

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 3753 : 2007

ASTM D 97 – 05a

Xuất bản lần 3

**SẢN PHẨM DẦU MỎ – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH
ĐIỂM ĐÔNG ĐẶC**

Petroleum products – Test method for determination of pour point

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 3753 : 2007 thay thế TCVN 3753 : 1995.

TCVN 3753 : 2007 tương đương ASTM D 97 – 05a
Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products.

TCVN 3753 : 2007 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn 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.

Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định điểm đông đặc

Petroleum products – Test method for determination of pour point

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này áp dụng cho tất cả các loại sản phẩm dầu mỏ. Điều 8.8 mô tả qui trình thích hợp áp dụng cho sản phẩm tối màu, dầu xylanh và dầu đốt lò không chưng cất. Phương pháp xác định tính lưu động của dầu đốt lò cặn tại nhiệt độ xác định được nêu trong Phụ lục A.

1.2 Hiện nay tiêu chuẩn TCVN 3753 (ASTM D 97) không qui định phương pháp xác định điểm đông đặc tự động.

1.3 Hiện nay có một số tiêu chuẩn ASTM khác về xác định điểm đông đặc sử dụng thiết bị thử tự động. Không tiêu chuẩn nào có số hiệu tiêu chuẩn giống tiêu chuẩn này. Khi sử dụng thiết bị tự động trong phép thử, thì báo cáo số hiệu tiêu chuẩn đó kèm theo kết quả thử. Xác định điểm đông đặc của dầu thô theo ASTM D 5853.

1.4 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 khoẻ cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng

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).

ASTM D 117 Guide for sampling - Test methods and specification for electrical insulating oils of petroleum origin (Hướng dẫn lấy mẫu - Qui định kỹ thuật và phương pháp thử đối với dầu cách điện từ gốc dầu mỏ).

ASTM D 396 Specification for fuel oils (Yêu cầu kỹ thuật đối với dầu đốt lò (FO)).

TCVN 3753 : 2007

ASTM D 1659 Test methods for maximum fluidity temperature of residual fuel oils (Phương pháp xác định nhiệt độ chảy lớn nhất của dầu đốt lò cận).

ASTM D 2500 Test methods for cloud point of petroleum products (Phương pháp xác định điểm vẩn đục của sản phẩm dầu mỏ).

ASTM D 3245 Test methods for pumpability of industrial fuel oils (Phương pháp xác định khả năng bơm của dầu đốt lò công nghiệp).

ASTM D 5853 Test methods for pour point of crude oils (Phương pháp xác định điểm đông đặc của dầu thô).

ASTM E 1 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers (Nhiệt kế thủy tinh ASTM – Yêu cầu kỹ thuật)

Specification for IP standard thermometers (Nhiệt kế tiêu chuẩn IP – Yêu cầu kỹ thuật)

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1 Thuật ngữ:

3.1.1 Dầu tối màu (Black oil)

Dầu nhờn chứa vật liệu có tính atphan. Sử dụng các loại dầu tối màu cho các thiết bị có công suất lớn (nặng) khi cần có độ bám dính cao như khai thác mỏ, khai thác đá.

3.1.2 Dầu xylanh (Cylinder stock)

Dầu dùng cho các loại xylanh động cơ được bôi trơn riêng, ví dụ như dùng cho xylanh trong động cơ hơi nước, máy nén khí. Dầu xylanh cũng sử dụng bôi trơn cho van và các chi tiết khác trong khối xylanh.

3.1.3 Điểm đông đặc (Pour point)

Điểm đông đặc của sản phẩm dầu mỏ là nhiệt độ thấp nhất mà tại đó quan sát thấy sự chuyển dịch của mẫu thử dưới những điều kiện cho trước của phép thử.

3.1.4 Nhiên liệu cận (Residual fuel)

Nhiên liệu lỏng chứa cận còn lại từ phần chưng cất dầu thô hoặc cận của quá trình cracking nhiệt, đôi khi còn gọi là dầu nặng.

3.1.4.1 Giải thích – Nhiên liệu cận bao gồm nhiên liệu đốt lò (FO) loại 4, 5 và 6, theo ASTM D 396.

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Sau khi gia nhiệt sơ bộ, làm nguội mẫu với tốc độ xác 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 là điểm đông đặc.

