

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 2690 - 1995

ISO 6245 - 1982

ASTM D482 - 91

**SẢN PHẨM DẦU MỎ
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO**

SOÁT XÉT LẦN 1

HÀ NỘI - 1995

Lời nói đầu

TCVN 2690 - 1995 thay thế cho TCVN 2690 - 78.

TCVN 2690 - 1995 hoàn toàn tương đương với ISO 6245 - 1982(E) và ASTM D482.

TCVN 2690 - 1995 do Ban Kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 28 "Sản phẩm dầu mỏ và dầu bôi trơn" biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

SẢN PHẨM DẦU MỎ

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO

Petroleum products - Determination of ash

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng tro trong khoảng từ 0,001 đến 0,180% (m/m) có trong phần cất và phần cận của dầu đốt lò, dầu thô, dầu nhờn, sáp và các sản phẩm dầu mỏ khác, trong đó bất kỳ các chất tạo tro nào có mặt thường được coi là các tạp chất hoặc các chất nhiễm bẩn không mong muốn. Phương pháp này chỉ áp dụng cho các sản phẩm dầu mỏ không pha phụ gia tạo tro kể cả các hợp chất của photpho.

Chú thích :

- 1) Với một số loại mẫu nhất định, kết quả thử có thể không cho biết định lượng tất cả các hợp chất kim loại có khả năng tạo tro. Điều này đặc biệt đúng trong trường hợp đối với các dầu chưng cất mà với chúng cần phải áp dụng một qui trình đặc biệt nếu có yêu cầu xác định các hợp chất kim loại.
- 2) Phương pháp này không áp dụng cho các dầu bôi trơn chưa sử dụng có chứa phụ gia; đối với các mẫu này, áp dụng TCVN 2689 - 1995 (ISO 3987 - 1980E), Sản phẩm dầu mỏ - Dầu bôi trơn và các phụ gia - Xác định hàm lượng tro sunfat. Phương pháp này cũng không áp dụng cho các dầu bôi trơn chứa chì hoặc dầu động cơ đã sử dụng trong cacte.

2 Nguyên tắc

Mẫu đựng trong chén thích hợp được đốt và để cháy cho đến khi chỉ còn tro và cặn cacbon. Khử cặn cacbon thành tro bằng cách nung nóng trong lò ở 775°C, để nguội rồi cân.

3 Thiết bị

3.1 Đĩa hoặc chén bay hơi bằng platin, thủy tinh hoặc sứ, dung tích từ 90 đến 120ml.

3.2 Lò nung điện, có khả năng duy trì nhiệt độ $775 \pm 25^\circ\text{C}$ và tốt hơn là có lò thông hơi thích hợp ở phía trước và phía sau để không khí có thể lưu thông qua được.

3.3 Bình làm nguội, không chứa chất làm khô

4 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo đúng hướng dẫn thực hành đã qui định. Trước khi chuyển lượng cân mẫu thử vào đĩa hoặc chén bay hơi để tro hoá, phải đặc biệt cẩn thận để đảm bảo rằng lượng mẫu thử đã lấy thực sự là mẫu đại diện. Lắc mạnh nếu thấy cần thiết.

5 Tiến hành thử

5.1 Nung đĩa hoặc chén bay hơi (3.1) ở 700 đến 800°C ít nhất trong 10 phút, làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình làm nguội (3.3) và cân với độ chính xác tới $0,1\text{mg}$.

Chú thích - Phải cân đĩa hoặc chén bay hơi ngay sau khi được làm nguội. Nếu cần phải để chén trong bình làm nguội với một thời gian lâu hơn thì tất cả các lần cân tiếp theo phải được tiến hành sau khi để đĩa và lượng chứa trong chén ở bình làm nguội với cùng một thời gian như nhau.

