

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9791 : 2013**

**ASTM D 4006 - 11**

Xuất bản lần 1

**DẦU THÔ – XÁC ĐỊNH NƯỚC  
BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHƯNG CẤT**

*Standard test method for water in crude oil by distillation*

HÀ NỘI - 2013

## Lời nói đầu

TCVN 9791:2013 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 4006-11 *Standard Test Method for Water in Crude Oil by Distillation*, với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D4006 - 11 thuộc bản quyền ASTM quốc tế.

TCVN 9791:2013 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 – Xác định nước bằng phương pháp chưng cất**

*Standard test method for water in crude oil by distillation*

### **1 Phạm vi áp dụng**

1.1 Tiêu chuẩn này qui định qui trình xác định nước có trong dầu thô bằng phương pháp chưng cất.

1.2 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.

1.3 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 cảnh báo cụ thể, xem 6.1 và A.1.1.

### **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, bổ sung (nếu có).

TCVN 2692 (ASTM D 95), *Sản phẩm dầu mỏ và bitum – Xác định hàm lượng nước bằng phương pháp chưng cất*

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

TCVN 6779 (ASTM D 1796), *Nhiên liệu đốt lò – Xác định nước và cặn – Phương pháp ly tâm (qui trình phòng thử nghiệm)*

TCVN 9790 (ASTM D 473), *Dầu thô và nhiên liệu đốt lò (FO) – Xác định cặn bằng phương pháp chiết*

ASTM D 665, *Test method for rust-preventing characteristics of inhibited mineral oil in the presence of water (Phương pháp xác định các tính đặc tính chống gỉ sét của dầu khoáng chứa phụ gia khi có nước)*

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).*

## **TCVN 9791:2013**

ASTM D 4928, *Test method for water in crude oils by coulometric Karl Fischer titration (API MPMS Chapter 10.9)* (Phương pháp xác định nước trong dầu thô bằng chuẩn độ điện lượng Karl Fischer (API MPMS Chương 10.9))

ASTM E123, *Specification for apparatus for determination of water by distillation* (Yêu cầu kỹ thuật đối với thiết bị xác định nước bằng phương pháp chưng cất)

API MPMS Chapter 8.1, *Manual sampling of petroleum and petroleum products (ASTM D 4057)* (Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thủ công).

API MPMS Chapter 8.2, *Automatic sampling of petroleum and petroleum products (ASTM D 4177)* (Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu tự động).

API MPMS Chapter 10.1, *Test method for sediment in crude oils and fuel oils by the extraction method (ASTM D 473)* (Xác định cặn trong dầu thô và nhiên liệu đốt lò bằng phương pháp chiết)

API MPMS Chapter 10.4, *Determination of water and/or sediment in crude oils by centrifuge method (field procedure)* (Xác định nước và/hoặc cặn trong dầu thô bằng phương pháp ly tâm (Quy trình sử dụng ngoài hiện trường))

API MPMS Chapter 10.5, *Test method for water in petroleum products and bituminous materials by distillation (ASTM D95)* (Xác định nước trong sản phẩm dầu mỏ và vật liệu bitum bằng phương pháp chưng cất)

API MPMS Chapter 10.6, *Test method for water and sediment in fuel oils by the centrifuge method (Laboratory Procedure) (ASTM D1796)* (Xác định nước và cặn trong dầu đốt lò bằng phương pháp ly tâm (qui trình phòng thử nghiệm)).

API MPMS Chapter 10.9, *Test method for water in crude oils by coulometric Karl Fischer titration (ASTM D 4928)* (Phương pháp xác định nước trong dầu thô bằng chuẩn độ điện lượng Karl Fischer).

### **3 Tóm tắt phương pháp**

Mẫu được đun hồi lưu với một dung môi không tan trong nước nhưng có khả năng cất đẳng phí với nước chứa trong mẫu. Dung môi và nước ngưng tụ được tách pha liên tục trong bể lỏng: nước lắng xuống trong phần chia vạch của bể và dung môi quay trở lại bình chưng cất.

### **4 Ý nghĩa và sử dụng**

4.1 Sự hiểu biết về hàm lượng nước có trong dầu thô là quan trọng trong quá trình lọc dầu, mua, bán hoặc vận chuyển dầu thô.

**4.2** Phương pháp này có thể không phù hợp đối với các loại dầu thô có chứa alcohol hòa tan trong nước. Trong các trường hợp khi sự ảnh hưởng đối với các kết quả thử là đáng kể, thì người sử dụng nên cân nhắc áp dụng phương pháp thử khác, ví dụ ASTM D 4928 (API MPMS Chương 10.9).

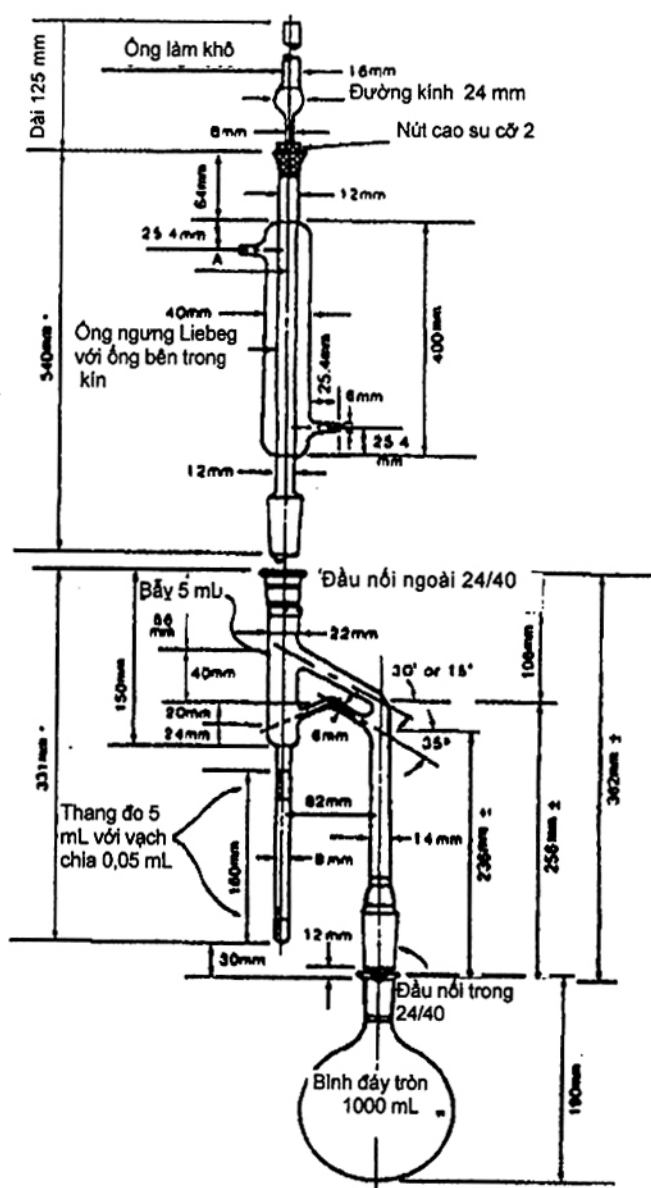
## **5 Thiết bị, dụng cụ**

**5.1** Thiết bị thường dùng nhất được nêu tại Hình 1, bao gồm bình chưng cất, ống ngưng tụ bằng thủy tinh, bể bằng thủy tinh có vạch chia và bếp đun. Các loại thiết bị chưng cất khác được qui định tại ASTM E123. Các thiết bị này đều có thể chấp nhận dùng cho phép thử này, miễn là chứng minh được chúng vận hành trong khoảng độ chụm đã thiết lập cho các thiết bị thường dùng.

