

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9793:2013
ASTM D 5853 – 11

Xuất bản lần 1

**DẦU THÔ – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH
ĐIỂM ĐÔNG ĐẶC**

Standard test method for pour point of crude oils

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9793:2013 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 5853 - 11 *Standard Test Method for Pour Point of Crude Oils*, với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D5853 - 11 thuộc bản quyền ASTM quốc tế.

TCVN 9793:2013 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia 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.

Dầu thô – Phương pháp xác định điểm đông đặc

Standard test method for pour point of crude oils

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định hai qui trình xác định nhiệt độ đông đặc của dầu thô đến -36°C . Qui trình A qui định phép đo nhiệt độ đông đặc cao nhất (nhiệt độ đông đặc trên) và được mô tả tại 9.1. Qui trình B qui định phép đo nhiệt độ đông đặc thấp nhất (nhiệt độ đông đặc dưới) và được mô tả tại 9.2.

1.2 Các phương pháp thử nghiệm này được giới hạn sử dụng cho dầu thô. Nhiệt độ đông đặc của các sản phẩm dầu mỏ khác có thể xác định theo TCVN 3753 (ASTM D 97).

1.3 Các giá trị tính theo đơn vị SI là giá trị tiêu chuẩn. Trong tiêu chuẩn này không bao gồm các đơn vị đo khác.

1.4 **CẢNH BÁO** – Thủy ngân là chất độc hại có thể gây tổn thương cho hệ thần kinh trung ương, thận và gan. Thủy ngân, hoặc hơi của nó, có thể nguy hại cho sức khỏe và ăn mòn vật liệu. Phải thận trọng khi tiếp xúc với xúc thủy ngân và các sản phẩm có chứa thủy ngân. Xem phiếu an toàn hóa chất hiện hành (MSDS) và website <http://www.epa.gov/mercury/faq.htm> của EPA để biết thêm chi tiết và thông tin bổ sung.

1.5 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng. Các thông tin về nguy hại, xem Điều 7.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau 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 2694 (ASTM D 130), Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định độ ăn mòn đồng bằng phép thử tấm đồng

TCVN 9793:2013

TCVN 3753 (ASTM D 97), *Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định điểm đông đặc.*

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

TCVN 5731 (ASTM D 323), *Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định áp suất hơi (Phương pháp Reid)*

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 E 1, *Specification for ASTM liquid-in-glass Thermometers (Nhiệt kế thủy tinh ASTM – Yêu cầu kỹ thuật).*

ASTM E 77, *Test method for inspection and verification of thermometers (Phương pháp kiểm tra và kiểm định nhiệt kế).*

3 Thuật ngữ, định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ, định nghĩa sau.

3.1

Điểm đông đặc cao nhất (điểm đông đặc trên) (maximum (upper) pour point)

Điểm đông đặc nhận được sau khi mẫu thử được xử lý theo qui trình được thiết lập để tăng cường sự hình thành của các tinh thể sáp và sự hóa rắn của mẫu thử.

3.2

Điểm đông đặc thấp nhất (điểm đông đặc dưới) (minimum (lower) pour point)

Điểm đông đặc nhận được sau khi mẫu thử được xử lý theo qui trình được thiết lập để làm chậm lại quá trình đông đặc của các tinh thể sáp và sự đông đặc của mẫu thử.

3.3

Điểm đông đặc (pour point)

Nhiệt độ thấp nhất mà tại đó quan sát thấy sự chuyển động của mẫu thử trong các điều kiện của phép thử.

4 Tóm tắt phương pháp

Sau khi gia nhiệt sơ bộ, làm nguội mẫu với tốc độ qui định và cứ sau một khoảng nhiệt độ là 3 °C lại kiểm tra tính chất chảy của mẫu một lần. Nhiệt độ thấp nhất mà tại đó quan sát thấy sự chuyển động của mẫu thì được ghi lại là điểm đông đặc.

5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Điểm đông đặc của mẫu dầu thô là chỉ số về nhiệt độ thấp nhất tại đó dầu này có thể sử dụng cho các ứng dụng cụ thể nào đó.

5.2 Đây là phương pháp xác định điểm đông đặc duy nhất được xây dựng dành riêng cho dầu thô.

5.3 Điểm đông đặc cao nhất và điểm đông đặc thấp nhất cung cấp một khoảng các nhiệt độ mà tại đó một loại dầu thô có thể tồn tại ở dạng lỏng cũng như dạng rắn tùy theo tiền sử diễn biến nhiệt của nó.

5.4 Phương pháp thử này có thể sử dụng để bổ sung cho các phép đo tính chảy của dầu ở nhiệt độ thấp. Phương pháp thử này rất hữu ích để kiểm tra sự ảnh hưởng của các phụ gia cải thiện tính tương tác của sáp đến tính chất dòng chảy của dầu thô.