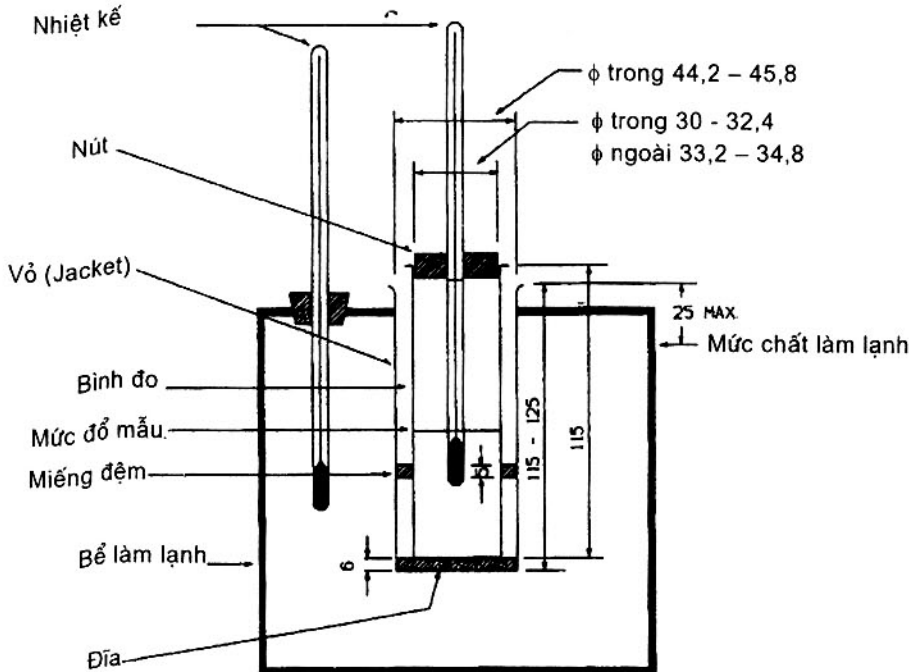
5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Điểm đông đặc của mẫu dầu là một chỉ số về nhiệt độ thấp nhất để ứng dụng trong thực tế.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 *Bình đo*, hình trụ, bằng thủy tinh trong, đáy bằng, đường kính ngoài khoảng 33,2 mm đến 34,8 mm và cao 115 mm đến 125 mm. Đường kính trong của bình nằm trong khoảng 30,0 mm đến 32,4 mm, sao cho chiều dày thành bình không được lớn hơn 1,6 mm. Bình phải có vạch để đánh dấu chiều cao mẫu 54 mm ± 3 mm kể từ đáy bên trong bình. Xem Hình 1.

Kích thước tính bằng milimét (không tỷ lệ)



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

TCVN 3753 : 2007

6.2 *Nhiệt kế*, phù hợp với các yêu cầu qui định đã nêu trong ASTM E 1 và có các dải đo dưới đây:

Nhiệt kế	Nhiệt độ	Số của nhiệt kế	
	Dải đo	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

6.2.1 Đôi khi xảy ra hiện tượng phân ly cột chất lỏng trong nhiệt kế và có thể không phát hiện được sự phân ly đó, do vậy phải kiểm tra nhiệt kế ngay trước mỗi phép thử, và chỉ sử dụng các nhiệt kế này nếu đảm bảo độ chính xác trong khoảng ± 1 °C (ví dụ điểm đóng băng).

6.3 *Nút lie*, vừa với bình đo, có lỗ ở giữa để cắm nhiệt kế.

6.4 *Vỏ bọc*, không thấm nước, hình trụ, bằng kim loại, đáy bằng; vỏ bọc có chiều cao khoảng 115 mm \pm 3 mm, có đường kính trong bằng từ 44,2 mm đến 45,8 mm. Vỏ bọc được đặt theo chiều thẳng đứng trong bể làm lạnh (xem 6.7) sao cho phần nhô ra khỏi chất làm lạnh không lớn hơn 25 mm, và có thể làm sạch dễ dàng.

6.5 *Đĩa đệm* bằng lie hoặc nỉ, dày 6 mm, đặt vừa trong vỏ bọc.

6.6 *Vòng đệm*, dày khoảng 5 mm vừa khít vòng quanh bên ngoài bình đo và hơi lỏng bên trong vỏ bọc. Vòng đệm này có thể 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. Mục đích của vòng đệm này là để ngăn ngừa bình đo tỳ vào vỏ bọc.

6.7 *Một bể hoặc nhiều bể*, có khả năng duy trì được các nhiệt độ cần thiết, có giá đỡ chắc chắn để giữ vỏ bọc ở vị trí thẳng đứng. Duy trì nhiệt độ cần thiết của bể bằng máy làm lạnh, nếu có, hoặc bằng hỗn hợp làm lạnh thích hợp. Thông thường sử dụng các hỗn hợp làm lạnh để hạ nhiệt độ sau:

	Để nhiệt độ xuống đến
Nước đá và nước;	9 °C
Nước đá nghiền và các tinh thể muối natri clorua::	-12 °C
Nước đá nghiền và các tinh thể muối canxi clorua;	-27 °C
Axeton hoặc naphta dầu mỏ (xem phần 6) được làm lạnh đến -12 °C trong cốc kim loại có nắp đậy chứa hỗn hợp muối-băng, sau đó dùng một lượng cacbon dioxit rắn vừa đủ để có nhiệt độ mong muốn.	-57 °C

7 Thuốc thử và vật liệu

7.1 Các dung môi sau có cấp tinh khiết kỹ thuật phù hợp cho vật liệu trong bể nhiệt độ thấp.

7.1.1 *Aceton*, (**Chú ý** – Rất dễ bắt lửa).

7.1.2 *Alcohol, Etanol* (**Chú ý** – Dễ bắt lửa).

7.1.3 *Alcohol, Metanol*, (**Chú ý** – Dễ bắt lửa. Hơi có tính độc).

7.1.4 *Naphta dầu mỏ*, (**Chú ý** – Dễ cháy. Hơi có tính độc).

7.1.5 *Cacbon dioxit rắn*, (**Chú ý** – Rất lạnh $-78,5\text{ }^{\circ}\text{C}$).