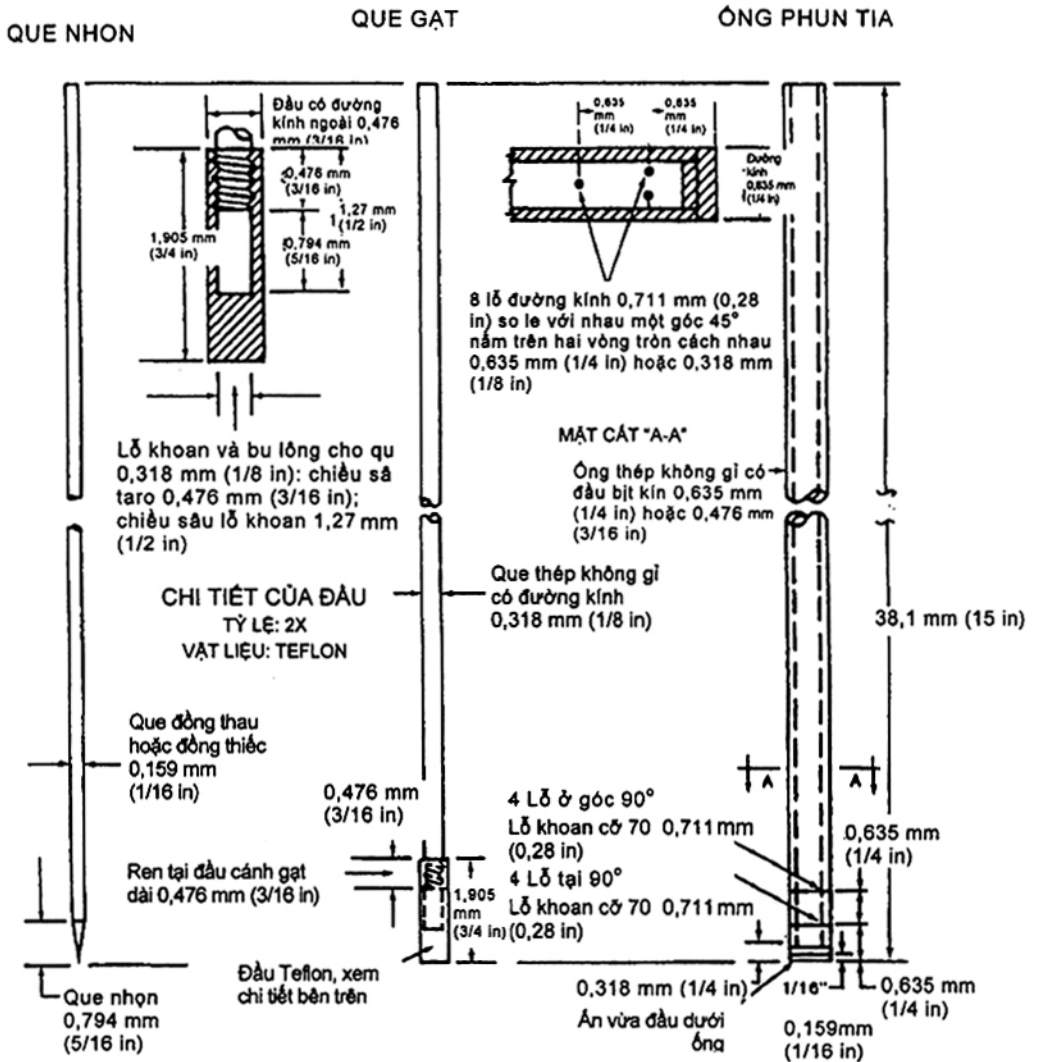
**5.1.1 Bình chưng cất** – dung tích 1000 mL, đáy tròn, bằng thủy tinh, bình chưng cất lắp khít với khớp nối nhám ngoài 24/40. Bình lắp với bể nước loại 5 mL đã hiệu chuẩn có chia vạch với vạch chia là 0,05 mL. Bể này được lắp với ống ngưng Liebig loại 400 mm. Ống làm khô nạp đầy chất hút ẩm (ngăn độ ẩm xâm nhập từ môi trường xung quanh) được lắp trên đỉnh ống ngưng.

**5.1.2 Bếp đun** – Bếp đun bằng ga hoặc bằng điện đều phù hợp, sao cho có thể phân phối nhiệt đều cho toàn bộ nửa dưới của bình. Vì lý do an toàn, nên sử dụng bếp điện là tốt nhất.

**5.1.3** Thiết bị sử dụng trong phương pháp này được chấp nhận khi có các kết quả đạt yêu cầu theo phương pháp hiệu chuẩn mô tả tại Điều 8.



Hình 1 – Thiết bị chưng cất



Hình 2 – Que nhọn, que gạt và ống phun tia dùng cho thiết bị chưng cất

## 6 Dung môi

**6.1 Xylen – Cấp thuốc thử (Cảnh báo – Rất dễ cháy. Hơi có tính độc. Xem Phụ lục A.1).** Chuẩn bị mẫu dung môi trắng bằng cách cho 400 mL dung môi vào thiết bị chưng cất và tiến hành thử như nêu tại Điều 9. Mẫu trắng được xác định chính xác đến 0,025 mL và sử dụng để hiệu chỉnh thể tích nước trong bẫy như nêu tại Điều 10.

**6.2 Xylen sử dụng trong qui trình này thường là hỗn hợp của các đồng phân ortho-, meta- và para- và có thể chứa một số etyl benzen. Các tính chất đặc trưng đối với thuốc thử này như sau:**

**TCVN 9791:2013**

Màu (APHA)	Không lớn hơn 10
Dài sôi	137 °C – 144 °C
Cặn sau bay hơi	0,002 %
Các hợp chất lưu huỳnh (quy ra S)	0,003 %
Các chất bị tối màu do H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Đạt phép thử màu
Nước (H <sub>2</sub> O)	0,02 %
Kim loại nặng (quy ra Pb)	0,1 ppm
Đồng (Cu)	0,1 ppm
Sắt (Fe)	0,1 ppm
Niken (Ni)	0,1 ppm
Bạc (Ag)	0,1 ppm

**7 Lấy mẫu, mẫu thử và thiết bị thử**

7.1 Lấy mẫu được xác định là gồm tất cả các bước cần thiết để lấy được một lượng chia nhỏ của chất lỏng trong đường ống, bồn chứa hoặc các hệ thống khác và chuyển mẫu vào vật chứa của phòng thử nghiệm.

7.1.1 **Mẫu phòng thử nghiệm** – Chỉ sử dụng các mẫu đại diện được lấy theo TCVN 6777 (ASTM D 4057) (API MPMS Chương 8.1) và ASTM D 4177 (API MPMS Chương 8.2) cho phương pháp này.

7.1.2 **Chuẩn bị mẫu thử** – Áp dụng qui trình xử lý mẫu dưới đây bổ sung cho qui định nêu tại 7.1.1.

7.1.2.1 **Cỡ mẫu được lựa chọn** theo chỉ dẫn sau đây, dựa trên hàm lượng nước dự kiến của mẫu:

Hàm lượng nước dự kiến, % khối lượng hoặc % thể tích	Cỡ mẫu xấp xỉ, g hoặc mL
50,1 – 100,0	5
25,1 – 50,0	10
10,1 – 25,0	20
5,1 – 10,0	50
1,1 – 5,0	100
0,5 – 1,0	200
Nhỏ hơn 0,5	200

7.1.2.2 Nếu nghi ngờ về sự đồng nhất của mẫu đã trộn, tiến hành xác định ít nhất ba phần mẫu thử và lấy kết quả trung bình báo cáo là hàm lượng nước của mẫu.

7.1.2.3 Để xác định nước theo thể tích, sử dụng ống đong chia vạch đã được hiệu chuẩn có dung tích 5, 10, 20, 50, 100 hoặc 200 mL (NBS Loại A) phụ thuộc vào cỡ mẫu theo 7.1.2.1 để đong lượng mẫu cần phân tích. Rót mẫu từ từ vào ống đong để tránh khí xâm nhập và điều chỉnh



lượng đồ càng sát với vạch chia thích hợp càng tốt. Rót cẩn thận lượng mẫu trong ống đong vào bình chưng cất và tráng ống đong năm lần mỗi lần dùng lượng xylen bằng một phần năm lượng dung môi cần dùng, rót tất cả các phần tráng này vào bình chưng cất. Đúc cạn ống đong để đảm bảo mẫu đã được chuyển hết vào bình cất.