6 Thiết bị, dụng cụ

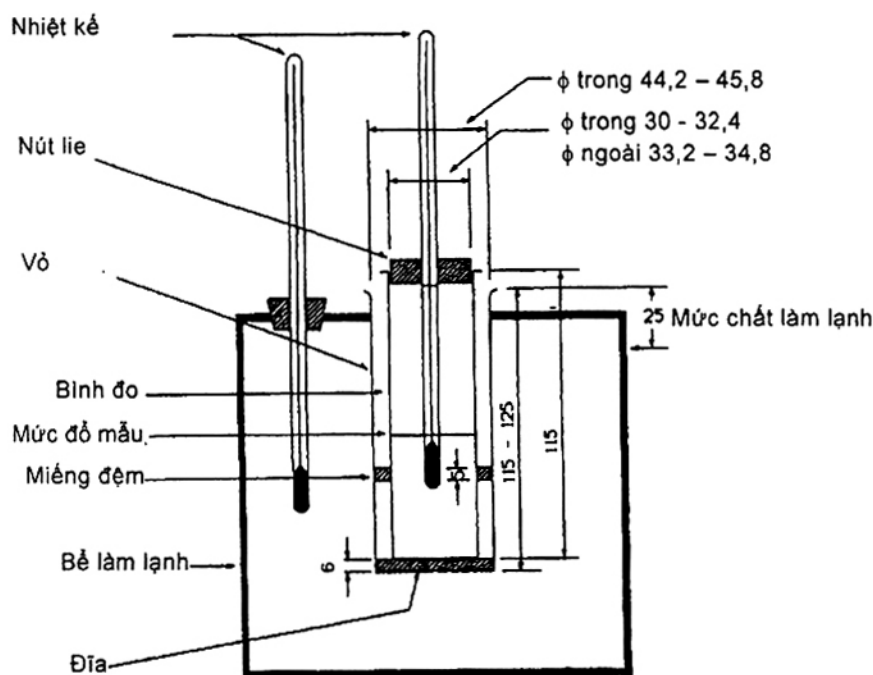
6.1 Sơ đồ thiết bị thử xác định điểm đông đặc (xem Hình 1)

6.1.1 **Bình đo** – Hình trụ, bằng thủy tinh trong, đáy phẳng, đường kính ngoài nằm trong khoảng từ 33,2 mm đến 34,8 mm và cao từ 115 mm đến 125 mm. Đường kính trong của bình nằm trong khoảng từ 30,0 mm đến 32,4 mm, trong phạm vi các đường kính đã nêu thì chiều dày bình sẽ không lớn hơn 1,6 mm. Bình phải có vạch đánh dấu chiều cao mẫu là 54 mm \pm 3 mm tính từ đáy bên trong bình. Bên trong bình đo (đến vạch dấu) phải có cảm quan sạch và không có các vết trầy xước.

6.1.2 **Nhiệt kế** – Có dải đo qui định tại Bảng sau và phù hợp với các yêu cầu qui định tại ASTM E 1:

Nhiệt kế	Dải đo nhiệt độ	Nhiệt kế	
		ASTM	IP
Điểm vẫn đục và điểm đông đặc cao	- 38 °C đến + 50 °C	5C	1C
Điểm vẫn đục và điểm đông đặc thấp	- 80 °C đến + 20 °C	6C	2C
Điểm chảy	+32 °C đến + 127 °C	61C	63C

6.1.2.1 Một khi cột chất lỏng trong nhiệt kế bị đứt quãng và có thể không phát hiện được, do vậy phải kiểm tra điểm băng của nhiệt kế ngay trước mỗi phép thử và chỉ sử dụng các nhiệt kế này nếu chúng đảm bảo độ chính xác trong khoảng ± 1 °C (xem ASTM E 77).



Hình 1 – Thiết bị của phép thử xác định điểm đông đặc

6.1.3 Nút lie – Vừa khít với bình đo, có lỗ ở giữa để cắm nhiệt kế.

6.1.4 Vỏ – kín nước, hình trụ, bằng kim loại, đáy phẳng; cao khoảng $115 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$, có đường kính trong từ 44,2 mm đến 45,8 mm. Vỏ bọc được đặt theo chiều thẳng đứng trong bể làm lạnh (xem 6.1.7) sao cho phần nhô ra khỏi chất làm lạnh không lớn hơn 25 mm. Vỏ phải đảm bảo được làm sạch dễ dàng.

6.1.5 Đĩa đệm – Bằng lie hoặc nỉ, dày 6 mm, ráp không chặt vào trong vỏ bọc.

6.1.6 Vòng đệm – Vừa khít vòng quanh bên ngoài bình đo và hơi lỏng về phía trong vỏ bọc. Vòng đệm này làm bằng cao su, da hoặc vật liệu thích hợp khác, đủ đàn hồi để bám chặt vào bình đo và đủ cứng để giữ nguyên hình dạng của nó. Vòng đệm giúp ngăn không cho bình đo chạm vào vỏ bọc.

6.1.7 Một bể hoặc nhiều bể làm lạnh – Loại phù hợp để có được nhiệt độ cần thiết. Kích thước và hình dạng của bể là tùy chọn, nhưng có giá đỡ chắc chắn để giữ vỏ bọc ở vị trí thẳng đứng. Theo dõi nhiệt độ của bể bằng nhiệt kế thích hợp (6.1.2), hoặc bằng dụng cụ đo nhiệt độ phù hợp có khả năng đo và hiển thị nhiệt độ chỉ định với độ chụm và độ chính xác yêu cầu. Nhiệt độ yêu cầu của bể có thể đạt được bằng cách làm lạnh hoặc bằng hỗn hợp làm lạnh thích hợp và phải duy trì tại nhiệt độ chỉ định trong khoảng $\pm 1,5 \text{ }^\circ\text{C}$. Thông thường sử dụng các hỗn hợp làm lạnh như nêu tại Bảng 1.