8 Cách tiến hành

8.1 Rót mẫu vào bình đo đến vạch mức hoặc đến mức. Khi cân, gia nhiệt mẫu trong bể nước đến khi dầu đủ lỏng thì rót vào bình đo.

CHÚ THÍCH 1 Nên biết rằng một vài loại vật liệu khi được gia nhiệt đến nhiệt độ cao hơn $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong khoảng 24 giờ trước khi thử, không cho các kết quả điểm đông đặc giống như khi bảo quản tại nhiệt độ phòng trong 24 giờ trước khi tiến hành thử. Ví dụ các vật liệu nhạy cảm với quá trình diễn biến nhiệt là các loại nhiên liệu cặn, dầu tối màu và dầu xylanh.

8.1.1 Các loại nhiên liệu cặn, dầu tối màu và dầu xylanh đã được gia nhiệt đến nhiệt độ cao hơn $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong khoảng 24 giờ trước, hoặc nếu không biết quá trình diễn biến nhiệt của các mẫu này thì phải bảo quản chúng tại nhiệt độ phòng 24 giờ trước khi tiến hành thử. Nếu thí nghiệm viên đã biết là các mẫu này không nhạy với diễn biến nhiệt thì không cần bảo quản các mẫu này tại nhiệt độ phòng 24 giờ trước khi tiến hành thử.

8.1.2 Bằng chứng thực nghiệm về việc cho phép loại bỏ chu kỳ đợi 24 giờ cho một vài loại mẫu được ghi trong báo cáo nghiên cứu.

8.2 Đậy bình đo bằng nút lie đã cấm nhiệt kế dùng đo điểm đông đặc cao (6.2). Trong trường hợp điểm đông đặc cao hơn $36\text{ }^{\circ}\text{C}$, sử dụng nhiệt kế có dải đo cao như IP 63C hoặc ASTM 61C. 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 sao cho đầu mao quản nằm dưới bề mặt mẫu 3 mm.

8.3 Đối với phép đo điểm đông đặc, mẫu trong bình đo cần được xử lý sơ bộ như sau:

8.3.1 *Mẫu có điểm đông đặc trên $-33\text{ }^{\circ}\text{C}$* – Không khuấy, gia nhiệt mẫu đến nhiệt độ trên điểm đông đặc dự kiến $9\text{ }^{\circ}\text{C}$, nhưng ít nhất là $45\text{ }^{\circ}\text{C}$, nhiệt độ trong bể duy trì trên điểm đông đặc dự kiến $12\text{ }^{\circ}\text{C}$,

TCVN 3753 : 2007

nhưng đảm bảo ít nhất là 48 °C. Chuyển bình đo vào bể nước duy trì ở nhiệt độ 24 °C và bắt đầu quan sát điểm đông đặc.

8.3.2 Mẫu có điểm đông đặc bằng và thấp hơn -33 °C - Gia nhiệt mẫu, không khuấy, đến 45 °C trong bể được duy trì ở nhiệt độ 48 °C và làm nguội mẫu đến 15 °C trong bể nước duy trì nhiệt độ ở 6 °C. Tháo bỏ nhiệt kế đo điểm đông đặc và điểm vẫn đục cao ra và đặt vào đó là nhiệt kế đo điểm đông đặc và điểm vẫn đục thấp.

8.4 Kiểm tra độ sạch và khô của đĩa đệm, vòng đệm và bên trong bình đo. Đặt đĩa vào đáy của vỏ bọc. Lắp vòng đệm quanh bình đo ở vị trí cách đáy 25 mm. Lồng bình đo vào vỏ bọc. Không được đặt bình đo trực tiếp vào chất làm lạnh.

8.5 Sau khi mẫu đã được làm lạnh đủ để tạo ra các tinh thể sáp parafin, hết sức 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 thấp và không chính xác.

8.6 Các điểm đông đặc được biểu thị bằng số nguyên và là bội số dương hoặc âm của 3 °C. Bắt đầu là kiểm tra ngoại quan của mẫu, khi nhiệt độ của mẫu là 9 °C cao hơn điểm đông đặc dự kiến (ước lượng theo bội số của 3 °C.). Tại mỗi phép thử, số đọc nhiệt kế là bội số của 3 °C dưới nhiệt độ bắt đầu, tháo bình đo ra khỏi vỏ bọc. Để làm mất hơi ẩm ngưng tụ hạn chế khả năng quan sát, dùng vải sạch thấm cồn (etanol hoặc metanol) lau sạch bề mặt bình. Nghiêng bình đo vừa đủ để xem chắc chắn là có sự chuyển động của mẫu trong bình đó hay không. Toàn bộ thao tác tháo, lau và lắp lại bình không được vượt quá 3 giây.

8.6.1 Nếu mẫu vẫn chảy khi nhiệt độ đã đạt tới 27 °C thì chuyển bình đo vào bể tiếp theo có nhiệt độ thấp hơn, theo qui định sau:

Mẫu đang ở + 27 °C, chuyển sang bể 0 °C

Mẫu đang ở + 9 °C, chuyển sang bể -18 °C

Mẫu đang ở -6 °C, chuyển sang bể -33 °C

Mẫu đang ở -24 °C, chuyển sang bể -51 °C

Mẫu đang ở -42 °C, chuyển sang bể -69 °C

8.6.2 Ngay khi nghiêng bình, mẫu trong bình đo không chảy, giữ bình đo nằm ngang trong vòng 5 giây, đo bằng đồng hồ bấm giây chính xác và quan sát kỹ. Nếu có bất kỳ chuyển động nào 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.