**7.1.2.4** Để xác định nước theo khối lượng, cân một phần mẫu thử theo 7.1.2.1, rót mẫu trực tiếp vào bình chưng cất. Nếu phải sử dụng vật trung chuyển (cốc có mỏ hoặc ống đong) thì phải tráng ít nhất năm lần với xylen và đổ phần tráng vào bình chưng cất.

## 8 Hiệu chuẩn

**8.1** Trước mỗi lần sử dụng và sau mỗi lần có sự thay đổi của thiết bị như nêu tại 8.1.1 đến 8.1.3 cần tiến hành hiệu chuẩn cả bẫy và toàn bộ cụm thiết bị đã lắp ráp. Ngoài ra cần hiệu chuẩn định kỳ cả bẫy và toàn bộ cụm lắp ráp với tần suất ít nhất 1 lần/năm.

**8.1.1** Kiểm định độ chính xác của các vạch chia trên bẫy bằng cách dung microburet dung tích 5 mL hoặc micro-pipet loại có số đọc chính xác đến 0,01 mL nạp từng lượng 0,05 mL nước cất tại 20 °C vào bẫy. Nếu độ lệch giữa lượng nước cho vào và lượng nước quan sát được lớn hơn 0,050 mL thì bỏ bẫy đó hoặc tiến hành hiệu chuẩn lại.

**8.1.2** Toàn bộ thiết bị cũng cần hiệu chuẩn. Rót 400 mL xylen khô (lượng nước cho phép lớn nhất là 0,02 %) vào thiết bị và tiến hành thử nghiệm theo Điều 9. Sau khi hoàn tất, đổ bỏ lượng trong bẫy. Dùng buret hoặc micro-pipet nạp trực tiếp vào bình chưng cất 1,00 mL  $\pm$  0,01 mL nước cất tại 20 °C và tiến hành thử theo Điều 9. Lặp lại thao tác nêu tại 8.1.2 với lượng nước cất nạp trực tiếp vào bình chưng cất là 4,50 mL  $\pm$  0,01 mL. Cụm thiết bị là phù hợp chỉ khi các số đọc của bẫy nằm trong khoảng dung sai cho phép như sau:

Dung tích của bẫy tại 20 °C, mL	Thể tích nước thêm vào tại 20 °C, mL	Lượng nước thu hồi chấp nhận tại 20 °C, mL
5,00	1,00	1,00 $\pm$ 0,025
5,00	4,50	4,50 $\pm$ 0,025

**8.1.3** Số đọc nằm ngoài khoảng cho phép cho thấy có thể có trục trặc do rò rỉ hơi, sôi quá nhanh, các vạch chia của bẫy không chính xác hoặc hơi ẩm từ bên ngoài xâm nhập vào. Các nguyên nhân gây trục trặc phải được loại bỏ trước khi tiến hành lại 8.1.2.

## 9 Cách tiến hành

**9.1** Độ chụm của phép thử có thể bị ảnh hưởng do nước bám thành các giọt trên bề mặt thiết bị do đó không lắng tách trong bẫy để đo. Để giảm thiểu hiện tượng này, toàn bộ thiết bị đều phải

## TCVN 9791:2013

được làm sạch bằng hóa chất ít nhất 1 lần/ngày để loại bỏ các màng và bụi bám trên bề mặt cản trở dòng chảy tự do của nước trong thiết bị thử. Nên làm sạch thường xuyên hơn nữa nếu bản chất mẫu đang thử là nguyên nhân gây nhiễm bẩn liên tục.

9.2 Để xác định hàm lượng nước theo thể tích, tiến hành theo 7.1.2.3. Cho lượng xylen vào bình chưng cất đủ để có tổng thể tích xylen là 400 mL.

9.2.1 Để xác định hàm lượng nước theo khối lượng, tiến hành theo 7.1.2.4. Cho lượng xylen vào bình chưng cất đủ để có tổng thể tích xylen là 400 mL.

9.2.2 Máy khuấy từ là dụng cụ hiệu quả nhất để giảm hiện tượng sôi bùng. Các đá bọt hoặc các viên trợ sôi khác mặc dù kém hiệu quả hơn nhưng cũng có ích.

9.3 Lắp ráp thiết bị như nêu tại Hình 1, các chỗ nối đảm bảo kín hơi và chất lỏng. Không nên bôi mỡ cho các khớp nối thủy tinh. Lắp ống làm khô có chứa chất hút ẩm có chỉ thị vào đỉnh ống ngưng để ngăn hơi ẩm từ môi trường bên ngoài ngưng tụ trong ống ngưng. Cho nước có nhiệt độ từ 20 °C và 25 °C tuần hoàn qua vỏ bọc ống ngưng.

9.4 Gia nhiệt bình chưng cất. Loại dầu thô được tiến hành thử nghiệm có thể làm thay đổi đáng kể tính chất sôi của hỗn hợp dầu thô-dung môi. Trong giai đoạn đầu chưng cất nên gia nhiệt từ từ (khoảng từ ½ h đến 1 h) để ngăn hiện tượng sôi bùng có thể làm thất thoát nước từ hệ thống. (Sự ngưng tụ không nên cao hơn ba phần tư khoảng cách từ dưới lên của ống bên trong ống ngưng tụ (Điểm A trên Hình 1)). Để thuận tiện cho việc rửa sạch nước từ ống ngưng xuống, phần ngưng tụ cần được giữ càng gần với đầu ra của ống ngưng càng tốt. Sau giai đoạn gia nhiệt ban đầu, điều chỉnh tốc độ sôi sao cho phần ngưng không quá ba phần tư khoảng cách từ dưới lên của ống bên trong ống ngưng. Phần cát rơi vào bể với tốc độ xấp xỉ 2 giọt đến 5 giọt trên giây. Tiếp tục chưng cất cho đến khi không còn nhìn thấy nước trong thiết bị, trừ trong bể và thể tích nước trong bể duy trì không đổi trong vòng 5 min. Nếu thấy các giọt nước vẫn còn đọng lâu trong ống bên trong ống ngưng, phun rửa bằng xylen. (Dùng ống phun tia, xem Hình 2, hoặc dụng cụ tương đương). Thêm một lượng nhỏ chất pha nhũ loại tan trong dầu với nồng độ 1000 ppm vào xylen dùng để phun rửa sẽ giúp gạt các giọt nước còn bám. Sau khi phun rửa, chưng cất lại thêm ít nhất 5 min nữa (phải tắt nguồn nhiệt ít nhất 15 min trước khi phun rửa để tránh sôi mạnh). Sau khi phun rửa, cho gia nhiệt từ từ để tránh sôi mạnh. Lặp lại qui trình này cho đến khi không còn nhìn thấy nước trong ống ngưng và thể tích nước trong bể duy trì không đổi trong vòng 5 min. Nếu qui trình này không gạt được nước xuống, thì sử dụng que gạt TFE-florocarbon, que nhọn như thể hiện trên Hình 2, hoặc dụng cụ tương đương gạt cho nước chảy vào bể.

9.5 Khi nước chuyển sang đã hết, để bể và nước chứa trong bể nguội đến 20 °C. Gạt tất cả các giọt nước bám vào thành bể bằng que gạt. Dùng que gạt TFE-florocarbon hoặc que nhọn gạt tất cả các giọt nước bám trên thành bể đẩy chúng xuống lớp nước phía dưới. Đọc thể tích nước trong bể. Bể được chia vạch 0,05 mL, nhưng thể tích được xác định chính xác đến 0,025 mL.