Bảng 1 –Hỗn hợp làm lạnh và nhiệt độ của bể

Hỗn hợp làm lạnh	Nhiệt độ của bể
Nước đá và nước	0 °C ± 1,5 °C
Nước đá nghiền và các tinh thể natri chloride hoặc aceton hoặc naphta dầu mỏ hoặc metanol hoặc etanol (xem Điều 7) kết hợp với carbon dioxide rắn để có được nhiệt độ mong muốn	-18 °C ± 1,5 °C
Aceton hoặc naphta dầu mỏ hoặc metanol hoặc etanol (xem Điều 7) kết hợp với carbon dioxide rắn để có được nhiệt độ mong muốn	-33 °C ± 1,5 °C
Aceton hoặc naphta dầu mỏ hoặc metanol hoặc etanol (xem Điều 7) kết hợp với carbon dioxide rắn để có được nhiệt độ mong muốn	-51 °C ± 1,5 °C
Aceton hoặc naphta dầu mỏ hoặc metanol hoặc etanol (xem Điều 7) kết hợp với carbon dioxide rắn để có được nhiệt độ mong muốn	-69 °C ± 1,5 °C

6.2 Bể cách thủy – Kích thước và hình dạng của bể là tùy chọn, nhưng có giá đỡ chắc chắn để giữ bình đo ngập trong bể đến trên độ cao của mẫu trong bình đo và giữ ở vị trí thẳng đứng theo yêu cầu. Nhiệt độ yêu cầu của bể có thể được duy trì bằng các cách thích hợp, miễn là nhiệt độ đó có thể điều chỉnh và kiểm soát đến nhiệt độ chỉ định (± 1 °C, (9.1.4; 9.2.4)).

6.3 Bình chịu áp – Được chế tạo bằng thép không gỉ, phù hợp các kích thước nêu tại Hình 2 và có khả năng chịu áp suất thử bằng 700 kPa. Các thiết kế khác đối với nắp của bình chịu áp và gioăng cao su tổng hợp có thể sử dụng miễn là các kích thước trong của bình chịu áp phải giống như các kích thước nêu trên Hình 2.

CHÚ THÍCH 1: Bình chịu áp này giống như bình chịu áp mô tả tại TCVN 2694 (ASTM D 130).

6.4 Đồng hồ bấm giây – Có khả năng đo đến 30 s với độ phân giải ít nhất bằng 0,1 s và độ chính xác bằng $\pm 0,2$ s hoặc tốt hơn.

7 Thuốc thử và vật liệu

7.1 Các dung môi cấp kỹ thuật được liệt kê dưới đây là phù hợp để làm môi chất cho bể làm lạnh nhiệt độ thấp.

7.1.1 Aceton, (Cảnh báo – Rất dễ bắt lửa).

7.1.2 Naphta dầu mỏ, (Cảnh báo – Dễ cháy. Hơi có tính độc).

CHÚ THÍCH 2: Naphta dầu mỏ điển hình dùng cho các mục đích làm sạch là naphta VM và naphta P.

7.2 Toluene, cấp kỹ thuật (Cảnh báo – Dễ bắt lửa. Hơi có tính độc).

7.3 Carbon dioxide rắn, (Cảnh báo – Rất lạnh. (-78,5 °C).)

7.4 Natri chloride tinh thể, cấp kỹ thuật hoặc thương phẩm là phù hợp.

7.5 Etanol hoặc etyl alcohol, etanol khan cấp kỹ thuật hoặc thương phẩm là phù hợp dùng cho bể làm lạnh (Cảnh báo – Dễ bắt lửa. Đã biến tính. Không thể làm cho mất tính độc).

7.6 Metanol hoặc metyl alcohol, metanol khan cấp kỹ thuật hoặc thương phẩm là phù hợp dùng cho bể làm lạnh (Cảnh báo – Dễ bắt lửa. Hơi có tính độc).

8 Lấy mẫu, mẫu thử và mẫu đại diện

CHÚ THÍCH 3: Lấy mẫu được xác định là bao gồm tất cả các bước cần thiết để lấy được một phần của lượng dầu chứa trong đường ống, bồn chứa hoặc các hệ thống khác và cho mẫu dầu lấy được vào vật chứa của phòng thử nghiệm.

8.1 Mẫu phòng thử nghiệm – Điều quan trọng là mẫu nhận được bởi phòng thử nghiệm là mẫu đại diện cho mẻ sản xuất hoặc lô dầu thô mà từ đó mẫu được lấy ra. TCVN 6777 (ASTM D 4057) và ASTM D 4177 đưa ra các hướng dẫn để lấy các mẫu đại diện.

8.2 Chuẩn bị mẫu thử – Điểm đông đặc của dầu thô rất nhạy với các lượng vết của sáp có nhiệt độ nóng chảy cao. Thực hiện chuẩn bị mẫu thật cẩn thận, tỉ mỉ để đảm bảo nếu có các sáp loại này thì chúng phải được làm tan chảy hoàn toàn, hoặc nếu các chất dễ bay hơi làm hạn chế không gia nhiệt đến tan chảy hoàn toàn sáp được thì làm đồng nhất chúng ở dạng huyền phù (Phụ lục A.1). Kiểm tra các bề mặt của vật chứa ban đầu để đảm bảo rằng không có vật liệu có điểm tan chảy cao còn bám vào đó.

CHÚ THÍCH 4: Không thể qui định được các nguyên tắc tổng hợp mang tính bắt buộc để chuẩn bị các mẫu thử dầu thô. Các hướng dẫn về xử lý mẫu trong các tình huống thường gặp nhất được nêu tại Phụ lục A.1.

9 Cách tiến hành

9.1 Quy trình A dùng cho phép đo nhiệt độ đông đặc cao nhất (nhiệt độ đông đặc trên)

9.1.1 Rót mẫu vào bình đo đến vạch mức. Nếu cần, gia nhiệt lại mẫu thử đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ đông đặc dự kiến ít nhất là 20 °C (8.2 và Phụ lục A.1) nhưng không cao hơn 60 °C. (Cảnh báo – Áp suất hơi của dầu thô tại các nhiệt độ cao hơn 60 °C thường vượt quá 100 kPa. Trong các trường hợp như vậy bình đo có thể bị nứt vỡ. Mờ bình đo mẫu có thể gây sủi bọt làm mất mẫu và có thể gây thương tích cho người).

