R là phần trăm cất được tương ứng với phần trăm bay hơi qui định.

R_H là phần trăm cất được sát trên giá trị R.

R_L là phần trăm cất được sát dưới giá trị R.

T là nhiệt độ tương ứng với phần trăm bay hơi đã định.

T_H là nhiệt độ ghi lại ở R_H .

T_L là nhiệt độ ghi lại ở R_L .

9.6.2 Phương pháp đồ thị : Đánh dấu trên giấy vẽ đồ thị có kẻ li từng giá trị nhiệt độ đã được hiệu chỉnh theo áp suất khí quyển, nếu được yêu cầu (xem 8.3) , ứng với phần trăm cất được tương ứng của nó. Đánh dấu điểm

sôi đầu ở điểm cắt được 0%. Về đường cong tròn nối các điểm này - Sử dụng đồ thị này để xác định nhiệt độ của mẫu khi biết giá trị phần trăm bay hơi.

10 Sai số cho phép

10.1 Độ lặp lại

10.1.1 Nhóm 1 : Xác suất độ trùng lặp vượt quá giá trị cho trong bảng 7 (chung cất thủ công) và bảng 8 (chung cất tự động) không được vượt qua 1/20.

10.1.2 Nhóm 2,3 và 4 : Xác suất độ trùng lặp vượt quá giá trị cho trong hình 6.7 (chung cất thủ công) và bảng 9 (chung cất tự động) không được vượt quá 1/20.

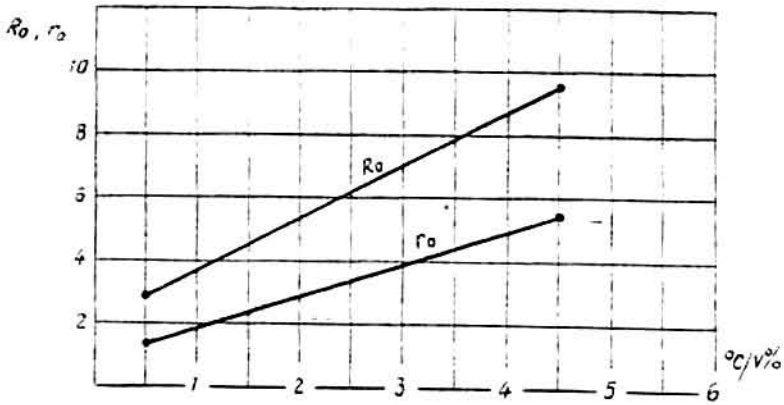
Độ lặp lại và độ tái lập đối với nhóm 1

(Chung cất thủ công)

Bảng 7

Điểm bay hơi. %	Độ lặp lại		Độ tái lập	
	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$
Điểm sôi đầu	3.3	6	5.6	10
5	$r_o + 0.66$	$r_o + 1.2$	$R_o + 1.11$	$R_o + 2.0$
10 - 80	r_o	r_o	R_o	R_o
90	r_o	r_o	$R_o - 1.22$	$R_o - 2.2$
95	r_o	r_o	$R_o - 0.94$	$R_o - 1.7$
Điểm sôi cuối	3.9	7	7.2	13

Chú thích : Xác định r_o và R_o từ đồ thị trên hình 4 ($^{\circ}\text{C}$)



Chú thích : $r_0 = 0,864 (^\circ\text{C}/\text{V}\%) + 1,214$

$R_0 = 1,736 (^\circ\text{C}/\text{V}\%) + 1,994$

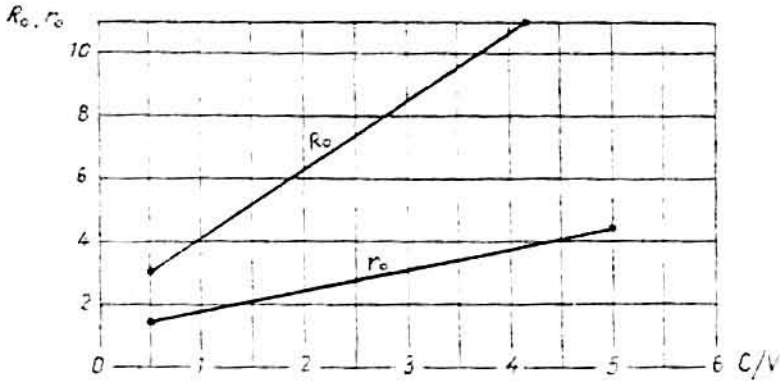
Hình 4 - Nhóm 1 Độ lặp lại, r₀ và Độ tái lập, R₀.