## 10 Tính toán kết quả

Tính hàm lượng nước trong mẫu như sau:

$$\% \text{ thể tích} = \frac{(A - B)}{C} \times 100 \quad (1)$$

$$\% \text{ thể tích} = \frac{(A - B)}{(M / D)} \times 100 \quad (2)$$

$$\% \text{ khối lượng} = \frac{(A - B)}{M} \times 100 \quad (3)$$

trong đó

- A là lượng nước trong bẫy, tính bằng mililit;
- B là lượng dung môi mẫu trắng, tính bằng mililit;
- C là lượng mẫu thử, tính bằng mililit;
- M là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;
- D là khối lượng riêng của mẫu, tính bằng gam trên mililit.

Chất dễ bay hơi hòa tan trong nước, nếu có, có thể được đo như nước.

## 11 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả hàm lượng nước chính xác đến 0,025 %, hàm lượng nước nhỏ hơn 0,025 % được coi là 0 % và viện dẫn tiêu chuẩn này TCVN 9791 (ASTM D 4006) là qui trình đã sử dụng.

## 12 Độ chụm và độ chệch

12.1 Độ chụm của phương pháp này được xác định theo phương pháp nghiên cứu thống kê các kết quả giữa các phòng thử nghiệm trong dải đo từ 0,01 % đến 1,0 %, như nêu tại 12.1.1 và 12.1.2.

12.1.1 **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, với 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.

Hàm lượng nước từ 0,0 % đến 0,1 %, xem Hình 3.

Hàm lượng nước lớn hơn 0,1 %, độ lặp lại là không đổi tại 0,08.

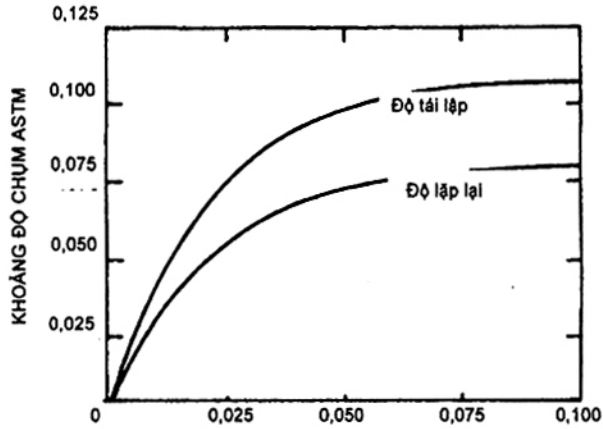
12.1.2 **Độ tái lập** - Sự chênh lệch giữa hai kết quả đơn lẻ và độc lập thu được do các thí nghiệm viên khác nhau tiến hành ở những phòng thử nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử, trong

### TCVN 9791:2013

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.

Hàm lượng nước từ 0,0 % đến 0,1 %, xem Hình 3.

Hàm lượng nước lớn hơn 0,1 %, độ tái lập là không đổi tại 0,11.



HÀM LƯỢNG NƯỚC TRUNG BÌNH XÁC ĐỊNH THEO PHƯƠNG PHÁP CHỨNG CÁT, TÍNH BẰNG PHẦN TRĂM

Hình 3 – Độ chụm cơ bản của cặn và nước

**Phụ lục A**

(quy định)

**Cảnh báo**

**A.1 Xylen**

**A.1.1** Tránh xa nguồn nhiệt, tia lửa và ngọn lửa trần.

**A.1.2** Giữ bình đóng kín.

**A.1.3** Đảm bảo thông thoáng tốt.

**A.1.4** Tránh hít thở hơi hoặc hơi sương của xylen.

**A.1.4** Tránh tiếp xúc lâu và nhiều lần với da.

## Phụ lục B

(tham khảo)

### B.1 Độ chụm và độ chệch của các phương pháp thử xác định nước trong dầu thô

#### B.1.1 Tóm tắt

**B.1.1.1** Chương trình thử nghiệm liên phòng đã cho thấy trên thực tế phương pháp thử chưng cất phần nào đó chính xác hơn phương pháp ly tâm. Hiệu chỉnh trung bình đối với phương pháp chưng cất bằng khoảng 0,06, trong khi đó phương pháp ly tâm bằng khoảng 0,10. Tuy nhiên sự hiệu chỉnh không phải là không đổi cũng không phải là tương quan tốt với nồng độ đo được.

**B.1.1.2** Có sự cải tiến nhỏ trong độ chụm của phương pháp chưng cất so với phương pháp hiện hành TCVN 2692 (ASTM D 95 (API MPMS Chương 10.5)): 0,08 so với 0,1 đối với độ lặp lại và 0,11 so với 0,2 đối với độ tái lập. Các số liệu này có thể áp dụng được cho hàm lượng nước từ 0,1 % đến 1 %; mức lớn nhất được nghiên cứu trong chương trình này.

**B.1.1.3** Độ chụm của phương pháp ly tâm là kém hơn so với phương pháp chưng cất: độ lặp lại khoảng 0,12 và độ tái lập là 0,28.

#### B.1.2 Giới thiệu

**B.1.2.1** Trên quan điểm xem xét tầm quan trọng về mặt kinh tế của phép đo hàm lượng nước của dầu thô một cách chặt chẽ và chính xác, nhóm công tác của ban kỹ thuật liên kết API/ASTM về xác định Dầu mỏ (COSM) đã tiến hành hai phương pháp xác định nước trong dầu thô. Phương pháp chưng cất TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5) và phương pháp ly tâm TCVN 6779 (ASTM D 1796) (API MPMS Chương 10.6) đã được đánh giá trong chương trình này. Cả hai phương pháp đã được sửa đổi đôi chút để cố gắng cải thiện độ chụm và độ chệch.

#### B.1.3 Thực nghiệm

**B.1.3.1** Các mẫu – Có bảy mẫu dầu thô được cấp để thử nghiệm trong chương trình này:

Dầu thô	Nguồn
San Ardo	Texaco
Arabian light	Mobil
Alaskan	Williams Pipe Line
Arabian heavy	Exxon
Minas	Texaco
Fosterton	Koch Industries
Nigerian	Gulf

Bằng cách loại hết nước hoặc cho các lượng nước đã biết vào các dầu nêu trên, 21 mẫu đã được chuẩn bị để thử nghiệm. Mỗi loại dầu thô được đại diện bởi ba mức nồng độ nước. Toàn bộ dải nồng độ đã được nghiên cứu là từ 0 % đến 1,1 % nước. Các giá trị dự kiến này được sử dụng để xác định độ chính xác của qui trình.

### B.1.3.2 Chuẩn bị mẫu

**B.1.3.2.1** Các mẫu dầu chứa trong các thùng nhận được từ các nhà cung cấp. Sau khi khuấy trộn, lăn và lật, từ mỗi thùng lấy hai mẫu 18,892 L (5-gal) và một mẫu 250 mL. Dầu thô Minas được gia nhiệt đến 66 °C (150 °F) từ trong thùng cho đến khi có thể lấy mẫu ra. Các mẫu 250 mL của từng loại dầu, như khi nhận, được sử dụng để thiết lập trường hợp cơ bản về hàm lượng nước. Từng mẫu được phân tích theo TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5), để xác định hàm lượng nước. Các điểm bắt đầu này được nêu tại Bảng B.1.1.