8.7 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 giây, mẫu trong bình đo không chảy. Ghi số đọc quan sát được trên nhiệt kế.

8.8 Đối với dầu tối màu, dầu xylanh và mẫu nhiên liệu không chưng cất, khi tiến hành đo theo qui trình đã mô tả từ 8.1 đến 8.7 thì kết quả thu được là điểm đông đặc trên (cực đại). Nếu cần thiết, xác định điểm đông đặc dưới (cực tiểu) bằng cách vừa khuấy vừa làm nóng mẫu đến 105 °C, rót mẫu vào bình đo, và xác định điểm đông đặc như đã mô tả từ 8.4 đến 8.7.

8.9 Một vài tiêu chuẩn kỹ thuật cho phép đánh giá phép thử đạt/không đạt, hoặc nhiệt độ tại điểm đông đặc không chia hết cho 3 °C. Trong trường hợp đó, đo điểm đông đặc theo qui trình sau: Bắt đầu kiểm tra ngoại quan mẫu khi nhiệt độ của mẫu cao hơn nhiệt độ đông đặc tiêu chuẩn qui định là 9 °C. Tiếp tục quan sát tại các khoảng nhiệt độ là 3 °C, như mô tả tại 8.6 và 8.7 cho đến khi đạt được nhiệt độ đông đặc tiêu chuẩn qui định. Báo cáo kết quả là mẫu đạt hoặc không đạt tiêu chuẩn.

9 Tính toán và báo cáo kết quả

9.1 Cộng 3 °C vào nhiệt độ đã ghi được ở 8.7 và báo cáo đó là điểm đông đặc, TCVN 3753 (ASTM D 97). Đối với dầu tối màu v.v... cộng 3 °C vào nhiệt độ đã ghi được ở 8.7 và báo cáo đó là điểm đông đặc trên theo TCVN 3753 (ASTM D 97), hoặc điểm đông đặc dưới theo TCVN 3753 (ASTM D 97), tùy theo yêu cầu.

10 Độ chụm và độ lệch

10.1 Dầu bôi trơn, dầu chưng cất và dầu FO cặn

10.1.1 Độ lặp lại - Sự chênh lệch 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 3 °C. Các chênh lệch lớn hơn đều coi là không tin cậy.

10.1.2 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 thí 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 6 °C. Các chênh lệch lớn hơn đều coi là nghi ngờ.

10.2 Độ lệch – không có nguyên tắc để xác định độ lệch của các tổ hợp sản phẩm – thử này, nên tiêu chuẩn này không xác định được độ lệch.

TCVN 3753 : 2007

10.3 Các qui định về độ chụm được xây dựng trên cơ sở mười mẫu dầu khoáng bôi trơn chưa qua sử dụng và mười sáu mẫu dầu đốt lò FO, các mẫu này do mười hai đơn vị cộng tác thực hiện. Các mẫu dầu khoáng bôi trơn có điểm đông đặc nằm trong khoảng từ $-48\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $-6\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong khi dầu FO có điểm đông đặc nằm trong khoảng từ $-33\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $+51\text{ }^{\circ}\text{C}$. các số liệu về độ chụm đã thu được như sau:

	Dầu bôi trơn khoáng	Dầu FO
Độ tin cậy 95 %		
Độ tái lập	2,87	2,52
Độ lặp lại	6,43	6,59

Phụ lục A
(tham khảo)

Phương pháp xác định độ chảy của dầu FO cặn tại nhiệt độ qui định

A.1 Phương pháp xác định độ chảy của dầu FO cặn tại nhiệt độ qui định

A.1.1 Qui định chung

A.1.1.1 Các tính chất về dòng chảy ở nhiệt độ thấp của dầu sáp phụ thuộc vào điều kiện bảo quản và tồn chứa. Do vậy các tính chất này có thể không thể hiện đúng qua điểm đông đặc. Phép xác định điểm đông đặc không chỉ ra hiện tượng gì xảy ra khi dầu có cột áp suất đáng kể phía sau, như khi đang rút từ bồn chứa hoặc được bơm theo đường ống. Thông thường tại điểm đông đặc, nhiên liệu không chảy là do sự tách sáp từ nhiên liệu, tuy nhiên cũng có thể do ảnh hưởng của độ nhớt nếu dầu quá nhớt. Ngoài ra quá khứ gia nhiệt cho mẫu cũng ảnh hưởng đến điểm đông đặc của dầu cặn. Khi làm lạnh dầu, màng sáp xốp được tạo thành, màng này thường dễ bị vỡ khi chịu tác động áp suất tương đối nhỏ.