9.1.2 Đậy ngay bình đo bằng nút lie đã cấm nhiệt kế loại dùng để đo điểm đông đặc và điểm vẫn đục cao, hoặc trong trường hợp điểm đông đặc cao hơn 36 °C, sử dụng nhiệt kế loại dùng để đo điểm tan chảy. Điều chỉnh vị trí của nút lie và nhiệt kế sao cho nút lie vừa khít chặt; nhiệt kế và

binh phải đồng trục và bầu nhiệt kế phải được nhúng ngập đến độ sâu sao cho đầu mao quản nằm dưới bề mặt mẫu 3 mm.

9.1.3 Bảo quản bình đo có chứa mẫu tại nhiệt độ phòng (trong khoảng nhiệt độ từ 18 °C đến 24 °C) trong thời gian ít nhất là 24 h.

CHÚ THÍCH 5: Điểm đông đặc của dầu thô phụ thuộc vào trạng thái kết tinh của sáp có trong mẫu. Trong dầu thô, quá trình đạt được sự cân bằng giữa sáp đã kết tinh và sáp đã hòa tan là tương đối chậm. Tuy nhiên, kinh nghiệm cho thấy rằng trong nhiều trường hợp, sự cân bằng như vậy đạt được trong vòng 24 h.

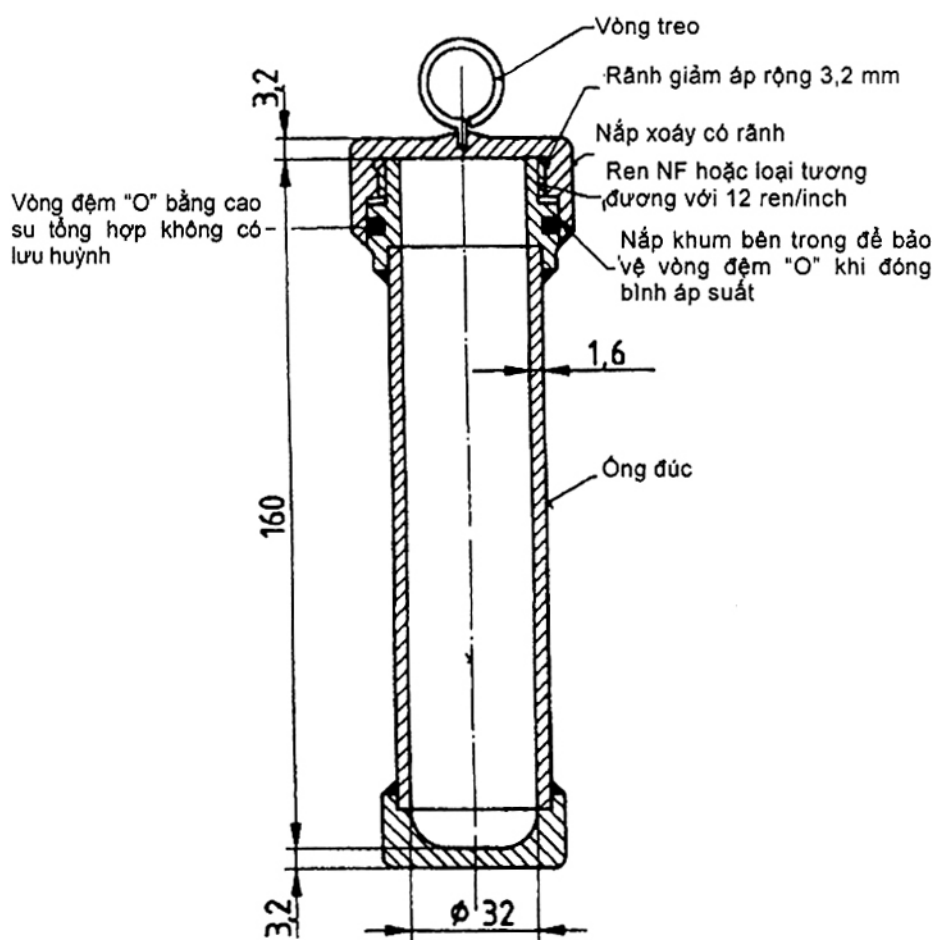
9.1.4 Nếu mẫu có điểm đông đặc dự kiến lớn hơn 36 °C, gia nhiệt mẫu đến nhiệt độ trên điểm đông đặc dự kiến 9 °C. Nếu mẫu có điểm đông đặc dự kiến thấp hơn 36 °C, gia nhiệt mẫu đến nhiệt độ 45 °C ± 1 °C. Duy trì bể cách thủy (6.2) để gia nhiệt mẫu tại nhiệt độ cao hơn trong hai nhiệt độ sau: tại 48 °C ± 1 °C, hoặc tại nhiệt độ 12 °C trên điểm đông đặc dự kiến.

9.1.4.1 Ngay khi mẫu thử đạt đến nhiệt độ yêu cầu, lấy nút lie có cảm nhiệt kế ra và khuấy mẫu nhẹ bằng que trộn bệt hoặc dụng cụ tương tự. Đóng lại nút lie có cảm nhiệt kế vào vị trí cũ (xem 9.1.2).

9.1.5 Đảm bảo rằng đĩa, vòng đệm và bên trong ống bao sạch và khô. Đặt đĩa vào đáy của vỏ bọc. Để đĩa và vỏ bọc trong môi trường làm lạnh tối thiểu 10 min trước khi đặt bình đo vào. Trong khi vỏ bọc đang được làm lạnh thì cho phép sử dụng nắp đậy vỏ. Lấy bình đo ra khỏi bể cách thủy và lau khô bằng khăn mỏng. Lắp vòng đệm quanh bình đo ở vị trí cách đáy 25 mm. Lồng bình đo vào vỏ bọc trong bể đầu tiên được duy trì tại 21 °C và bắt đầu quan sát điểm đông đặc. Không được đặt bình đo trực tiếp vào môi trường làm lạnh.