**Bảng B.1.1 – Trường hợp cơ sở – Hàm lượng nước của dầu thô**

Dầu thô	H <sub>2</sub> O, %
San Ardo	0,90
Arabian light	0,15
Alaskan	0,25
Arabian heavy	0,10
Minas	0,50
Fosterton	0,30
Nigerian	<0,05

Bảng B.1.2 – Hàm lượng nước của các mẫu dầu thô

Nguồn dầu thô	H <sub>2</sub> O, %		
	Tìm được	Cho vào	Dự kiến
San Ardo	0,90	0	0,90
		đã khô	0,0
		đã khô + 0,4	0,40
Arabian light	0,15	0	0,15
		0,10	0,25
		0,90	1,05
Alaskan	0,25	0	0,25
		0,20	0,45
		0,80	1,05
Arabian heavy	0,10	0	0,10
		đã khô	0,0
		đã khô + 0,1	0,10
Minas	0,50	0	0,50
		0,10	0,60
		0,50	1,00
Fosterton	0,30	0	0,30
		0,20	0,50
		0,80	1,10
Nigerian	0,05	0	<0,05
		0,40	0,45
		0,80	0,85

**B.1.3.2.2** Để có được các mẫu "không-nước" của dầu thô, một mẫu 18,927 L (5-gal) của từng bộ mẫu của hai loại dầu thô đã được chưng cất trên dải nhiệt độ từ nhiệt độ ban đầu đến nhiệt độ hơi bằng 148,9 °C (300 °F). Quá trình chưng cất này đã được thực hiện sử dụng cột 15 đĩa lý thuyết với tỷ lệ dòng hồi lưu là 1:1.

**B.1.3.2.3** Các mẫu thêm nước có nồng độ nước đã biết được thực hiện sử dụng nước biển tổng hợp như nêu tại ASTM D 665. Quá trình khuấy trộn và đồng nhất được thực hiện bằng máy khuấy tĩnh. Toàn bộ danh mục mẫu và hàm lượng nước dự kiến được nêu tại Bảng B.1.2.

**B.1.3.2.4** Các mẫu dành cho từng cộng tác viên được đóng chai sao cho toàn bộ mẫu được sử dụng cho phép thử. Theo cách này, các ảnh hưởng do lắng, phân tầng của nước được loại trừ.



**B.1.3.2.5** Các mẫu được mã hóa để che dấu mẫu kép và bảng các số ngẫu nhiên được dùng để ấn định thứ tự các phép thử.

**B.1.3.2.6** Các phòng thử nghiệm đã tham gia là:

Chevron Reseach Co.

Exxon Reseach and Engineering Co.

Mobil Reseach and Development Corp.

Texaco, Inc.

Shell

Charles martin, inc.

Gulf Reseach and Development Co.

**B.1.3.3 Thay đổi của phép thử** – Các phương pháp thử cơ sở nghiên cứu đã được thay đổi chút ít để cố gắng cải thiện hiệu quả của phép thử. Các thay đổi như sau:

**B.1.3.3.1 TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5)** – Cỡ mẫu được chuẩn hóa là 200 g và thể tích dung môi được tăng lên để duy trì tỷ lệ nguyên bản của dung môi/mẫu.

**B.1.3.3.2 TCVN 6779 (ASTM D 1796) (API MPMS Chương 10.6)** – Thiết bị ly tâm được gia nhiệt (giữ sát tại 60 °C (140 °F)) và sử dụng chất khử nhũ tương là bắt buộc. Quy định dùng ống ly tâm loại 20,32 cm (8 in.). Toluene hòa với nước tại 60 °C (140 °F) là dung môi duy nhất cho phép. Chất khử nhũ tương được khuyến dùng là Tret-O-lite, F65\*.

## **B.1.4 Kết quả và giải thích**

### **B.1.4.1 Độ chính xác**

**B.1.4.1.1** Độ chính xác và độ chệch được xác định bằng sát giá trị đo được với "giá trị đúng". Vì không có sẵn phương pháp thử tuyệt đối độc lập để xác định giá trị đúng này cho các mẫu, do vậy phải sử dụng một số biện pháp khác. Có hai sự lựa chọn cần xem xét:

(1) Lựa chọn một phòng thử nghiệm và một phương pháp thử là "hệ thống chuẩn" và xác định các kết quả này là giá trị đúng, hoặc

(2) Pha các mẫu với các nồng độ nước đã biết. Sự chênh lệch giữa các mẫu gốc và các mẫu không pha có thể được so sánh với lượng nước cho vào đã biết để xác định độ chệch (chính xác). Cả hai cách tiệm cận này đã được xem xét trong nghiên cứu này.

**B.1.4.1.2** Do Phương pháp API MPMS Chương 10.4 xác định phương pháp thử cơ sở là kết hợp các phương pháp TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5) và TCVN 9790 (ASTM

---

\* Tret-O-Lite F65 được sử dụng trong thử nghiệm round-robin, có nhiều chất khử nhũ trên thị trường có ích.

**TCVN 9791:2013**

D 473) (API MPMS Chương 10.1), nên người ta quyết định là các số liệu thu được bằng phương pháp TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5) trong một phòng thử nghiệm sẽ là "giá trị đúng". Bảng B.1.3 đưa ra giá trị dự kiến so sánh với giá trị trung bình của từng mẫu sử dụng nguyên tắc này. Điều này có thể thấy rằng cả hai phương pháp thử đều có độ chệch thấp. Tuy nhiên phương pháp chưng cất TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5) cho thấy độ chệch ít hơn phương pháp ly tâm. Do độ chệch không giống nhau giữa các phòng thử nghiệm (Bảng B.1.4), nên không thể khuyến cáo áp dụng một hệ thống số hiệu chỉnh trong các phương pháp thử đã nêu. Xử lý số liệu thu thập được cho thấy phương pháp ly tâm xét trung bình cho các kết quả khoảng 0,06 % thấp hơn so với các kết quả của phương pháp chưng cất. Các độ chệch tương ứng là -0,13 cho phương pháp ly tâm và -0,07 cho phương pháp chưng cất.

**Bảng B.1.3 – Xác định nước trong dầu thô, % H<sub>2</sub>O**

Dự kiến	Chưng cất	Ly tâm
0,90	0,90	0,79
0,0	0,04	0,05
0,40	0,42	0,021
0,15	0,10	0,12
0,25	0,21	0,13
1,05	0,86	0,78
0,25	0,21	0,14
0,45	0,39	0,32
1,05	0,92	0,98
0,10	0,11	0,04
0,0	0,06	0,02
0,10	0,18	0,10
0,50	0,45	0,34
0,60	0,53	0,47
1,00	0,96	0,97
0,30	0,18	0,07
0,50	0,33	0,20
1,10	0,86	0,77
0,05	0,02	0,01
0,45	0,35	0,32
0,85	0,65	0,65

Bảng B.1.4 – Hiệu chỉnh áp dụng cho các giá trị đo được để nhận được hàm lượng nước “đúng”

Phương pháp thử	Phòng thử nghiệm	Hiệu chỉnh
TCVN 6779 (ASTM D 1796) (API MPMS Chương 10.6) Ly tâm	C	+ 0,152 ± 0,095
	E	+ 0,029 ± 0,125
	M	+ 0,196 ± 0,135
	T	+ 0,196 ± 0,100
	S	+ 0,160 ± 0,122
	I	+ 0,116 ± 0,126
	G	+ 0,121 ± 0,115
	Trung bình	+ 0,132
TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5) Chưng cất	C	+ 0,777 ± 0,082
	E	+ 0,048 ± 0,078
	M	+ 0,082 ± 0,077
	T	+ 0,064 ± 0,079
	S	+ 0,077 ± 0,107
	I	+ 0,061 ± 0,112
	G	+ 0,072 ± 0,096
	Trung bình	+ 0,069

**B.1.4.1.3** Độ chệch được đánh giá một cách tin cậy hơn nếu chỉ xét đối với các mẫu đã được cho thêm nước. Trong trường hợp này, so sánh chênh lệch đo được giữa các mẫu không pha nước và các mẫu pha nước với lượng nước thực tế đã cho thêm vào các mẫu sẽ cho biết độ chệch. Bảng B.1.5. đưa ra các số liệu để so sánh cho từng mẫu. Các số liệu này cho thấy độ chệch của phương pháp ly tâm đã được cải thiện đôi chút, trong khi độ chệch của phương pháp chưng cất vẫn như cũ. Sự chênh lệch giữa hai phương pháp hiện nay là 0,04 không phải là 0,06. Lưu ý rằng độ chệch là lớn nhất cho cả hai phương pháp khi hàm lượng nước cao hơn.

