

TRƯỜNG ĐẠI HỌC BÁCH KHOA TP. HCM

KHOA KỸ THUẬT HÓA HỌC

BỘ MÔN CHẾ BIẾN DẦU KHÍ



THÍ NGHIỆM
CHUYÊN ĐỀ DẦU KHÍ

Năm 2017

MỤC LỤC

BÀI 01 - TỔNG HỢP BIODIESEL	3
BÀI 02 - ĐƯỜNG CHUNG CẮT ASTM.....	7
BÀI 03 - XÁC ĐỊNH ÁP SUẤT HƠI REID.....	10
BÀI 04 - XÁC ĐỊNH TỶ TRỌNG (HYDROMETER)	14
BÀI 05 - XÁC ĐỊNH TỶ TRỌNG (PICNOMETR).....	16
BÀI 06 - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NƯỚC.....	18
BÀI 07 - XÁC ĐỊNH ĐIỂM VÂN ĐỤC VÀ ĐIỂM CHẢY	20
BÀI 08 - XÁC ĐỊNH ĐIỂM CHÓP CHÁY CỐC KÍN	23
BÀI 09 - XÁC ĐỊNH ĐIỂM CHÓP CHÁY VÀ ĐIỂM BẮT CHÁY CỐC HỎ	26
BÀI 10 - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CẶN CACBON CONRADSON	29
BÀI 11 - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO	32
BÀI 12 - ĐO ĐỘ NHỚT ĐỘNG HỌC.....	34
BÀI 13 - ĐO ĐỘ ĂN MÒN MIẾNG ĐỒNG.....	37

BÀI 1- TỔNG HỢP DIESEL SINH HỌC (BIODIESEL)

I. MỤC ĐÍCH

- Giúp sinh viên hiểu rõ hơn về nhiên liệu sinh học.
- Tiếp cận phương pháp sản xuất Biodiesel truyền thống.

II. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

❖ Dụng cụ

- | | |
|----------------------------------|----------|
| - Bình cầu chịu nhiệt 3 cổ 500ml | (01 cái) |
| - Sinh hàn nước | (01 cái) |
| - Nhiệt kế 100°C | (01 cái) |
| - Ống đong thủy tinh 100ml | (02 cái) |
| - Bình chiết thủy tinh 500ml | (01 cái) |
| - Cốc thủy tinh 500ml | (01 cái) |
| - Cốc thủy tinh 250ml | (01 cái) |
| - Ca đựng nước thải 2 lít | (01 cái) |
| - Pipet 1ml | (01 cái) |
| - Bếp gia nhiệt có khuấy từ | (01 cái) |
| - Cá từ | (01 cái) |
| - Phễu thủy tinh | (01 cái) |
| - Bình nước cất | (01 cái) |

❖ **Hoá chất**

- NaOH công nghiệp.
- H_3PO_4 đậm đặc.
- Dầu thực vật.
- MeOH.