9.1.6 Thao tác cẩn thận để không làm khuấy động khối mẫu cũng như không làm dịch chuyển nhiệt kế trong mẫu; sự khuấy động mạng xốp của các tinh thể sáp sẽ dẫn đến kết quả điểm đông đặc thấp và không chính xác (Chú thích 5).

CHÚ THÍCH 6: Đối với các vật liệu tối màu như dầu thô, thì việc quan sát thời điểm bắt đầu quá trình kết tinh và hình thành mạng tinh thể của mẫu trong bình đo là không thực tế. Do vậy cứ giả sử là mạng tinh thể được tạo thành ngay từ các giai đoạn sớm của quá trình làm lạnh liên tục.



Vật liệu: thép không gỉ

Kết cấu hàn

Áp suất đồng hồ thử lớn nhất: 700 kPa (7 bar).

Hình 2 – Bình chịu áp

9.1.7 Các điểm đông đặc được biểu thị theo nhiệt độ, là bội số dương hoặc âm của 3 °C. Khi nhiệt độ của mẫu cao hơn điểm đông đặc dự kiến 9 °C (ước lượng theo bội số của 3 °C) thì bắt đầu kiểm tra ngoại quan của mẫu. Tại mỗi số đọc nhiệt kế thấp hơn nhiệt độ khởi đầu một khoảng nhiệt độ là bội số của 3 °C, tháo bình đo ra khỏi vỏ bọc. Nếu cần thiết tiến hành loại bỏ hơi ẩm ngưng tụ làm hạn chế khả năng quan sát mẫu thử bằng cách dùng vải sạch thấm cồn tại nhiệt độ xấp xỉ với nhiệt độ của mẫu trong bình đo để lau sạch bề mặt bình đo. Sau đó nghiêng bình đo vừa đủ để xem chắc chắn là có sự chuyển động của mẫu trong bình đó hay không. Nếu quan sát thấy có sự chuyển động thì chuyển ngay bình đo trở lại vào vỏ bọc và lặp lại phép thử tại nhiệt độ tiếp theo, thấp hơn 3 °C. Thông thường toàn bộ thao tác tháo, lau và lắp lại bình không được vượt quá 3 s.

9.1.7.1 Nếu mẫu vẫn chảy khi nhiệt độ đã đạt tới 30 °C thì chuyển bình đo vào bể tiếp theo có nhiệt độ thấp hơn, theo qui định sau:

- (1) Nếu mẫu đang ở + 30 °C, chuyển sang bể 0 °C
- (2) Nếu mẫu đang ở + 9 °C, chuyển sang bể -18 °C
- (3) Nếu mẫu đang ở -9 °C, chuyển sang bể -33 °C
- (4) Nếu mẫu đang ở -24 °C, chuyển sang bể -51 °C

9.1.7.2 Khi nghiêng bình, không thấy mẫu trong bình chảy, giữ bình đo nằm ngang trong vòng 5 s, đo bằng đồng hồ bấm giây chính xác (6.4) và quan sát mẫu kỹ. Nếu có bất kỳ chuyển động nào trước khi kết thúc 5 s thì lập tức chuyển bình đo vào vỏ bọc và lặp lại phép đo sự chảy ở nhiệt độ tiếp theo, thấp hơn 3 °C.

9.1.8 Tiếp tục tiến hành phép thử theo cách đó cho đến khi đạt tới điểm, mà tại đó khi đặt bình nằm ngang trong 5 s, mẫu trong bình đo không chảy. Ghi số đọc quan sát được trên nhiệt kế.

9.1.8.1 Nếu mẫu thử đạt đến - 36 °C và vẫn thấy mẫu chảy thì ngừng phép thử.

Chú thích 7: Để xác định sự phù hợp với các tiêu chuẩn kỹ thuật hiện hành có các giới hạn điểm đông đặc không chia hết cho 3 °C, chấp nhận phương pháp tiến hành phép đo điểm đông đặc theo cách sau đây. Bắt đầu kiểm tra ngoại quan của mẫu thử khi nhiệt độ của mẫu thử cao hơn điểm đông đặc tiêu chuẩn là 9 °C. Tiếp tục quan sát tại các khoảng 3 °C như nêu tại 9.1.6 và 9.1.7 cho đến khi đạt được nhiệt độ tiêu chuẩn. Báo cáo kết quả là mẫu đạt hay không đạt giới hạn tiêu chuẩn qui định.

9.2 Qui trình B dùng cho phép đo nhiệt độ đông đặc (dưới) thấp nhất

9.2.1 Rót 50 g mẫu vào bình chịu áp sạch (6.3 và Chú thích 8). Nếu cần, gia nhiệt lại mẫu thử đến ít nhất 20 °C trên nhiệt độ đông đặc (8.2 và Phụ lục A.1) nhưng không cao hơn nhiệt độ 60 °C. (Cảnh báo – Áp suất hơi của dầu thô tại các nhiệt độ cao hơn 60 °C thường vượt quá 100 kPa. Trong các trường hợp như vậy bình đo có thể bị nứt vỡ. Mở bình đo mẫu có thể gây sủi bọt làm mất mẫu và có thể gây thương tích cho người). Kiểm tra vị trí gioăng cao su và xoáy nắp chặt.

CHÚ THÍCH 8: Có thể làm sạch bình chịu áp bằng dung môi phù hợp, miễn là dung môi này có khả năng hòa tan các cặn sáp và asphan có nhiệt độ nóng chảy cao còn lại ở trong bình. Toluene nóng (100 °C) là dung môi sử dụng phù hợp cho mục đích này.