Bảng B.1.5 – Độ chệch của các phương pháp xác định từ các mẫu có pha nước

Nước cho vào <sup>A</sup> , %	TCVN 2692 (ASTM D95) (API MPMS Chương 10.5)		TCVN 6779 (ASTM D1796) (API MPMS Chương 10.6)	
	Tìm được	$\Delta$	Tìm được	$\Delta$
0,10	0,10	0	0,05	-0,05
0,10	0,08	-0,02	0,00	-0,10
0,10	0,10	0	0,10	0
0,20	0,16	-0,04	0,16	-0,04
0,20	0,15	-0,05	0,12	0,00
0,40	0,39	-0,01	0,16	-0,24
0,40	0,33	-0,07	0,30	-0,10
0,50	0,49	-0,01	0,52	+0,02
0,80	0,70	-0,10	0,73	-0,07
0,80	0,70	-0,10	0,70	-0,10
0,80	0,64	-0,16	0,63	-0,17
0,90	0,76	-0,14	0,69	-0,21
Trung bình		-0,06		-0,10

<sup>A</sup> Bảng các lượng nước cho vào biểu thị cho các loại dầu thô khác nhau

#### B.1.4.2 Độ chụm

**B.1.4.2.1** Để xác định độ chụm của các phép thử, các số liệu đã được tiến hành phân tích theo các hướng dẫn của ASTM công bố tại Báo cáo Nghiên cứu RR:D02-1007, "Sổ tay xác định các số liệu độ chụm cho các phương pháp thử ASTM đối với các sản phẩm dầu mỏ" (1973).

**B.1.4.2.2** Có bảy phòng thử nghiệm đã tham gia chương trình thử nghiệm liên phòng. Cặn và nước đã được xác định trên 21 mẫu kép của dầu thô theo phương pháp chưng cất TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5) và phương pháp ly tâm TCVN 6779 (ASTM D 1796) (API MPMS Chương 10.6). Các số liệu chưa xử lý được nêu tại Bảng B.1.6.

**B.1.4.3 Kiểm tra các số lạc** – Các qui trình để loại bỏ các số lạc được khuyến nghị tại ASTM RR:D02-1007, "Sổ tay xác định các số liệu độ chụm cho các phương pháp thử ASTM đối với các sản phẩm dầu mỏ và dầu bôi trơn" đã được áp dụng.

**B.1.4.3.1 Phương pháp chưng cất** – Bảng sau đây liệt kê các giá trị lạc bị loại bỏ và các giá trị thay thế:

Phòng thử nghiệm	Mẫu	Giá trị bị loại	Giá trị thay thế
1	14	0,75	0,53
3	3	0,35; 0,54	0,445
2	11	0,34	0,06
6	13	0,66	0,45
6	15	1,37	0,85

**B.1.4.3.2 Phương pháp ly tâm**

(1) Các số liệu của phòng thử nghiệm số 5 đã bị loại bỏ toàn bộ vì đã sử dụng các ống ly tâm sai kích cỡ (theo thư của, Shell Oil gửi đến E.N. Davis, cc: Tom Hewitt, 9 tháng 2, 1979). Các phép kiểm tra thống kê cho thấy các số liệu của phòng thử nghiệm số 5 không cùng tập hợp như các số liệu của các phòng thử nghiệm còn lại.

(2) Các số liệu của phòng thử nghiệm số 2 cũng bị nghi ngờ và chúng cũng không cùng tập hợp như các số liệu của các phòng thử nghiệm còn lại. Tuy nhiên các số liệu của phòng thử nghiệm số 2 cho thấy đã rất sát so với các mức nước thực tế đã cho vào các mẫu. Vì vậy, người ta lưỡng lự giữa việc bỏ hay không bỏ các số liệu của phòng thử nghiệm số 2. Để thỏa hiệp độ chụm đã được tính theo cả hai phương án có tính đến và không tính đến số liệu của phòng thử nghiệm số 2. Bảng sau đây liệt kê các giá trị lạc bị loại bỏ và các giá trị thay thế khi các kết quả của phòng thử nghiệm số 2 được giữ lại:

Phòng thử nghiệm	Mẫu	Giá trị bị loại	Giá trị thay thế
2	2	0,19	0,05
2	7	0,42	0,20
2	21	0,85	0,61
6	6	0,65	0,85
6	15	1,59; 1,44	0,922

Bỏ qua các kết quả của phòng thử nghiệm số 2 thì chỉ có các kết quả của phòng thử nghiệm số 6 được nêu ở bảng trên là bị loại bỏ.

**B.1.4.4 Tính toán độ lặp lại và độ tái lập** – Độ lặp lại và độ tái lập thu được bằng cách xây dựng đường cong sự phụ thuộc của độ chụm tương ứng các kết quả trên từng mẫu so với giá trị trung bình của từng mẫu. Phương trình có dạng:

$$S = Ax(1 - e^{-bx}) \quad (\text{B.1.1})$$

trong đó

**TCVN 9791:2013**

$S$  = độ chụm;

$x$  = giá trị trung bình của mẫu

$A$  và  $b$  là hằng số.

Phương trình (B.1.1) cho thấy là phù hợp nhất với các số liệu. Các giá trị của  $A$  và  $b$  không đổi đã tính được bằng phép phân tích hồi quy của phương trình logarit tuyến tính:

$$\log S = \log A / \log (1 - e^{-bx}) \quad (\text{B.1.2})$$

**B.1.4.4.1** Độ lệch chuẩn của độ lặp lại đối với từng mẫu được tính từ các độ lệch theo từng cặp của tất cả các cặp chung cho các phòng thử nghiệm. Độ lệch chuẩn của độ tái lập được tính từ độ lệch của các giá trị trung bình của từng cặp. Độ lệch này bằng tổng của hai độ lệch, độ lệch  $\sigma_L^2$  do sự chênh lệch giữa các phòng thử nghiệm và độ lệch do sai số độ tái lập  $\sigma_r^2$  chia cho số lượng các mẫu kép:

$$\sigma_L^2 = \sigma_r^2/n + \sigma_L^2 \quad (n = 2) \quad (\text{B.1.3})$$

Sử dụng các số liệu tính được ở trên cho từng mẫu, tính được các giá trị như liệt kê dưới đây cho các hằng số trong phương trình B.1.1:

**Phương pháp chung cất****7 phòng thử nghiệm**

	<b>Độ lặp lại</b>	<b>Độ tái lập</b>
Hằng số		
$b$	47,41	47,41
$A$	0,2883	0,0380

**Phương pháp ly tâm****6 phòng thử nghiệm**

	<b>Độ lặp lại</b>	<b>Độ tái lập</b>
Hằng số		
$b$	11,23	11,23
$A$	0,0441	0,1043

**5 phòng thử nghiệm**

	<b>Độ lặp lại</b>	<b>Độ tái lập</b>
Hằng số		
$b$	17,87	17,87
$A$	0,0437	0,0658

Để chuyển đổi về độ lặp lại và độ tái lập xác định theo ASTM, các giá trị của độ chụm tính được theo Phương trình B.1.1 được nhân với 2,828 ( $2 \times \sqrt{2}$ ).

**B.1.4.4.2** Các đồ thị độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp chưng cất trong dải hàm lượng nước từ 0 % đến 0,09 % được thể hiện trên Hình B.1.1. Các số liệu này cũng được lập thành bảng tại Bảng B.1.7. Các đồ thị độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp ly tâm trong dải hàm lượng nước từ 0 % đến 0,2 % được thể hiện trên Hình B.1.2 (trường hợp năm phòng thử nghiệm) và Hình B.1.3 (trường hợp sáu phòng thử nghiệm).