III. CÁCH TIẾN HÀNH

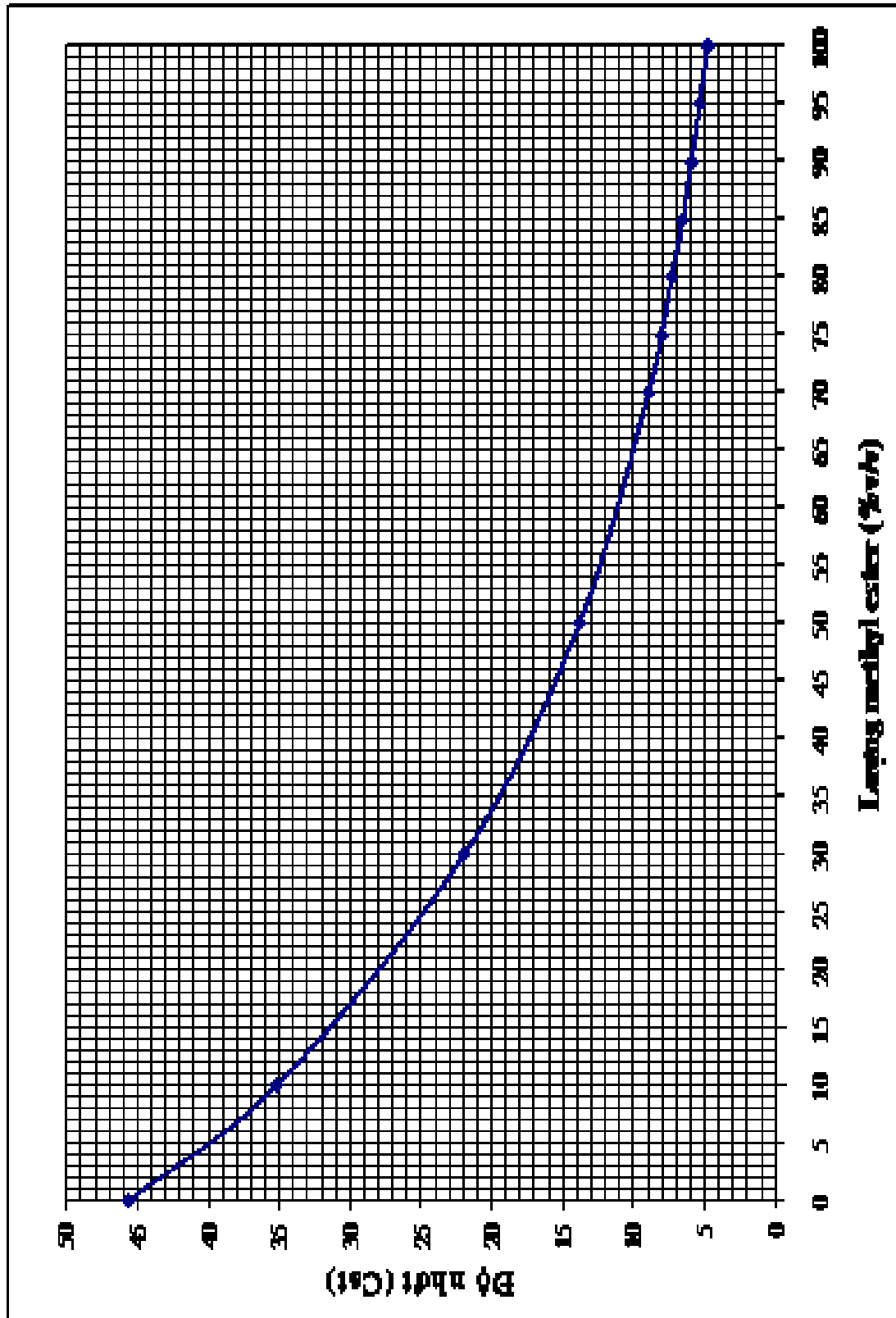
- Dùng ống đong thuỷ tinh 100ml lấy 125ml dầu thực vật cho vào bình cầu 3 cổ. Tiến hành lắp thiết bị phản ứng như hình vẽ dưới đây.



- Trong khi chờ cho nhiệt độ dầu lên 60°C , cân chính xác khoảng 0,84 (g) NaOH công nghiệp vào cốc thủy tinh 250ml sau đó cho 32ml MeOH vào. Khuấy cho NaOH tan trong MeOH. Sau khi NaOH tan hết, cho dung dịch vào bình cầu 3 cổ. Cần thận vì MeOH rất độc.
- Thực hiện phản ứng ester hóa trong 1,5 giờ. Lưu ý phải ổn định nhiệt độ 60°C .
- Sau khi phản ứng xong, cho hỗn hợp vào trong phễu chiết thủy tinh 500ml. Chờ đến khi hỗn hợp phân pha rõ ràng, chiết tách phần Glycerin.
- Trong thời gian chờ hỗn hợp phân pha rõ ràng, tiến hành chuẩn bị dung dịch H_3PO_4 dùng cho quá trình rửa Biodiesel. Dùng pipet thủy tinh 1ml hút 0,5ml H_3PO_4 đậm đặc cho vào cốc có chứa 30ml nước cất, khuấy đều, thu được dung dịch (A).
- Phần Biodiesel thô sau khi tách glycerin sẽ được đem đi rửa. Quá trình rửa được tiến hành như sau:
 - + Trước tiên Biodiesel thô được cho vào cốc thủy tinh 500ml, sau đó cho dung dịch (A) vào. Đặt cốc lên bếp từ và khuấy trong khoảng thời gian 3 phút. Sau đó cho hỗn hợp vào bình chiết thủy tinh. Phần nước nằm ở phía dưới của bình chiết sẽ được tách ra khỏi hỗn hợp.
 - + Tiến hành rửa lần thứ hai và thứ ba cũng theo quy trình như trên nhưng sử dụng nước cất thay vì dùng dung dịch (A).
- Sau khi kết thúc giai đoạn rửa, Biodiesel được sấy ở 110°C trong khoảng thời gian 1 giờ. Giữ mẫu để bài sau đo các chỉ tiêu chất lượng sản phẩm.