9.2.2 Gia nhiệt bình chịu áp trong bể dầu hoặc theo cách thích hợp để đạt nhiệt độ 105 °C ± 2 °C và để yên tại nhiệt độ này trong ít nhất 30 min.

9.2.3 Lấy bình chịu áp ra khỏi bể dầu, lau và làm khô bề mặt bình, xoay bình một cách nhẹ nhàng để đồng nhất lượng bên trong và để bình chịu áp nguội đến nhiệt độ phòng trong khoảng thời gian chính xác là 20 min.

TCVN 9793:2013

9.2.4 Cần thận mở bình chịu áp và chuyển mẫu vào bình đo, đổ đầy đến vạch mức của bình đo, gia nhiệt sơ bộ bình đo trước trong bể cách thủy (6.2) đã được duy trì tại nhiệt độ bằng $48\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Cảnh báo – Sau 20 min tại nhiệt độ môi trường xung quanh, nhiệt độ của mẫu sẽ xấp xỉ bằng $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Áp suất hơi tại nhiệt độ này có thể vẫn còn cao hơn 100 kPa. Trong các trường hợp như vậy, nếu mở bình đo mẫu không cẩn trọng có thể tạo bọt làm mất mẫu và có thể gây thương tích cho người).

9.2.5 Đậy ngay bình đo bằng nút lie đã cấm nhiệt kế loại dùng để đo điểm đông đặc và điểm vẫn đục cao, hoặc trong trường hợp điểm đông đặc cao hơn $36\text{ }^{\circ}\text{C}$, thì dùng nhiệt kế loại dùng để đo điểm nóng chảy. Điều chỉnh vị trí của nút lie và nhiệt kế sao cho nút lie vừa khít chặt; nhiệt kế và bình phải đồng trục và bầu nhiệt kế phải được nhúng ngập đến độ sâu sao cho đầu mao quản nằm dưới bề mặt mẫu 3 mm.

9.2.6 Tiến hành như đã nêu tại 9.1.5 đến 9.1.8.

10 Tính toán và báo cáo kết quả

10.1 Cộng $3\text{ }^{\circ}\text{C}$ vào nhiệt độ đã ghi được ở 9.1.8 và báo cáo đó là điểm đông đặc cao nhất, TCVN 9793 (ASTM D 5853), Qui trình A, hoặc báo cáo đó là điểm đông đặc thấp nhất, TCVN 9793 (ASTM D 5853), Qui trình B, nếu thực hiện theo qui trình nêu tại 9.2.

10.2 Nếu phép thử bị ngưng (9.1.8.1), thì báo cáo điểm đông đặc là $\leq -36\text{ }^{\circ}\text{C}$.

11 Độ chụm và độ chệch

11.1 Sử dụng các nguyên tắc dưới đây để quyết định chấp nhận các kết quả (độ tin cậy 95 %):

11.1.1 Độ lặp lại

Sự chênh lệch giữa các kết quả liên tiếp thu được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, cùng một mẫu thử trong một thời gian dài có điều kiện thử không đổi, với thao tác bình thường và chính xác theo phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi kết quả được vượt giá trị sau đây.

Độ lặp lại

Qui trình	$^{\circ}\text{C}$	Làm tròn	
A (cao nhất)	3,1	(3)	(Chú thích 9)
B (thấp nhất)	5,8	(6)	(Chú thích 9)

11.1.2 Độ tái lập

Sự chênh lệch giữa hai kết quả đơn lẻ và độc lập thu được do các thí nghiệm viên khác nhau tiến hành ở những phòng thử nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài, với thao tác bình thường và chính xác theo phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt giá trị sau đây.

Độ tái lập			
Qui trình	°C	Làm tròn	
A (cao nhất)	18,0	(18)	(Chú thích 9)
B (thấp nhất)	22,0	(21)	(Chú thích 9)

CHÚ THÍCH 9: Các qui định về độ chụm được xây dựng trên cơ sở kết quả của chương trình hợp tác được thực hiện năm 1994 và Phương pháp thống kê, RR:D02-1007 của ban kỹ thuật D 02 hiện hành.

11.2 Độ chệch – Qui trình xác định của phương pháp này không có độ chệch, vì giá trị của điểm đông đặc chỉ được xác định theo phương pháp này.

Phụ lục A
(tham khảo)

A.1 Hướng dẫn bảo quản mẫu

A.1.1 Giới thiệu

A.1.1.1 Việc lấy mẫu dầu thô từ các đường ống, bồn chứa, sà lan, hoặc các xe tải chuyên dụng thường vượt ngoài khả năng kiểm soát của phòng thử nghiệm và việc lấy mẫu đạt yêu cầu khi bao gồm đầy đủ các biên bản lấy mẫu phù hợp như qui định tại TCVN 6777 (ASTM D 4057) và ASTM D 4177.

A.1.1.2 Bản hướng dẫn này bao gồm quá trình lấy mẫu từ các vật chứa để chuyển đến phòng thử nghiệm. Bản hướng dẫn này bao gồm cả việc bảo quản các mẫu từ nơi mà tại đó các mẫu được san chiết hoặc hút ra tới phòng thử nghiệm hoặc tới nơi bảo quản mẫu. Hướng dẫn này đảm bảo sao cho tính toàn vẹn và bản chất của mẫu được duy trì tốt nhất có thể.

A.1.1.3 Phương pháp bảo quản mẫu phụ thuộc vào mục đích của việc lấy mẫu. Qui trình phân tích phòng thử nghiệm áp dụng để phân tích mẫu thường đòi hỏi qui trình bảo quản riêng kèm theo. Vì lý do này, tham khảo các phương pháp thử thích hợp, sao cho mọi hướng dẫn cần thiết về bảo quản mẫu được bàn giao cho nhân viên lấy mẫu. Nếu qui trình phân tích sử dụng có các yêu cầu mâu thuẫn như thường xảy ra đối với dầu thô thì cần lấy các mẫu tách riêng và áp dụng các qui trình thích hợp cho từng mẫu.