5.2 Lượng mẫu thử cần lấy phụ thuộc vào hàm lượng tro có trong mẫu. Cân vào đĩa hoặc chén (3.1) với độ chính xác tới $0,1\%$ một lượng mẫu thử (không lớn hơn 100g) đủ để cho 20mg tro. Đối với những lượng mẫu thử mà khối lượng mẫu cần lấy nhiều lần vào một đĩa thì xác định khối lượng mẫu theo sự khác nhau giữa khối lượng đầu và cuối của bình chứa mẫu thích hợp. Đốt đĩa hoặc chén chứa mẫu cho tới khi mẫu bùng cháy có ngọn lửa. Duy trì ở nhiệt độ sao cho mẫu tiếp tục cháy với tốc độ đồng đều và vừa phải, chỉ để lại tro và cacbon khi cháy hết.

Chú thích - Nếu mẫu có độ ẩm đủ để gây ra bọt và tràn mất mẫu, thì bỏ lượng mẫu thử đó, lấy mẫu thử khác cho thêm vào đó 1 đến 2 ml propanol-2 99% trước khi đốt. Nếu làm như vậy vẫn không được thì thêm 10 ml hỗn hợp tương đương (về thể tích) của toluen và propanol-2 rồi trộn kỹ. Đặt vài mảnh giấy lọc không tro vào chén mẫu và đốt, khi giấy bắt đầu cháy thì hầu hết nước sẽ bay hơi hết.

5.3 Nung chén trong lò nung (3.2) ở $775 \pm 25^\circ\text{C}$ cho tới khi tất cả các hợp chất chứa cacbon biến mất. Làm nguội chén tới nhiệt độ phòng trong bình làm nguội rồi cân với độ chính xác tới $0,1\text{mg}$.

5.4 Nung lại chén ở $775 \pm 25^\circ\text{C}$ trong 20 đến 30 phút, làm nguội trong bình làm nguội rồi cân lại. Lặp lại các thao tác nung và cân cho tới khi chênh lệch kết quả giữa hai lần cân, liên tiếp không lớn hơn $0,5\text{mg}$.

6 Đánh giá kết quả

6.1 Phương pháp tính toán

Hàm lượng tro được tính bằng phần trăm khối lượng của mẫu thử theo công thức

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

trong đó :

m_1 là khối lượng tro, tính bằng gam;

m_0 là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

6.2 Độ chính xác

Xem phụ lục A.

7 Biên bản thử

≡

Biên bản thử phải bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- a) Loại và đặc điểm của sản phẩm được thử;
- b) Các tiêu chuẩn trích dẫn liên quan đến tiêu chuẩn này;
- c) Khối lượng mẫu thử đã lấy;
- d) Kết quả phép thử lấy tới hai chữ số có nghĩa là hàm lượng tro, biểu thị khối lượng mẫu được lấy (xem 6.1);
- e) Bất kỳ sai khác nào, theo thoả thuận hoặc vì một lý do nào đó, khác với phương pháp đã qui định;
- f) Ngày thử.

Phụ lục A

Độ chính xác của phương pháp
(Không tách rời khỏi nội dung của tiêu chuẩn)

Độ chính xác của phương pháp thu được bằng cách khảo sát thống kê các kết quả thử giữa các phòng thí nghiệm như sau:

A.1 Độ lặp lại

Sự khác nhau giữa các kết quả thử liên tiếp nhau nhận được từ một người phân tích với cùng một thiết bị trong cùng các điều kiện thử trên cùng một mẫu thử với cùng một thao tác chuẩn xác như phương pháp thử đã qui định cho phép chỉ một trong hai mươi trường hợp vượt quá các giá trị sau:

Hàm lượng tro, %	Độ lặp lại
Từ 0,001 đến 0,079	0,003
Từ 0,080 đến 0,180	0,007

A.2 Độ tái lập

Sự khác nhau giữa hai kết quả đơn lẻ và độc lập, nhận được từ những người phân tích khác nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau trên cùng một mẫu thử với cùng một thao tác chuẩn xác như phương pháp thử đã qui định cho phép chỉ một trong hai mươi trường hợp vượt quá các giá trị sau:

Hàm lượng tro, %	Độ tái lập
Từ 0,001 đến 0,079	0,005
Từ 0,080 đến 0,180	0,024