IV. ĐÁNH GIÁ SẢN PHẨM BIODIESEL

- Cân lượng sản phẩm thu được để đánh giá hiệu suất thu biodiesel.
- Dựa vào đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của % methyl ester trong hỗn hợp sản phẩm vào độ nhớt của hỗn hợp (xem Hình) để đánh giá khả năng chuyển hóa của triglyceride trong dầu thực vật.



Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của độ nhớt hỗn hợp theo % methyl ester trong hỗn hợp dầu.

BÀI 02 - ĐƯỜNG CHUNG CẮT ASTM (ASTM D86)

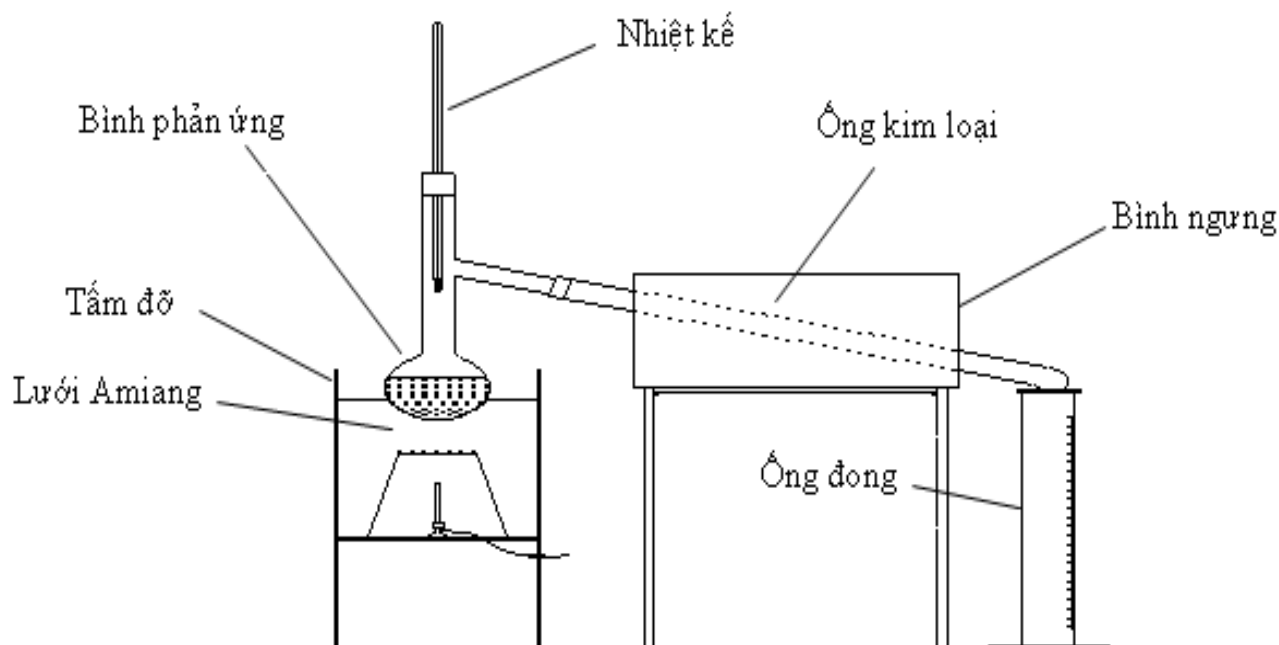
I. NGUYÊN TẮC

Đường chưng cất ASTM xác định phạm vi thành phần trong sản phẩm dầu mỏ. Qua đường cong chưng cất này sẽ đánh giá được tính bốc hơi của sản phẩm. Phương pháp đo này dựa theo tiêu chuẩn ASTM D86, được áp dụng cho hầu hết các sản phẩm của dầu mỏ (như xăng ô tô, xăng máy bay, kerosene, dầu DO, naphta, các phân cắt v.v...) ngoại trừ khí hóa lỏng và bitume.

Nguyên tắc của phương pháp là chưng cất 100ml sản phẩm trong các điều kiện quy định, quan sát và ghi nhận các nhiệt độ sôi tương ứng với các thể tích ngưng tụ thu được. Từ những số liệu này xây dựng thành đường chưng cất ASTM.

II. HỆ THỐNG THIẾT BỊ

Sơ đồ hệ thống thiết bị được mô tả như hình dưới đây.



Sơ đồ hệ thống thiết bị chưng cất theo tiêu chuẩn ASTM D86

III. CÁCH TIẾN HÀNH

1. Bộ dụng cụ chưng cất phải được rửa sạch và sấy khô trước khi tiến hành thí nghiệm. Đổ đầy nước vào bể ngưng tụ.
2. Đong 100ml mẫu thí nghiệm cho vào bình chưng cất, chú ý nghiêng bình cất để ống nhánh lên phía trên để cho khi đổ vào sản phẩm không lọt vào ống nhánh. Đậy miệng bình bằng nút Lie có cấm nhiệt kế, sao cho mép trên của bầu thủy ngân ngang với mép dưới của ống nhánh (hình vẽ).