A.1.1.4 Đối với dầu thô, cần đặc biệt cẩn thận khi lấy mẫu vì:

A.1.1.4.1 Dầu thô có chứa các thành phần bay hơi, do vậy sự thất thoát có thể xảy ra do bay hơi.

A.1.1.4.2 Dầu thô có chứa nước hoặc cặn, hoặc cả hai, có xu hướng tách ra trong bình chứa mẫu.

A.1.1.4.3 Nếu không duy trì tại nhiệt độ đủ cao, thì có thể xảy ra hiện tượng sáp bám vào thành bình chứa hoặc sáp kết tủa.

A.1.1.5 Khi tạo các mẫu gộp, cần thao tác cẩn thận để không thất thoát các thành phần nhẹ và đảm bảo các mẫu gộp được đồng nhất.

A.1.1.6 Với các mẫu dầu thô có yêu cầu xác định áp suất hơi, khối lượng riêng, hoặc các phép thử khác mà trong đó việc duy trì các thành phần nhẹ là quan trọng, thì trước tiên thực hiện lấy các mẫu nhỏ cho các phép thử này, rồi sau đó mới thực hiện các qui trình xử lý mẫu khác được yêu cầu thực hiện trong quá trình lấy mẫu dùng cho các phép thử khác, chẳng hạn như phép đo điểm đông đặc.

A.1.1.7 Không được chia nhỏ mẫu dầu thô trong các vật chứa bằng nhựa hoặc các vật chứa bị biến dạng khi gia nhiệt và không có khả năng giữ được khí hoặc các thành phần nhẹ.

A.1.2 Gia nhiệt các mẫu

A.1.2.1 Dầu thô được bảo quản ở nhiệt độ dưới điểm rắn đục của nó cho thấy có sáp đọng trên thành vật chứa (vật chứa mẫu). Sáp lắng đọng từ dung dịch được gọi là sáp có nhiệt độ tan chảy cao. Đây là loại sáp có ảnh hưởng rõ rệt tới điểm đông đặc của dầu thô và đồng thời việc hòa tan hoặc phân tán các sáp này trở lại dầu thô là vô cùng khó khăn. Vì vậy, xử lý mẫu một cách thích hợp trước khi chia nhỏ mẫu để xác định điểm đông đặc là rất quan trọng để thu được các kết quả tin cậy về điểm đông đặc của dầu thô.

A.1.2.2 Để hòa tan hoàn toàn sáp, gia nhiệt các mẫu dầu thô đến nhiệt độ trên điểm rắn đục của sáp. Tuy nhiên điểm rắn đục của sáp hiếm khi được biết. Theo kinh nghiệm, nhiệt độ bằng 20 °C trên nhiệt độ đông đặc dự kiến sẽ luôn luôn đáp ứng yêu cầu của điểm rắn đục, mặc dù ngoài lề vẫn có thể xảy ra.

A.1.2.3 Đa số sáp của dầu thô có áp suất hơi đáng kể thậm chí tại nhiệt độ môi trường. Dầu thô chết thường được ổn định tại áp suất hơi bằng 50 kPa (Phương pháp TCVN 5731 (ASTM D 323, RVP tại 37,8 °C) hoặc thấp hơn. Tuy nhiên, đôi khi dầu thô có RVP cao (80 kPa) vẫn được sản xuất và buôn bán trên thị trường. Trước khi thử nghiệm, không để mẫu dầu thô có nhiệt độ trên 60 °C hoặc để đến nhiệt độ trên điểm sôi (áp suất hơi lớn hơn hoặc bằng 100 kPa). Theo kinh nghiệm, áp suất hơi sẽ tăng gấp đôi sau mỗi lần nhiệt độ tăng thêm 20 °C.

A.1.3 Đồng nhất mẫu

A.1.3.1 Phương pháp trộn phù hợp và hiệu quả của việc trộn cho mẫu đồng nhất phụ thuộc vào các tính chất vật lý (ví dụ độ nhớt) và ngoài ra còn phụ thuộc vào dung tích và hình dạng của vật chứa mẫu khi mẫu dầu thô được chuyển đến phòng thử nghiệm. Không thể cung cấp hết các khả năng có thể để đạt được kết quả tối ưu cho tất cả các trường hợp. Các hướng dẫn được đưa ra là các hướng dẫn đã được thực tiễn chứng minh là đạt được các kết quả tốt nhất có thể với phần lớn các tình huống thường gặp.

A.1.3.2 **Thùng phuy, dung tích 15 L đến 200 L** – Cách hữu hiệu nhất để đạt được sự đồng nhất là trộn mẫu trong thùng phuy trên bàn lăn ở trong buồng có nhiệt độ cao từ 40 °C đến 60 °C trong 48 h (A.1.2.3). Cách khác là giữ thùng phuy tại nhiệt độ cao hơn nhiệt độ đông đặc dự kiến là 20 °C trong 48 h (A.1.2.3) và lăn thùng trong thời gian ít nhất là 15 min trước khi tiến hành lấy mẫu. Nếu việc gia nhiệt thùng là không thuận tiện, thì chỉ có cách là lăn thêm trong thời gian ít nhất là 30 min để phân tán sáp và các hạt sáp một cách tốt nhất có thể. Để tránh phải thực hiện quy trình đảo trộn (đảo trộn lại) nặng nhọc toàn bộ lượng mẫu có trong các vật chứa lớn, khuyến cáo nên lấy một số lượng các

TCVN 9793:2013

mẫu chia nhỏ đủ dùng chứa vào các vật chứa nhỏ hơn theo hướng dẫn trong TCVN 6777 (ASTM D 4057) như là một hướng dẫn (A.1.1.3 đến A.1.1.7) (**Cảnh báo** – Trước khi bắt đầu gia nhiệt hoặc thực hiện qui trình khuấy trộn, hoặc cả hai, phải đảm bảo rằng thùng phuy và nắp đậy chịu được áp suất tích lũy và đảm bảo an toàn không bị rò rỉ). (**Cảnh báo** – Khi mở vật chứa chú ý thao tác thật cẩn thận vì trong có áp suất hơi tích lũy đáng kể (A.1.2.3). Khi mở vật chứa có thể tạo bọt gây tràn mẫu và có thể gây tổn thương cho người).