Độ lặp lại và Độ tái lập đối với nhóm 1
(Chung cất tự động)

Bảng 8

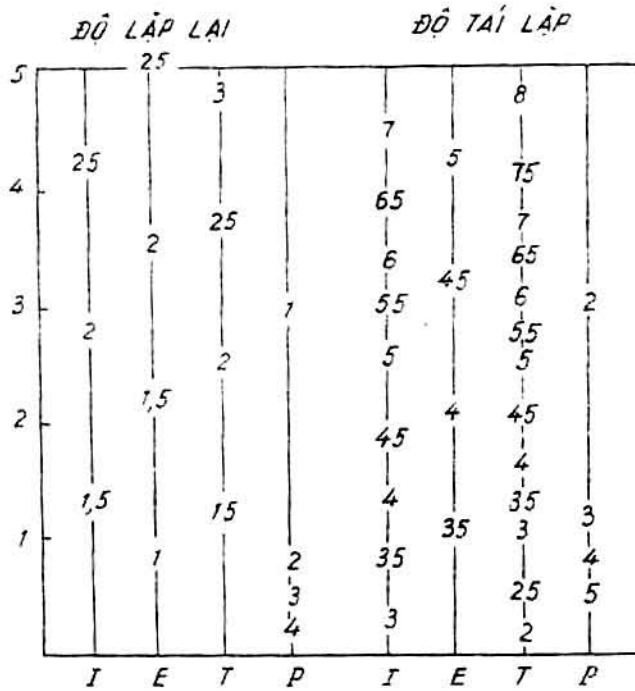
Điểm bay hơi %	Độ lặp lại	Độ tái lập
	$^\circ\text{C}$	$^\circ\text{C}$
Điểm sôi đầu	3,9	7,2
5	$r_0 + 1,0$	$R_0 + 1,78$
10	$r_0 + 0,56$	$R_0 + 0,72$
20	r_0	$R_0 + 0,72$
30 - 70	r_0	R_0
80	r_0	$R_0 + 0,94$
90	r_0	$R_0 - 1,9$
95	$r_0 + 1,4$	R_0
Điểm sôi cuối	4,4	8,9

Chú thích : Xác định r₀ và R₀ từ đồ thị trên h.5 ($^\circ\text{C}$)



Chú thích: $r_o = 0,673 (^\circ\text{C}/\text{V}\%) + 1,131$
 $R_o = 1,998 (^\circ\text{C}/\text{V}\%) + 2,617$

Hình 5. Nhóm 1 : Độ lặp lại, r_o và Độ tái lập, R_o .



I là điểm sôi đầu, $^\circ\text{C}$

E là điểm cuối (điểm sôi cuối) hoặc điểm khô $^\circ\text{C}$

T nhiệt độ của phần trăm bay hơi hoặc cát được đã qui định trước, $^\circ\text{C}$.

P là phần trăm bay hơi hoặc cát được ở nhiệt độ đã cho

R là tốc độ thay đổi nhiệt độ so với phần trăm cát được, $^\circ\text{C}/\text{ml}$

Hình 6 Nhóm 2,3,4 : Độ chính xác của phương pháp kiểm tra thành phần cát D 86 - IP 123 tính theo oC (Chung cát thủ công)

Độ lặp lại và Độ tái lập đối với nhóm 2,3 và 4

(Chung cất tự động)

Bảng 9

Phần trăm thu hồi %	Độ lặp lại		Độ tái lập	
	°C	°F	°C	°F
Điểm sôi đầu	3,5	6,3	8,5	15,3
2	3,5	6,3	2,6	4,7
5	1,1	2,0	2,0	3,6
10	1,2	2,2	3,0	5,4
20 đến 70	1,2	2,2	2,9	2,2
80	1,2	2,2	3,0	5,4
90 đến 95	1,1	2,0	2,0	3,6
Điểm sôi cuối	3,5	6,3	10,5	19,0

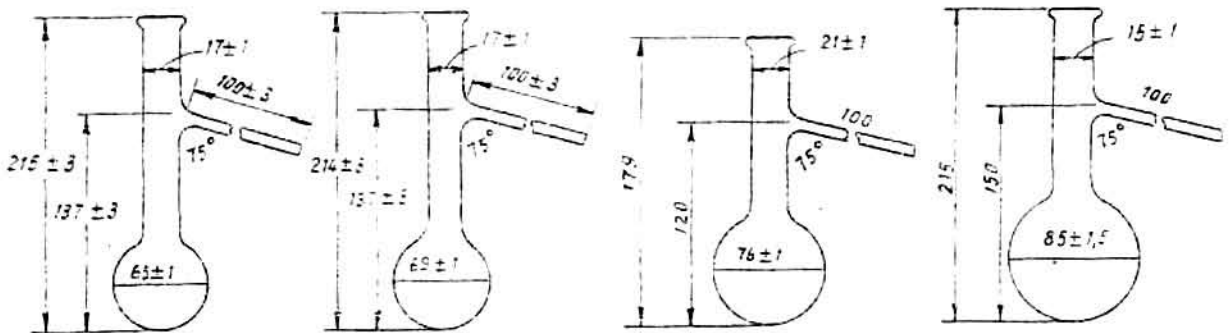
PHỤ LỤC A

THIẾT BỊ CHUNG CẮT

Thiết bị chung cắt gồm những bộ phận sau:

A-1 Bình chung : Lam bằng thủy tinh chịu nhiệt. Phân loại bình chung theo bảng A-1.

