

DẦU MỎ VÀ SẢN PHẨM DẦU MỎ		TCVN 3750-83
Phương pháp xác định hàm lượng asfanten		
Нефть и нефтепродукты Метод определения содержания асфальто- восмолистых веществ	Petroleum and petro- leum products. Method for the deter- mination of asphaltic, resinous substance content	Có hiệu lực từ 1-1-1984

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng asfanten cho dầu thô, các loại dầu nhờn, mỡ bôi trơn, nhiên liệu và các sản phẩm bitum. Tiêu chuẩn này không áp dụng đối với các sản phẩm dầu mỏ có chứa các chất thêm (phụ gia).

Hàm lượng asfanten của dầu mỏ hay sản phẩm dầu mỏ là phần trăm khối lượng các hợp phần không tan trong n-heptan nhưng tan trong benzen nóng ở các điều kiện tiêu chuẩn.

1. NGUYÊN TẮC CỦA PHƯƠNG PHÁP

Phương pháp được tiến hành dựa trên nguyên tắc trộn mẫu dầu mỏ hay sản phẩm dầu mỏ cần thử với n-heptan, đun sôi để lắng rồi đem lọc lấy các chất không tan. Sau đó hòa tan tiếp các chất không tan đó với benzen nóng; làm bay hơi benzen, thu được asfanten.

2. DỤNG CỤ VÀ THUỐC THỬ

2.1. Dụng cụ

Bộ chiết;

Cốc làm bay hơi;

Bình hút ẩm;

Cân kỹ thuật;

Giấy lọc băng xanh.

2.2. Thuốc thử

n - heptan có các chỉ tiêu chất lượng

Khối lượng riêng ở 20⁰ C: 0,6838 g/ml

Chỉ số khúc xạ ở 20° C 1,3877

Điểm kết tinh - 90,77° C (tối thiểu)

Chung cất - điểm cất 5% 98,247°C ± 0,025°C

Benzen, tinh khiết phân tích

3. LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ THỬ

3.1. Mẫu thử: theo TCVN 2715-78.

3.2. Đối với các loại dầu thô, các asfanten được xác định trong phần cặn bằng cách cất 90-100 ml dầu thô (chính xác đến 0.1 ml), ngừng cất khi nhiệt độ của đầu đạt 26° C.

Đối với các loại bitum rắn, nghiền vụn thành bột và lấy ra xác định hàm lượng asfanten

4. TIẾN HÀNH THỬ

4.1. Nhúng tất cả các dụng cụ thủy tinh trong axit sunfuric đặc hoặc hỗn hợp sunfua cromic ít nhất là 12 giờ. Sau đó rửa bằng nước và axeton rồi đem sấy ở nhiệt độ 100 - 110° C trong khoảng 30 phút. Lấy các dụng cụ ra để vào bình chống ẩm 30 phút trước khi đem cân.

4.2. Cân vào bình nón một lượng mẫu chính xác đến 0,0002 g sao cho hàm lượng asfanten không vượt quá 0,25 g và lượng mẫu không lớn hơn 10 g.

4.3. Cho n-heptan bình chứa mẫu theo tỷ lệ 30 ml/1g mẫu rồi đem đun sôi hồi lưu hỗn hợp trong 1 giờ. Sau đó để nguội và lấy bình nón ra, nút lại để trong chỗ tối 2 giờ.

Khi hàm lượng asfanten của mẫu cần nghiên cứu lớn hơn 25 %, lúc đun sôi hồi lưu, hỗn hợp có thể bị sục mạnh. Trong trường hợp này tăng thể tích n-heptan lên theo tỷ lệ 50 ml/1g mẫu thử.

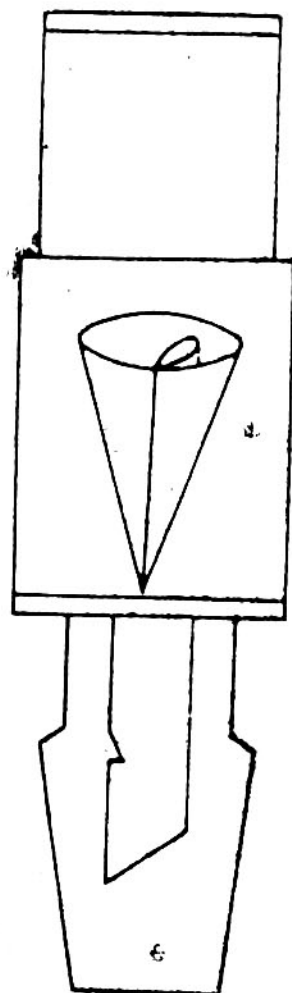
4.4. Không lắc, lọc hỗn hợp qua giấy lọc đường kính 100-125 mm gấp như hình 1 để tránh hiện tượng mao quản (chất lỏng tràn lên trên giấy lọc). Dùng một lượng n-heptan và một que khuấy thủy tinh để rửa bình và chuyển toàn bộ kết tủa lên trên mặt giấy lọc.

Giấy lọc có chứa asfanten được đặt vào bộ phận chiết có bình nón và cho vào đó 50 ml n-heptan. Đun sôi và điều chỉnh sao cho tốc độ hồi lưu 2-4 giọt/giây. Đun hồi lưu khoảng 1 giờ hoặc cho tới khi thử một vài giọt n-heptan lấy từ bình ra không để lại một chút cặn nào khi để bay hơi trên mặt kính đồng hồ.

4.5. Thay bình này bằng bình đã sử dụng lúc đầu rồi rót vào bình đó 50-60 ml benzen và chiết hồi lưu cho đến khi hòa tan hoàn toàn asfanten thu được khi lọc. Chuyển chất chứa trong bình vào một cốc đã làm sạch đã cân đến khối lượng không đổi. Rửa bình nón bằng một lượng nhỏ benzen và lại đổ vào cốc.

4.6. Tiến hành làm bay hơi benzen trong tủ hút. Sau đó làm khô cốc cân trong tủ sấy ở nhiệt độ 100-110°C trong thời gian 30 phút rồi đem để cốc cân vào bình hút ẩm 30 phút và đem cân. Ghi khối lượng asfanten thu được lại.

Asfanten dễ bị oxy hóa nên khi sấy phải thực hiện nghiêm ngặt đối với các điều kiện nhiệt độ và thời gian.



Hình 1

5. XỬ LÝ KẾT QUẢ

5.1. Tính toán kết quả

Hàm lượng asfanten của mẫu thử (A) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$A = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100 \%$$

Trong đó:

m_1 — khối lượng asfanten, tính bằng g;

m_2 — khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

Đối với trường hợp hàm lượng asfanten thấp hơn 0,05 % ghi nhận hàm lượng asfanten dưới 0,05 %.

Đối với trường hợp hàm lượng asfanten từ 0,05 đến 1 %, biểu thị kết quả đến 2 số lẻ).

Đối với trường hợp hàm lượng asfanten lớn hơn 1 %, làm tròn các kết quả với độ chính xác đến 0,1 %.

5.2. Chênh lệch cho phép.

Chênh lệch cho phép giữa kết quả của hai lần xác định song song không quá 10 % kết quả nhỏ nhất.

Chênh lệch cho phép của các kết quả xác định song song giữa hai phòng thí nghiệm không lớn hơn 20 % so với kết quả nhỏ nhất.