A.1.1.2 Ích lợi của phép thử điểm đông đặc đối với dầu FO cặn đang được nghiên cứu, và xu hướng là điểm đông đặc lấy theo giới hạn nhiệt độ, mà tại đó dòng nhiên liệu chảy có thể bị nhầm lẫn. Việc qui định chính xác phương pháp bảo quản dầu FO là rất quan trọng, ngoài ra, do các hạn chế về kỹ thuật của phép thử điểm đông đặc, mà các phép thử về khả năng bơm đã được nghiên cứu để đánh giá các tính chất đặc trưng của dòng chảy ở nhiệt độ thấp của dầu FO cặn này. Tiêu chuẩn ASTM D 3245 là một trong các phương pháp đó. Tuy nhiên, phần lớn các phương pháp thử đều tốn thời gian và do vậy chúng không được chấp nhận như là các phép thử kiểm tra hàng ngày về các thuộc tính chất của dòng chảy ở nhiệt độ thấp. Có một phương pháp khá nhanh và dễ thực hiện đã được chấp nhận tương đối là phương pháp "đạt - không - đạt", phương pháp này được xây dựng trên cơ sở tiêu chuẩn cũ ASTM D 1659-65. Phương pháp được mô tả như sau:

A.1.2 Phạm vi áp dụng

A.1.2.1 Phương pháp này xác định khả năng chảy của dầu FO cặn tại nhiệt độ qui định trong điều kiện khi nhận.

A.1.3 Định nghĩa

A.1.3.1 Nhiệt độ chảy - Khi tiến hành thử mẫu trong điều kiện như khi nhận được coi là "chất lỏng tại nhiệt độ của phép thử" nếu chất lỏng này chảy 2 mm trong 1 phút trong ống chữ U 12,5 mm dưới áp suất lớn nhất bằng 152 mm thủy ngân.

TCVN 3753 : 2007

A.1.4 Tóm tắt phép thử

A.1.4.1 Làm lạnh mẫu nhiên liệu khi nhận tại nhiệt độ qui định trong 30 phút trong ống tiêu chuẩn chữ U, và tiến hành xác định sự dịch chuyển dưới điều kiện áp suất đã nêu.

A.1.5 Ý nghĩa và áp dụng

A.1.5.1 Có thể sử dụng phương pháp này như qui trình "đạt - không - đạt" trong các tình huống vận hành, mà điều cần thiết ở đây là xác định độ chảy của dầu cặn trong điều kiện đã nêu khi nhận mẫu. Các điều kiện nêu trong tiêu chuẩn này mô phỏng lại các điều kiện khi bơm, với dự kiến là có dòng chảy qua ống 12 mm dưới điều kiện có áp suất nhẹ tại nhiệt độ qui định. Độ chảy, như phương pháp TCVN 3753 (ASTM D 97), được sử dụng để xác định các đặc tính của dòng nguội. Tuy nhiên phương pháp này cũng khác so với TCVN 3753 (ASTM D 97) ở chỗ: (1) Phương pháp chỉ giới hạn cho dầu FO cặn và (2) cung cấp cho mẫu một áp suất cho trước. Việc sử dụng áp suất là một sự cố gắng khắc phục các hạn chế về mặt kỹ thuật của phương pháp xác định điểm đông đặc, trong đó dòng chảy do trọng lực là một tiêu chí. Tiêu chuẩn ASTM D 3245 nêu một phương pháp khác để dự kiến cách thực hiện ngoài hiện trường trong điều kiện dòng nguội. Tuy nhiên tiêu chuẩn ASTM D 3245 cũng có những hạn chế và có thể không hợp khi sử dụng với loại dầu FO quá nhiều sáp, dầu bị đông đặc quá nhanh trong thùng lạnh, do vậy khó có được số đọc trong điều kiện thử. Phương pháp này cũng tốn nhiều thời gian, không phù hợp với việc thử nghiệm hàng ngày.

A.1.6 Thiết bị và dụng cụ

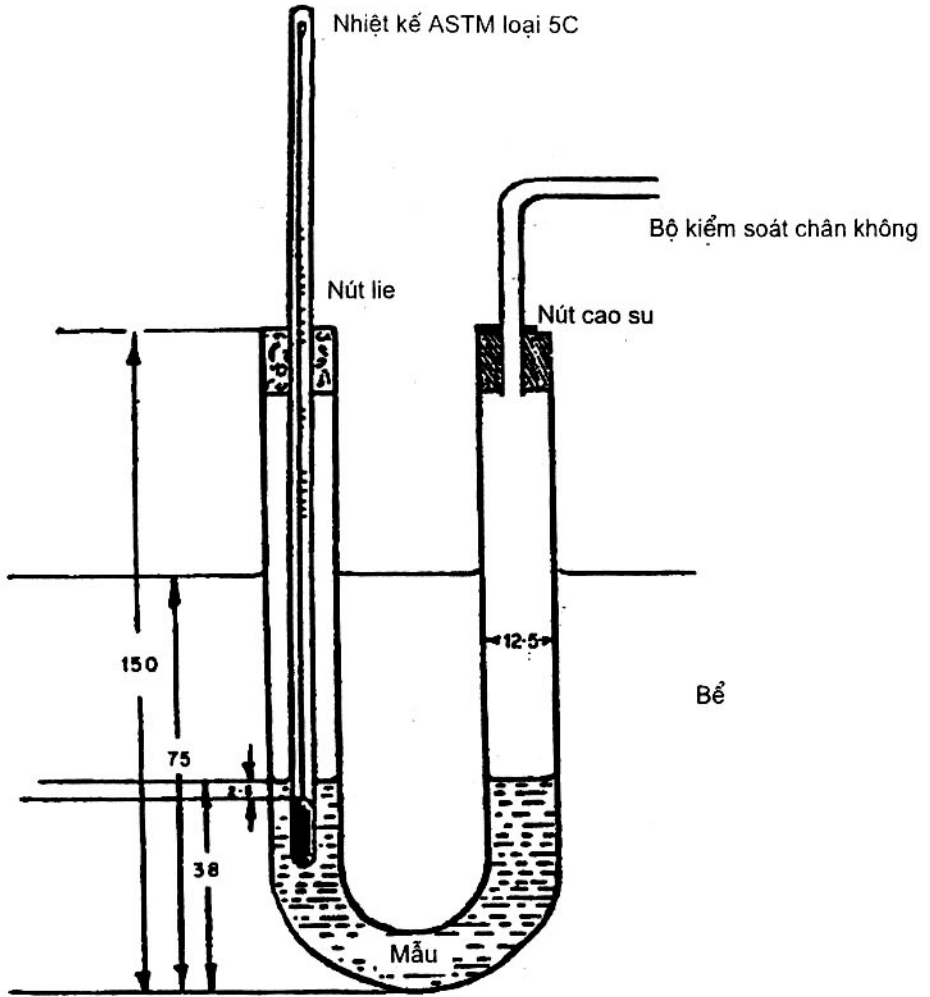
A.1.6.1 Ống thủy tinh chữ U, cao 150mm, có đường kính trong đồng nhất bằng $12,5 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ và bán kính đường uốn cong, khi đo đường cong ngoài của ống bằng 35 mm (Hình A.1.1).