3. Lắp bộ dụng cụ như hình vẽ. Dưới đáy bình chưng lót miếng đệm sứ. Chú ý làm kín khe hở ở các nút. Lấy bông gòn đặt lên miệng ống hứng để tránh sản phẩm bốc hơi gây hao hụt.
4. Phải đảm bảo đúng chế độ làm lạnh khi chưng cất các sản phẩm.
 - + Đối với xăng ô tô, nhiệt độ của nước trong bể làm lạnh giữ từ 0 - 5°C (bằng cách dùng hệ nước + nước đá).
 - + Đối với kerosene, xăng máy bay, dầu DO (có nhiệt độ đông đặc thấp), việc làm lạnh được thực hiện nhờ dòng nước chảy. Nước vào từ đáy bể và toát ra ở phía trên. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy sao cho nước trong bể có nhiệt độ không quá 30°C.
 - + Đối với sản phẩm có nhiệt độ đông đặc cao ($> -5^{\circ}\text{C}$) thì nhiệt độ của nước trong bể lúc ban đầu là khoảng 50°C và nâng dần lên khoảng 60 - 70°C lúc cuối chưng cất.
5. Bật bộ phận đun nóng bình chưng cất, điều chỉnh điều chỉnh tốc độ đun sao cho bắt đầu đun đến khi hứng giọt đầu tiên là 5 - 10 phút đối với xăng ô tô, 10 - 15 phút đối với xăng máy bay, kerosene, dầu DO và 10 - 20 phút đối với sản phẩm nặng hơn. Ghi lấy nhiệt độ khi giọt cất đầu tiên xuất hiện - **Điểm sôi đầu (T_d)**.
6. Sau đó lập tức đặt thành ống hứng sát vào đầu ống ngưng để sản phẩm cất chảy theo thành ống cho khỏi sóng sánh. Tiếp tục cất, quan sát và ghi các nhiệt độ tương ứng với các thể tích ngưng tụ được là 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 và 95ml. Chú ý điều chỉnh tốc độ đun nóng đặc biệt để đạt tốc độ chưng cất là 4 - 5 ml/phút (2 giọt/giây).