A.1.3.3 Hộp sắt tây, dung tích 1 L đến 15 L – Bảo quản vật chứa tại nhiệt độ cao hơn nhiệt độ đông đặc dự kiến là 20 °C (A.1.2.1) tốt nhất là trong bể cách thủy được duy trì tại nhiệt độ phù hợp. Cách khác là bảo quản vật chứa trong lò có trang bị phòng nổ, chú ý là nhiệt độ bề mặt cục bộ trong lò có thể cao hơn nhiều so với số đọc nhiệt độ của lò. Thời gian cần để sáp tan phụ thuộc vào loại sáp và kích thước của vật chứa. Đối với loại hộp thiếc 1 L, thì 2 h là đủ. Đối với hộp lớn hơn, sẽ cần thời gian lâu hơn. Tuy nhiên các vật chứa được khuyến cáo mạnh mẽ là phải được đóng kín khi gia nhiệt và cứ sau khoảng 30 min thì phải xả áp suất dư một cách từ từ trước khi tiếp tục gia nhiệt. (**Cảnh báo** – Thao tác cẩn thận khi mở vật chứa vì áp suất hơi tích lũy đáng kể (A.1.2.3). Khi mở vật chứa có thể tạo bọt gây tràn mẫu và có thể gây tổn thương cho người). Quá trình khuấy trộn được thực hiện bằng máy lắc cơ học hoặc lắc mạnh bằng tay. Tuy rằng việc sử dụng máy khuấy (tốc độ cao) hoặc các dụng cụ tương tự có thể hiệu quả, nhưng vẫn yêu cầu là thỉnh thoảng phải mở vật chứa, khi đó thất thoát các thành phần nhẹ có thể quá giới hạn do vậy không khuyến cáo sử dụng qui trình có máy khuấy (tốc độ cao) (**Cảnh báo** – Trong quá trình thao tác này một lượng lớn hơi dễ cháy có thể thoát ra. Cần thông thoáng tốt cho khu vực này).

A.1.3.4 Chai – Thực hiện theo qui định nêu tại A.1.3.3. Cần thao tác đặc biệt cẩn thận khi gia nhiệt các chai đóng kín bằng nút lie hoặc nút cao su. Áp suất hơi tích lũy do gia nhiệt chắc chắn sẽ đẩy nút ra, áp dụng các biện pháp bảo vệ phòng tránh các hiện tượng này. (**Cảnh báo** – Trước khi bắt đầu gia nhiệt hoặc thực hiện qui trình khuấy trộn, hoặc cả hai, phải đảm bảo rằng thùng phuy và nắp đậy chịu được áp suất tích lũy và đảm bảo an toàn không bị rò rỉ). (**Cảnh báo** – Thao tác cẩn thận khi mở vật chứa vì áp suất hơi tích lũy đáng kể (A.1.2.3). Khi mở vật chứa có thể tạo bọt gây tràn mẫu và có thể gây tổn thương cho người).

A.1.3.5 Vật chứa bằng nhựa – Vì nhiều lý do (A.1.1.7) không khuyến khích sử dụng các vật chứa mẫu dầu thô bằng nhựa. Tuy nhiên, nếu vật chứa mẫu như vậy được cấp cho phòng thử nghiệm thì cách duy nhất là gia nhiệt các vật chứa đó đến nhiệt độ cao hơn điểm đông đặc dự kiến của mẫu là 20 °C (A.1.2.1 đến A.1.2.3) trong bể cách thủy được duy trì tại nhiệt độ phù hợp. Bể cách thủy giúp ngăn ngừa phòng tránh hiện tượng nhiệt độ cao cục bộ trong vật chứa là nguyên nhân tạo ra các vùng yếu làm tăng khả năng nứt vỡ vật chứa. Trong các trường hợp, khả năng nứt vỡ các vật chứa này do áp suất tích lũy là rõ thì phải áp dụng các biện pháp đảm bảo an toàn. (**Cảnh báo** – Thao tác

cẩn thận khi mở vật chứa vì áp suất hơi tích lũy đáng kể (A.1.2.3). Khi mở vật chứa có thể tạo bọt gây tràn mẫu và có thể gây tổn thương cho người).

A.1.3.6 Vật chứa mẫu (ASTM D 4177) – Theo qui trình bảo quản và khuấy trộn mẫu qui định tại ASTM D 4177. Các mẫu chia nhỏ 1 L (hộp sắt tây) được lấy cùng lúc với việc lấy mẫu dùng cho các phép xác định khối lượng riêng, nước và cặn, miễn là các vật chứa mẫu này không ở dưới điểm vẫn đục của dầu thô trong hơn 6 h. Nếu vật chứa mẫu này được giữ ở nhiệt độ dưới điểm vẫn đục của dầu thô trong hơn 6 h thì trước khi khuấy trộn và chia mẫu phải tiến hành gia nhiệt mẫu đến nhiệt độ cao hơn điểm đông đặc dự kiến là 20 °C (A.1.2.1 đến A.1.2.3).