A.1.6.2 Nhiệt kế – Dùng nhiệt kế có dải đo từ $-38 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $+50 \text{ }^\circ\text{C}$ và phù hợp với các yêu cầu của loại nhiệt kế 5C, như qui định trong ASTM E 1 (hoặc loại tương đương), nhiệt kế này được cắm vào ống chữ U để đo nhiệt độ bể.

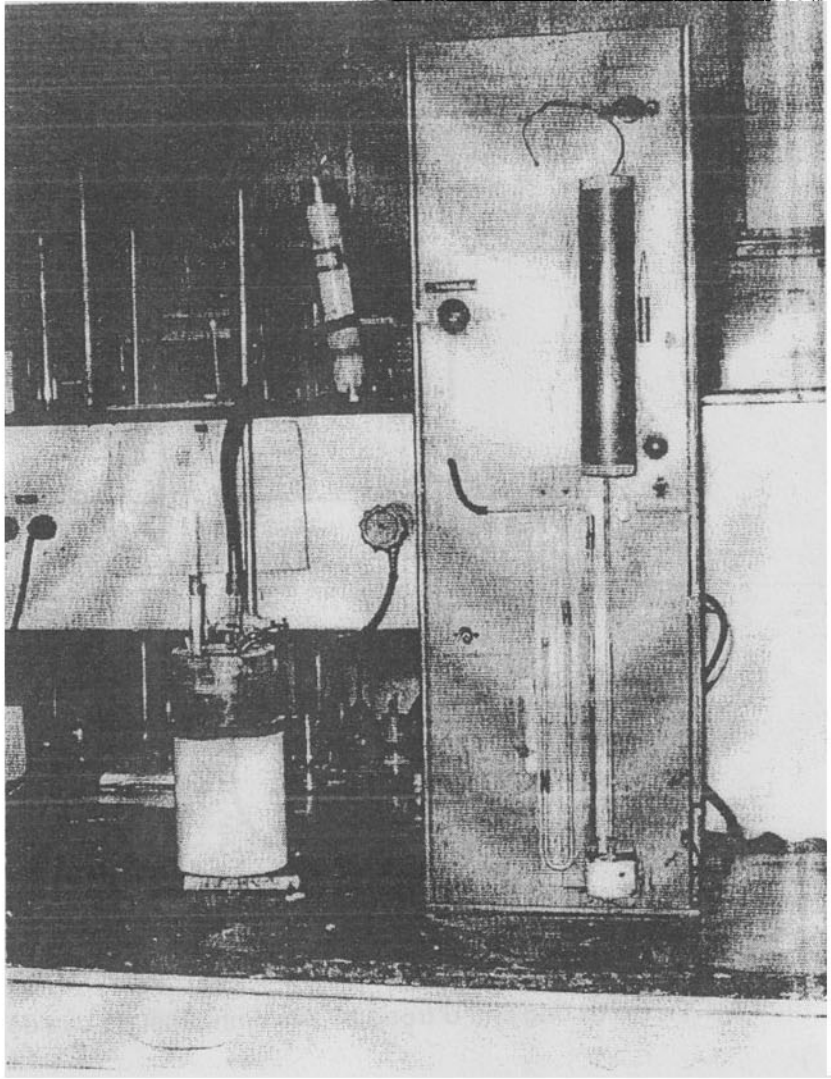
A.1.6.3 Bể xác định nhiệt độ của độ chảy, bao gồm khoang chứa, bộ khuấy, motor và máy bơm để luân chuyển chất làm lạnh qua ống xoắn đặt dưới đáy bể thông sang bể lạnh. Dòng chất làm lạnh được kiểm soát bằng máy điều nhiệt và van solenoid. Điều này cho phép sử dụng cùng lúc nhiều bể thử nghiệm cho nhiều mức nhiệt độ (Hình A.1.2).