7. Tiếp tục đun, nhiệt độ tăng rồi giảm mặc dù trong bình cất còn một ít sản phẩm. Ghi lấy nhiệt độ cao nhất trong quá trình cất - **Điểm sôi cuối (T_c)**, và thể tích tổng hứng được - **Phần ngưng tụ (V_{ng})**.
8. Chung cất xong, tắt bộ phận đun nóng, để nguội, tháo dụng cụ. Đổ phần cặn trong bình còn lại vào ống đong 5ml, ghi lấy **thể tích phần cặn (V_c)**.

IV. KẾT QUẢ TÍNH TOÁN

Thông thường tổng thể tích phần lỏng hứng được và phần cặn là không bằng với 100ml mẫu vô lúc ban đầu. Người ta gọi thể tích phần mất mát, V_m , là

$$V_m = 100 - (V_{ng} + V_c)$$

Tức là:

$$100 = V_{ng} + V_c + V_m$$

Từ các kết quả thu được, ta dựng được đường chưng cất ASTM đã hiệu chỉnh phần mất mát cho mẫu thử nghiệm.

BÀI 03 – XÁC ĐỊNH ÁP SUẤT HƠI REID

I. PHẠM VI ÁP DỤNG

Đây là phương pháp thực nghiệm cung cấp quy trình cho việc xác định áp suất hơi cho các sản phẩm như xăng, dầu thô dễ bay hơi và những sản phẩm dầu mỏ dễ bay hơi khác.

Quy trình này được dùng cho xăng và những sản phẩm dầu mỏ khác có áp suất hơi thấp hơn 180 KPa (26 psi).

II. NGUYÊN TẮC

Áp suất hơi là một tính chất vật lý quan trọng của các chất lỏng dễ bay hơi. Phương pháp này được sử dụng để xác định áp suất hơi ở nhiệt độ 37,8°C (100°F) cho các sản phẩm dầu mỏ và dầu thô có nhiệt độ sôi đầu lớn hơn 0°C (32°F).

Áp suất hơi là một thông số rất quan trọng cho cả xăng máy bay và xe cộ. Giới hạn áp suất hơi cực đại của xăng thường được xác định dựa trên những yêu cầu về không chế mức độ ô nhiễm.

Áp suất hơi của dầu thô thì có ý nghĩa quan trọng cho việc bảo quản và chế biến.

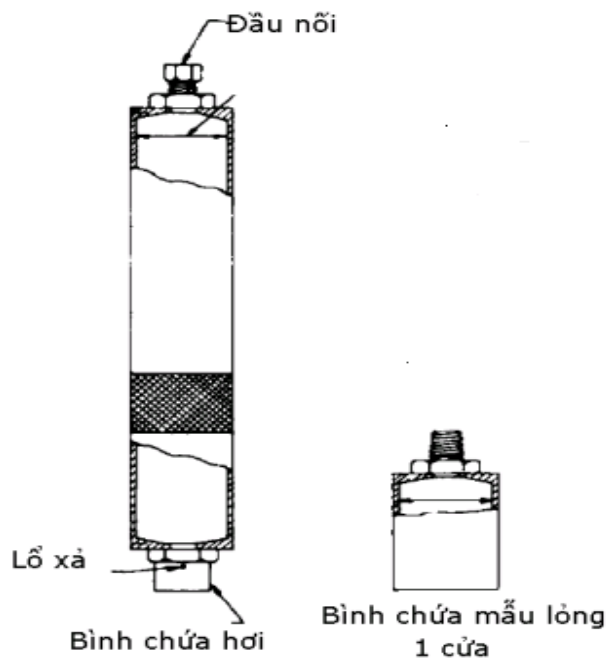
Áp suất hơi cũng là một trong những thông số gián tiếp để xác định tốc độ bay hơi của những sản phẩm dầu mỏ dễ bay hơi.