**B.1.4.4.3** Đối với các mức nước cao hơn, giới hạn độ lặp lại và độ tái lập là:

**Độ lặp lại**

Phương pháp	Dải nồng độ, %	Giá trị, %
Chưng cất	≥ 0,085	0,08
Ly tâm (trường hợp năm phòng thử nghiệm)	≥ 0,155	0,12
Ly tâm (trường hợp sáu phòng thử nghiệm)	≥ 0,235	0,12

**Độ tái lập**

Phương pháp	Dải nồng độ, %	Giá trị, %
Chưng cất	≥ 0,085	0,105
Ly tâm (trường hợp năm phòng thử nghiệm)	≥ 0,325	0,19
Ly tâm (trường hợp sáu phòng thử nghiệm)	≥ 0,315	0,29

**B.1.4.4.4** Cần phải chỉ ra rằng tại các mức nước thấp nhất, "các công bố" độ chụm đối với một vài phép phân tích không cho phép bất kỳ cặp kết quả nào được coi là nghi ngờ, vì khoảng của độ chụm vượt gấp hai lần giá trị trung bình. Ví dụ, trên Hình B.1.1, độ lặp lại tại 0,03 % nước là 0,061 %. Không thể có sự chênh lệch bằng hơn 0,06 mà giá trị trung bình là 0,03. Như vậy, một cặp của 0,00 và 0,06 là có thể chấp nhận được.

**B.1.4.4.5** Các phân tích về độ lệch đã được thực hiện trên các số liệu không tính đến hàm số giữa mức nước và độ chụm. Các độ lặp lại và độ tái lập tìm được là:

Phương pháp	Độ lặp lại	Độ tái lập
Chưng cất (bảy phòng thử nghiệm)	0,08	0,11
Ly tâm (sáu phòng thử nghiệm)	0,12	0,28

**B.1.4.4.6** Các giá trị này phần lớn chính xác bằng các giá trị giới hạn thu được theo cách suy từ đường cong.

**Bảng B.1.6 – Các kết quả thử nghiệm liên phòng về nước trong dầu thô theo  
TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5) và  
TCVN 6779 (ASTM D 1796) (API MPMS Chương 10.6)**

<b>Phương pháp chưng cất TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5)</b>																					
Phòng thử nghiệm	Các mẫu																				
	1	9	15	6	18	2	11	19	3	8	13	14	17	20	21	4	5	7	10	12	16
1	0,86	0,90	0,91	0,91	0,88	0,00	0,02	0,00	0,40	0,39	0,46	0,75	0,25	0,35	0,67	0,10	0,15	0,20	0,16	0,13	0,18
	0,86	0,92	0,92	0,86	0,85	0,01	0,02	0,02	0,39	0,40	0,46	0,53	0,38	0,33	0,66	0,09	0,21	0,21	0,20	0,13	0,15
2	0,90	0,94	0,99	0,90	0,90	0,05	0,34	0,04	0,43	0,40	0,48	0,53	0,39	0,35	0,70	0,09	0,25	0,25	0,18	0,11	0,20
	0,91	0,94	1,00	0,92	0,90	0,06	0,06	0,04	0,48	0,40	0,47	0,58	0,36	0,30	0,69	0,11	0,24	0,25	0,19	0,14	0,20
3	0,80	0,94	0,98	0,85	0,90	0,05	0,00	0,00	0,35	0,38	0,45	0,43	0,35	0,33	0,65	0,07	0,20	0,23	0,18	0,05	0,15
	0,85	0,94	0,98	0,83	0,90	0,02	0,03	0,00	0,54	0,40	0,43	0,55	0,33	0,33	0,65	0,10	0,15	0,23	0,15	0,07	0,16
4	0,93	0,92	0,89	0,90	0,88	0,07	0,02	0,00	0,42	0,40	0,42	0,52	0,35	0,35	0,66	0,10	0,19	0,23	0,18	0,10	0,20
	0,93	0,90	0,91	0,89	0,90	0,07	0,02	0,04	0,42	0,39	0,43	0,52	0,33	0,35	0,67	0,10	0,20	0,19	0,16	0,11	0,19
5	0,87	0,88	0,87	0,86	0,86	0,07	0,07	0,05	0,39	0,41	0,42	0,51	0,23	0,39	0,65	0,11	0,21	0,21	0,21	0,16	0,20
	0,86	0,92	0,83	0,80	0,80	0,07	0,09	0,04	0,39	0,40	0,37	0,47	0,35	0,35	0,60	0,12	0,20	0,24	0,24	0,18	0,16
6	0,98	0,94	0,85	0,79	0,74	0,04	0,02	0,00	0,58	0,39	0,45	0,44	0,36	0,38	0,61	0,11	0,24	0,23	0,20	0,07	0,24
	1,01	0,94	1,37	0,84	0,89	0,01	0,00	0,01	0,48	0,80	0,66	0,56	0,30	0,39	0,66	0,13	0,25	0,24	0,21	0,05	0,18
7	0,91	0,88	0,97	0,85	0,80	0,05	0,01	0,01	0,42	0,40	0,41	0,53	0,34	0,36	0,64	0,05	0,18	0,18	0,15	0,18	0,18
	0,97	0,92	1,03	0,84	0,80	0,02	0,13	0,01	0,39	0,35	0,45	0,47	0,35	0,38	0,65	0,15	0,20	0,23	0,15	0,11	0,15
<b>Phương pháp ly tâm TCVN 6779 (ASTM D 1796) (API MPMS Chương 10.6)</b>																					
Phòng thử nghiệm	Các mẫu																				
	1	9	15	6	18	2	11	19	3	8	13	14	17	20	21	4	5	7	10	12	16
1	0,82	0,90	0,87	0,80	0,70	0,05	0,02	0,00	0,23	0,25	0,38	0,48	0,19	0,27	0,65	0,02	0,07	0,05	0,03	0,02	0,02
	0,79	0,89	0,88	0,81	0,74	0,05	0,02	0,02	0,23	0,31	0,35	0,41	0,17	0,29	0,61	0,02	0,06	0,06	0,03	0,02	0,04
2	1,03	1,09	1,06	0,74	0,95	0,19	0,07	0,00	0,19	0,40	0,50	0,58	0,38	0,45	0,61	0,15	0,20	0,20	0,20	0,06	0,20
	0,88	1,11	1,12	0,74	1,00	0,06	0,05	0,00	0,31	0,43	0,58	0,60	0,34	0,50	0,85	0,21	0,37	0,42	0,17	0,06	0,04
3	0,65	0,80	0,90	0,70	0,70	0,07	0,00	0,00	0,10	0,30	0,30	0,42	0,06	0,20	0,60	0,02	0,02	0,07	0,02	0,00	0,02
	0,60	0,85	0,90	0,60	0,70	0,07	0,00	0,02	0,10	0,34	0,40	0,50	0,10	0,20	0,45	0,02	0,02	0,12	0,02	0,00	0,02
4	0,73	0,95	0,88	0,85	0,80	0,00	0,00	0,00	0,18	0,27	0,33	0,46	0,15	0,30	0,63	0,00	0,10	0,10	0,05	0,00	0,05
	0,79	1,00	0,90	0,75	0,70	0,00	0,00	0,00	0,16	0,27	0,40	0,45	0,15	0,27	0,55	0,00	0,05	0,13	0,05	0,00	0,05
5	0,69	1,55	0,51	0,87	0,83	0,01	0,03	0,03	0,18	0,21	0,16	0,30	0,21	0,39	0,72	0,75	0,13	0,01	0,21	0,03	0,05
	0,76	1,10	0,87	0,93	0,41	0,01	0,05	0,02	0,30	0,54	0,20	0,07	0,19	0,01	0,69	0,06	0,11	0,02	0,09	0,03	0,12
6	0,72	0,75	1,59	0,85	0,65	0,07	0,05	0,05	0,35	0,33	0,25	0,52	0,20	0,45	0,75	0,05	0,15	0,05	0,05	0,05	0,05
	0,86	0,90	1,44	0,65	0,65	0,09	0,05	0,05	0,32	0,25	0,38	0,52	0,25	0,38	0,80	0,10	0,10	0,13	0,10	0,05	0,10
7	0,88	1,00	0,85	0,85	0,70	0,00	0,00	0,05	0,15	0,20	0,30	0,40	0,25	0,23	0,63	0,10	0,18	0,25	0,20	0,00	0,18
	0,90	0,85	0,80	0,80	0,80	0,00	0,00	0,05	0,10	0,35	0,30	0,35	0,13	0,25	0,60	0,18	0,20	0,30	0,15	0,00	0,10