A.1.6.4 Áp kế thủy ngân được hiệu chuẩn cho các vạch chia 10 mm và có vạch mức tại 152 mm (tương đương với 20,3 kPa).

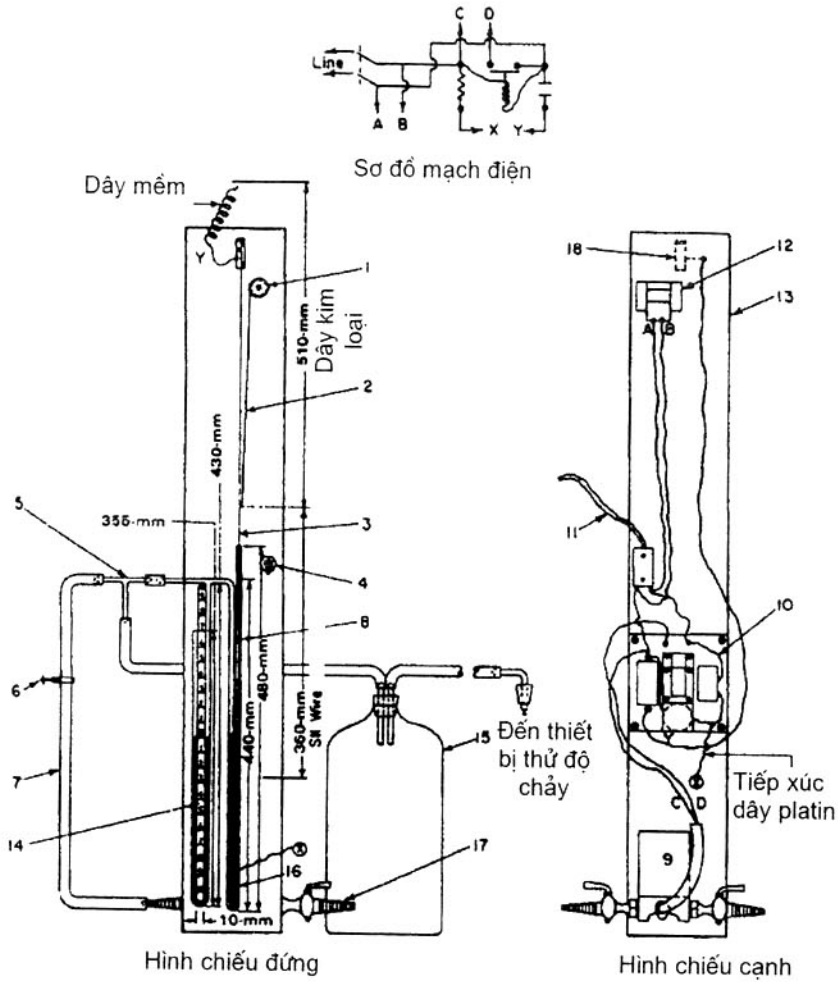
A.1.6.5 Bộ kiểm soát chân không tự động (như trên Hình A.1.3 và Hình A.1.4 - Thiết bị đưa áp suất tăng đều vào một đầu ống chữ U với tốc độ qui định bằng 10 mm/4S.