III. TÓM TẮT PHƯƠNG PHÁP

Cho mẫu đã được làm lạnh trước vào bình chứa chất lỏng của dụng cụ đo áp suất hơi. Sau đó nối với buồng hóa hơi đã được gia nhiệt trước đến 37,8°C trong bể ổn nhiệt. Ngâm toàn bộ hệ thống vào bể ổn nhiệt ở nhiệt độ 37,8°C cho đến khi áp suất quan sát được trên dụng cụ đo là không đổi. Đọc chính xác giá trị đo. Giá trị đo này gọi là áp suất hơi Reid.

IV. THIẾT BỊ ĐO

IV.1 Thiết bị đo áp suất hơi Reid



- Buồng chứa mẫu lỏng;
- Buồng chứa hơi;
- Đồng hồ đo áp;
- Bể điều nhiệt.

IV.2 Một số lưu ý trước khi làm thực nghiệm

- Phải tiến hành đúng các bước theo quy trình để tránh sai số;
- Kiểm tra đồng hồ đo áp;
- Kiểm tra sự rò rỉ;
- Phải làm sạch thiết bị trước khi đo;
- Lắp thiết bị đúng thao tác;
- Lắc mạnh thiết bị trong khi đo để đạt cân bằng ổn định.

V. QUY TRÌNH THỬ NGHIỆM

V.1 Chuẩn bị mẫu:

- Chuẩn bị bể điều nhiệt: Điều chỉnh nhiệt độ của bể điều nhiệt $37,8^{\circ}\text{C}$. Nhiệt độ này đạt được khi dùng nhiệt kế thủy ngân đo nhiệt độ của nước trong hệ thống ổn nhiệt. Mức nước trong bể điều nhiệt đạt tới gờ chảy tràn của hệ thống điều nhiệt.
- Độ chính xác của phương pháp đo áp suất hơi chịu ảnh hưởng rất lớn của cách thức bảo quản và chuẩn bị mẫu do đặc tính dễ bay hơi và làm thay đổi thành phần của mẫu.
- Dụng cụ chứa mẫu có thể tích khoảng 1 lít, mẫu được chứa đầy từ 70 – 80% thể tích.
- Các mẫu lấy ra từ bình chứa chỉ được sử dụng một lần, phần còn lại không được sử dụng cho lần đo lần thứ hai. Nếu cần thiết thì phải lấy mẫu mới.
- Bảo vệ mẫu tránh tiếp xúc với các nguồn nhiệt trước khi đo.
- Nhiệt độ bảo quản mẫu: mẫu phải được bảo quản ở điều kiện nhiệt độ từ $0 - 1^{\circ}\text{C}$.

V.2 Chuẩn bị thực nghiệm

- Mẫu chỉ được chấp nhận khi thể tích mẫu trong bình chứa mẫu từ 70 – 80% thể tích bình chứa.
- Nhúng hoàn toàn bình chứa mẫu vào bể ổn nhiệt ($0 - 1^{\circ}\text{C}$) ít nhất 10 phút.
- Nhúng buồng chứa hơi đã lắp đồng hồ đo áp vào bể ổn nhiệt ở $37,8^{\circ}\text{C}$ ít nhất là 10 phút sao cho khoảng cách từ đỉnh của buồng hơi đến bề mặt thoáng bể ổn nhiệt không thấp hơn 25,4mm.

V.3 Quy trình thực nghiệm

- Lấy bình chứa mẫu ra khỏi bể làm lạnh và không được mở nắp bình, gắn ống chuyển mẫu đã được làm lạnh vào bình chứa mẫu.
- Cho đầy mẫu vào buồng chứa mẫu lỏng. Rút ống chuyển mẫu ra khỏi buồng chứa mẫu và tiếp tục để cho mẫu chảy hết vào buồng chứa mẫu.