Bảng B.1.7 – Các khoảng độ chụm ASTM: TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5) (7 PTN)

Nước, %	Độ lặp lại	Độ tái lập	Nước, %
0,000	0,000	0,000	0,000
0,005	0,017	0,023	0,005
0,010	0,030	0,041	0,010
0,015	0,041	0,055	0,015
0,020	0,049	0,066	0,020
0,025	0,056	0,075	0,025
0,030	0,061	0,082	0,030
0,035	0,065	0,087	0,035
0,040	0,068	0,091	0,040
0,045	0,071	0,095	0,045
0,050	0,073	0,097	0,050
0,055	0,074	0,100	0,055
0,060	0,075	0,101	0,060
0,065	0,076	0,103	0,065
0,070	0,077	0,104	0,070
0,075	0,078	0,104	0,075
0,080	0,078	0,105	0,080
0,085	0,079	0,106	0,085
0,090	0,079	0,106	0,090
0,095	0,079	0,106	0,095
0,100	0,079	0,107	0,100
0,105	0,079	0,107	0,105
0,110	0,080	0,107	0,110
0,115	0,080	0,107	0,115
0,120	0,080	0,107	0,120
0,125	0,080	0,107	0,125
0,130	0,080	0,107	0,130

### B.1.5 Kết luận và khuyến nghị

**B.1.5.1** Các số liệu nhận được từ chương trình thử nghiệm liên phòng của bảy phòng thử nghiệm về phép đo cặn và nước theo phương pháp chưng cất TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5) và phương pháp ly tâm TCVN 6779 (ASTM D 1796) (API MPMS Chương 10.6) của 21 mẫu dầu thô đã được tiến hành xác định. Các kết luận như sau:

#### B.1.5.1.1 Phương pháp chưng cất

(1) Độ chụm là tương quan với hàm lượng nước đến khoảng 0,08 % nước.

## TCVN 9791:2013

(2) Trong dải từ 0,01 đến 0,08 độ lặp lại thay đổi từ 0,020 đến 0,078 và độ tái lập từ 0,041 đến 0,105.

(3) Với hàm lượng nước lớn hơn 0,1 %, độ lặp lại là 0,08 và độ tái lập là 0,11.

### B.1.5.1.2 Phương pháp ly tâm

(1) Độ lặp lại tương quan với hàm lượng nước đến khoảng 0,2 % và độ tái lập đến khoảng 0,3 %.

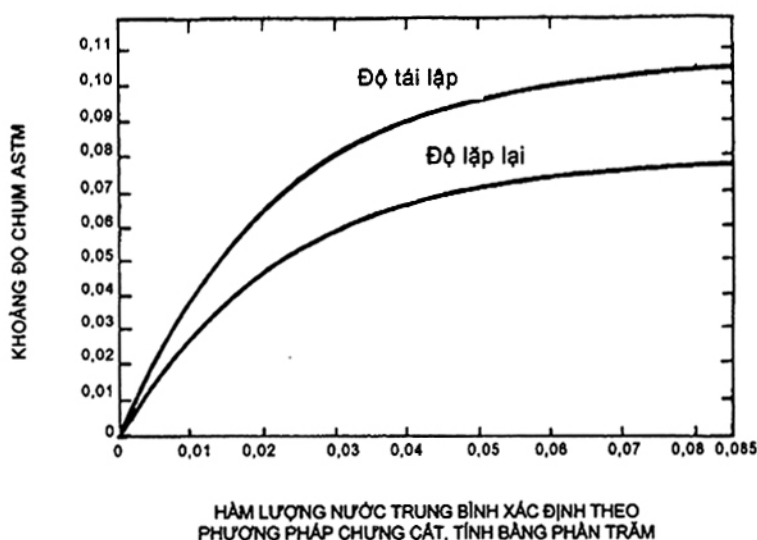
(2) Trong dải hàm lượng nước từ 0,01 đến 0,2 độ lặp lại thay đổi từ 0,01 đến 0,11 và trong dải từ 0,02 đến 0,3 độ tái lập thay đổi từ 0,03 đến 0,28.

### B.1.5.2 Khuyến nghị:

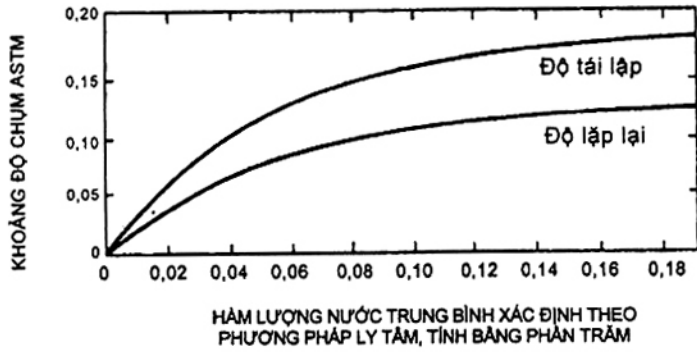
**B.1.5.2.1** Độ chụm cần được biểu thị bằng đồ thị trong dải mà tại đó độ chụm thay đổi theo hàm lượng nước.

**B.1.5.2.2** Độ chụm được biểu thị theo qui định nếu độ chụm là không đổi.

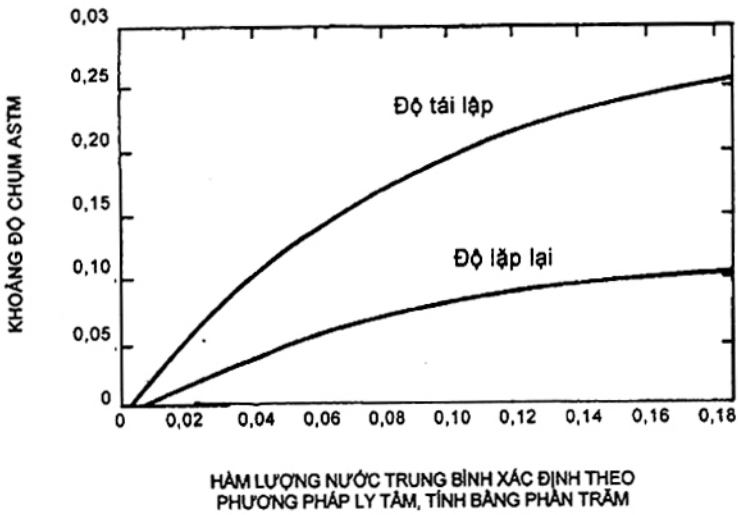
**B.1.5.3** Xét trên cơ sở phương pháp có độ chệch thấp hơn và độ chụm tốt hơn, phương pháp chưng cất TCVN 2692 (ASTM D 95 (API MPMS Chương 10.5)) được khuyến nghị là phương pháp thử qui định để sử dụng trong các trường hợp có tính quyết định/tới hạn.



**Hình B.1.1 – Độ chụm cơ bản của cặn nước đối với phương pháp chưng cất TCVN 2692 (ASTM D 95) (API MPMS Chương 10.5) (Trên cơ sở bày phòng thử nghiệm)**



Hình B.1.2 – Độ chụm cơ bản của cặn nước đối với phương pháp ly tâm TCVN 6779 (ASTM D 1796) (API MPMS Chương 10.6) (Trên cơ sở năm phòng thử nghiệm)



Hình B.1.3 – Độ chụm cơ bản của cặn nước đối với phương pháp ly tâm TCVN 6779 (ASTM D 1796) (API MPMS Chương 10.6) (Trên cơ sở sáu phòng thử nghiệm)