Hình A.1.1 – Bố trí ống chữ U trong bể xác định nhiệt độ của độ chảy

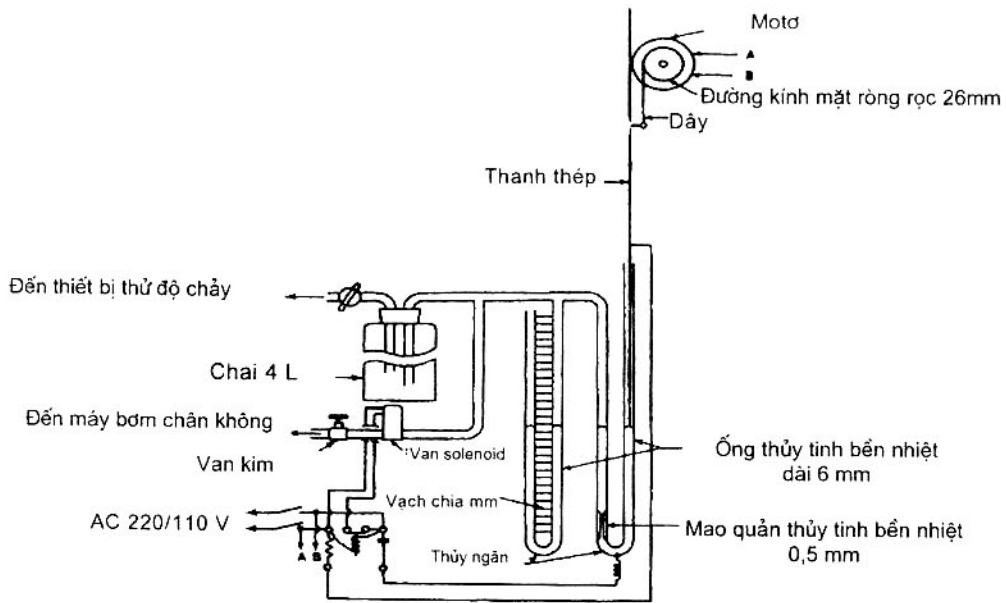


Hình A.1.2 – Thiết bị xác định nhiệt độ của độ cháy



- | | |
|---------------------------------------|---|
| 1. Đường kính mặt rỗng rọc bằng 26 mm | 11. Dây điện đầu ra |
| 2. Dây | 12. Motor đồng bộ |
| 3. Thanh kim loại | 13. Gỗ dán, dày khoảng 10 mm |
| 4. Công tắc | 14. Thước milimét |
| 5. Ống chữ T, dài 90 mm | 15. Chai 4 L |
| 6. Van kim | 16. Mao quản thủy tinh bền nhiệt 0,5 mm |
| 7. Ống cao su hoặc ống nhựa | 17. Đèn đường chân không |
| 8. Ống thủy tinh bền nhiệt dài 6 mm | 18. Giá đỡ thanh kim loại |
| 9. Van solenoid | |
| 10. Role điện | |

Hình A.1.3 – Lắp ráp thiết bị kiểm soát chân không tự động



Hình A.1.4 – Sơ đồ chi tiết của thiết bị kiểm soát chân không tự động

A.1.7 Chuẩn bị thiết bị

A.1.7.1 Điều chỉnh bộ kiểm soát chân không tự động như sau: Đóng van của ống nối bộ kiểm soát chân không tự động với thiết bị thử độ chảy. Sử dụng khoá kẹp trên ống cao su như là một van. Kéo dây gắn với thanh kim loại vòng quanh ròng rọc trên môđun đồng bộ đến tận đầu cuối thanh trên mức zero của thủy ngân trong áp kế kiểm tra khoảng 15 mm. Bật máy. Khi dây bắt đầu thả ra, hạ thấp thanh kim loại. Khi thanh này tiếp xúc với thủy ngân, role mở van solenoid trong dòng chân không và khí được bơm từ hệ thống với áp suất được giới hạn bằng van kim. Điều chỉnh van kim cho đến khi thủy ngân trong áp kế kiểm tra (ngay đằng trước thanh) hạ xuống, giảm sự vận hành của role đến nhỏ nhất. Nếu điều chỉnh đúng, nhịp rung do việc đóng mở van solenoid sẽ không quá ± 1 mm. Theo cách này, áp suất trong hệ thống sẽ giảm dần tại tốc độ được khống chế bằng sự hạ thấp xuống của thanh kim loại.

A.1.8 Cách tiến hành

A.1.8.1 Rót mẫu mới nhận vào ống chữ U tiêu chuẩn (đo độ chảy) sạch và khô, chú ý để mẫu để không dính vào thành ống phía trên, rót mẫu đến khi chiều cao của mẫu trong ống chữ U bằng 38 mm. Lắp nhiệt kế ASTM loại 5C vào mỗi chân ống chữ U qua nút lie đã có khe sẵn để thông khí. Nhiệt kế phải được đặt giữa ống và bầu nhiệt kế được nhúng chìm, sao cho điểm đầu của cột mao quản nằm dưới bề mặt mẫu khoảng 3 mm.

A.1.8.2 Gắn ống vào bể tại nhiệt độ qui định, ống được nhúng chìm tới độ sâu khoảng 75 mm. Kiểm soát nhiệt độ của bể trong khoảng ± 1 °C và và mẫu $\pm 0,5$ °C so với nhiệt độ qui định của phép thử.

A.1.8.3 Duy trì mẫu ở nhiệt độ qui định trong vòng 30 phút ± 30 giây cùng ống chữ U nối với bộ kiểm soát chân không tự động và đóng van hoặc nút kẹp mở cuộn dây đồng bộ với môđơ. Vận nùm điều chỉnh về vị trí ON. Bơm hút tự động vào ống với tốc độ qui định. Quan sát sự dịch chuyển của mẫu trong các khoảng thời gian một phút, đó là thời gian cần để tạo áp suất chân không 152 mmHg tại mẫu trong ống chữ U. Tháo ngay ống chữ U ra khỏi bộ kiểm soát chân không tự động, tắt điện và cuộn dây lại. Nếu trong khoảng thời gian (1 phút) bơm hút thấy mẫu đã dịch chuyển 2 mm hoặc hơn thì mẫu được coi là lỏng tại nhiệt độ của phép thử đó.

A.1.9 Báo cáo thử nghiệm

A.1.9.1 Báo cáo độ chảy của mẫu tại nhiệt độ qui định như sau:

A.1.9.1.1 Nếu mẫu thỏa mãn các điều kiện của dòng chảy như qui định trong A.1.3.1, thì báo cáo độ chảy: "Lỏng tại (nhiệt độ của phép thử) hoặc độ chảy tại (nhiệt độ của phép thử): "Đạt".

A.1.9.1.2 Nếu mẫu không thỏa mãn các điều kiện của dòng chảy như qui định trong A.1.3.1, thì báo cáo độ chảy: "Không lỏng tại (nhiệt độ của phép thử) hoặc độ chảy tại (nhiệt độ của phép thử): "Không đạt".

A.1.10 Độ chụm và độ lệch

A.1.10.1 Theo các số liệu đạt-không đạt, phương pháp này không qui định về độ chụm hoặc độ lệch cho phép đo độ chảy của mẫu nhiên liệu cặn, vì kết quả chủ yếu công bố sự phù hợp với các chuẩn cứ đánh giá đạt qui định trong qui trình này.