- Ngay lập tức di chuyển buồng chứa hơi ra khỏi bể ổn nhiệt đến buồng chứa mẫu, tránh làm đổ mẫu. Khi buồng chứa hơi được lấy ra khỏi bể ổn nhiệt thì lắp ngay vào buồng chứa mẫu tránh làm thay đổi nhiệt độ khối không khí bên trong buồng chứa hơi (37.8°C). Thời gian từ lúc lấy buồng ra khỏi bể ổn nhiệt đến khi lắp hoàn chỉnh thiết bị không được vượt quá 10s.
- Lắc mạnh thiết bị đo lên xuống theo chiều thẳng đứng khoảng 8 lần (cho phép mẫu đi vào buồng chứa hơi). Khi đồng hồ đo áp không tăng nữa thì nhúng thiết bị đo vào bể ổn nhiệt và duy trì ở $37,8 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$.
- Sau khi ngâm trong bể ổn nhiệt ít nhất 5 phút, đọc chính xác giá trị trên áp kế. Lấy thiết bị ra khỏi bể và tiếp tục tiến hành lắc như trên và ngâm lại 5 phút trước khi đọc lại kết quả. Lặp lại quy trình trên đến khi hai lần đọc kề nhau có giá trị không đổi. Đọc chính xác đến 0,25 kPa.

V.4 Chuẩn bị thiết bị cho việc kiểm tra kế tiếp

- Làm sạch phần mẫu còn lại trong buồng chứa hơi và buồng mẫu bằng nước ấm có nhiệt độ trên 32°C , lặp lại quá trình làm sạch này ít nhất 5 lần.
- Rửa sạch buồng chứa mẫu và ống chuyển mẫu bằng naphtha và tráng lại bằng axeton, sau đó sấy khô. Để buồng chứa mẫu vào bể làm lạnh hoặc tủ lạnh chuẩn bị cho lần thí nghiệm kế tiếp.

VI. KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM

Kết quả báo cáo là giá trị đọc được trên áp kế và được xem là áp suất hơi Reid.

BÀI 04 – XÁC ĐỊNH TỶ TRỌNG BẰNG TỶ TRỌNG KẾ (HYDROMETER)

I. NGUYÊN TẮC

Tỷ trọng là tỉ số giữa khối lượng riêng của một chất so với khối lượng riêng của nước nguyên chất ở nhiệt độ xác định. Trong thực tế tỷ trọng được quy về điều kiện tiêu chuẩn, tùy theo từng nước mà tỷ trọng sử dụng có thể là:

d^{20}_4 (áp dụng ở Việt Nam), d^{15}_4 hay spgr 60⁰F/60⁰F.

Có thể xác định tỷ trọng kế (phù kế – hydrometer) hay bình đo tỷ trọng (picnometer).

Theo tiêu chuẩn ASTM D 1289, áp dụng cho dầu thô và sản phẩm dầu khí ở dạng lỏng. Tỷ trọng được xác định bằng tỷ trọng kế thủy tinh. Phương pháp xác định này dựa trên nguyên tắc của sức đẩy Archimede.

II. DỤNG CỤ THÍ NGHIỆM

- Tỷ trọng kế thủy tinh
- Ống đong
- Nhiệt kế

III. CÁCH TIẾN HÀNH

- Rót nhẹ nhàng mẫu thử, tránh tạo bọt khí, vào ống đong với lượng thích hợp để sao cho tỷ trọng kế nổi khi thả vào và đọc được số. Nếu thấy có bọt khí hình thành tập trung trên bề mặt mẫu thử thì có thể sử dụng miếng giấy lọc để loại bỏ chúng đi trước khi thả phù kế.
- Cầm phía trên tỷ trọng kế rồi thả từ từ vào ống đong đựng mẫu. Tránh để mẫu thấm ướt phần không chìm của tỷ trọng kế.