Loại bình	Dung tích, ml
A	100
B	125
C	200
D	250



Hình A-1 Kích thước bình chung

A.2 Ống ngưng (sinh hàn) và bình làm lạnh

Ống ngưng làm bằng ống đồng đúc dài 55,88 cm, đường kính ngoài 14,29 mm, dày 0,008 - 0,09 cm. Ống ngưng phải được lắp đặt sao cho chiều dài ống tiếp xúc với tác nhân làm lạnh (nằm trong bình làm lạnh) tối thiểu là 39,4 cm. Phần ống nằm ngoài bình làm lạnh nối với bình cắt dài 5 cm, phần nối với ống đồng dài 11 cm. Hai đoạn này đều phải là ống thẳng, nghiêng góc 75° so với phương thẳng đứng. Phần ống ngưng nằm trong bình làm lạnh có thể thẳng hoặc cong, nếu cong thì phải là đường cong liên tục với độ dốc nằm trong khoảng từ 0,66/2,54 - 0,71/2,54. Tốt nhất là lấy bằng $\sin 15^\circ$. Đầu dưới của ống ngưng được cắt vát miêng và cắm vào trong ống đồng. Điểm thấp nhất của nó cách miêng ống đồng từ 2,51 - 3,18 cm.

Bình làm lạnh có dung tích tối thiểu 5,55 lít, ở đầu vào tâm ống làm lạnh cách miêng bình ít nhất 3,18 cm, ở đầu ra tâm ống làm lạnh cách đáy thùng ít nhất 1,91 cm.

Khe hở giữa ống ngưng tụ và thành bình làm lạnh tối thiểu là 1,27 cm, trừ hai đầu ra và vào. Có thể lắp nhiều ống ngưng trong một bình ngưng nhưng phải đảm bảo thể tích của bình tối thiểu là 5.55 lít/ống.

A.3 Nguồn nhiệt :

A.3.1 Dùng khí đốt (đèn khí) : Gồm bình khí, đèn đốt, áp kế và van điều chỉnh để có thể khống chế độ gia nhiệt thích hợp.

A.3.2 Dùng điện : Bộ đốt điện phải đảm bảo thời gian gia nhiệt từ khi bắt đầu tới thời điểm xuất hiện giọt chất lỏng ngưng tụ đầu tiên nằm trong giới hạn cho phép. Nói chung có thể dùng các bộ đốt thông thường với công suất điều chỉnh được từ 0 - 100 W.

A.4 Giá đỡ bình chung :

A.4.1 Giá đỡ loại 1 : Dùng cho đèn khí - Có thể dùng giá đỡ thông thường, hình tròn, đường kính 10,2 cm hoặc lớn hơn, giá đỡ này được gắn trên một cột đỡ thẳng đứng hoặc đặt trên một đáy bằng . Vị trí của đáy này có thể điều chỉnh được.

Trên giá đỡ đặt hai tấm phẳng làm bằng gốm hoặc amiăng - Tấm dưới có lỗ ở giữa, đường kính 7,6 - 10 cm, đặt vừa khít vào trong vỏ thiết bị - Tấm trên có kích thước nhỏ hơn tấm dưới một chút, có lỗ ở giữa - Đường kính lỗ xác định theo bảng A-2.

Đường kính lỗ của tấm đỡ

Bảng A-2

Tấm đỡ	Đường kính lỗ, cm
A	3,18
B	3,81
C	5,00
D	6,91

A.4.2 Giá đỡ loại hai : ở loại này, bộ đốt cũng đồng thời là giá đỡ. Trên mặt của bộ đốt có đặt một tấm phẳng (làm bằng gốm hoặc amiăng) kích thước xác định theo bảng A.2. Bề dày của tấm phẳng tại mép lỗ nằm trong khoảng từ 3 - 6 mm.

A.5 Ống đong

Kích thước và chủng loại ống đong cho trong bảng A-3

Ống đong

Bảng A-3

Loại ống đong	Dung tích ml	Giá trị một vạch chia
A	25	0,5
B	100	1,0
C	200	2,0

A.5 Nhiệt kế

Chọn loại nhiệt kế thích hợp theo bảng A.4 Có thể dùng bất kỳ loại nhiệt kế nào miễn là đảm bảo độ chính xác và có thang đo phù hợp với tính chất của sản phẩm.

Nhiệt kế

Bảng A-4

Loại nhiệt kế	Giới hạn đo $^{\circ}\text{C}$	Giá trị một độ chia. $^{\circ}\text{C}$
2C	-5 - 300	1,0
7C	-2 - 300	1,0
8C	-2 - 400	1,0
37C	-2 - 52	0,2
38C	24 - 78	0,2
39C	48 - 102	0,2
40C	72 - 126	0,2
41C	98 - 152	0,2
42C	95 - 255	0,5
102C	123 - 177	0,2
103C	148 - 202	0,2
104C	173 - 227	0,2
105C	198 - 252	0,2
106C	223 - 277	0,2
107C	248 - 302	0,2

A-7 Trong trường hợp sử dụng thiết bị chung cất tự động thì việc lắp đặt, vận hành phải tuyệt đối tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất, đồng thời đòi hỏi bộ đo mức tự động của thiết bị phải có độ phân giải tối thiểu 0,1 ml với sai số không quá 1 ml.