- Dùng nhiệt kế khuấy mẫu liên tục. Khi nhiệt độ đạt cân bằng, ghi nhiệt độ của mẫu và lấy nhiệt kế ra.
- Kéo tỷ trọng kế lên khỏi chất lỏng khỏi 2 vạch và sau đó thả xuống. Để cho tỷ trọng kế nổi tự do, tránh chạm vào thành ống đong.
- Khi tỷ trọng kế đứng yên, đặt mắt ở vị trí thấp hơn mực chất lỏng và đưa lên từ từ cho đến khi ngang bằng với mặt thoáng của chất lỏng rồi ghi giá trị đọc được trên thang chia của tỷ trọng kế.
- Ngay sau đó, dùng nhiệt kế khuấy cẩn thận rồi ghi nhiệt độ của mẫu thử. Nếu nhiệt độ này khác với nhiệt độ trước hơn $0,5^{\circ}\text{C}$, đo lại tỷ trọng.
- Tiến hành thí nghiệm 2 lần.

Chú ý: + Nhiệt độ của ống đong, tỷ trọng kế và mẫu thử phải gần như nhau;
 + Nhiệt độ môi trường không thay đổi quá 2°C .

IV. MẪU THÍ NGHIỆM

Dầu Diesel (DO).

V. KẾT QUẢ TÍNH TOÁN

- Tính ra tỉ trọng tiêu chuẩn của mẫu thử nghiệm theo công thức sau đây:

$$d_4^{20} = d_4^t + \gamma(t - 20)$$

Trong đó:

- t là nhiệt độ của mẫu thử nghiệm khi đo.
- γ là hệ số hiệu chỉnh

BÀI 05 – XÁC ĐỊNH TỶ TRỌNG BẰNG BÌNH ĐO TỶ TRỌNG (PICOMETER)

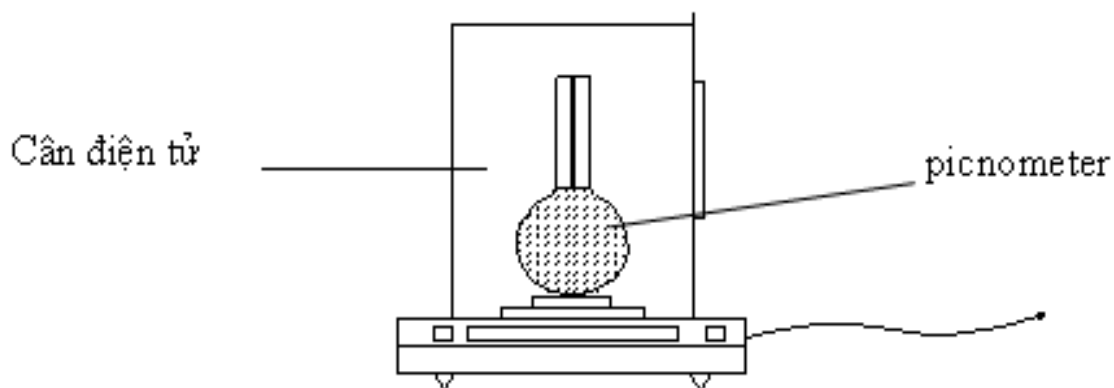
I. NGUYÊN TẮC

Phương pháp này dùng để xác định tỷ trọng của dầu thô và các sản phẩm dầu khí ở trạng thái lỏng hoặc đặc bằng bình đo tỷ trọng (Picnometer)

Nguyên tắc là xác định tỷ số giữa khối lượng riêng của mẫu và khối lượng riêng của nước được đo với cùng một thể tích tại nhiệt độ xác định.

II. DỤNG CỤ THÍ NGHIỆM

- Picnometer loại có mao quản ở nút;
- Pipet;
- Nhiệt kế chính xác;
- Cân với độ chính xác $\pm 0,001\text{g}$;
- Nước cất.



III. CÁCH TIẾN HÀNH

- Cân picnometer rỗng, đã được làm khô và sạch, với độ chính xác 0,0002g. Xác định khối lượng m_1 .
- Dùng pipet cho nước cất vào đến vào miệng picnometer đã cân. Đậy nút mao quản và dùng giấy lọc lau khô phần nước dư tràn ra phía ngoài. Rồi đem cân chính xác đến $\pm 0,0002g$. Ta được m_2 .
- Xác định nhiệt độ của mẫu nước cất.
- Đổ bỏ nước và làm khô picnometer.
- Dùng pipet lấy mẫu sản phẩm dầu mỏ cho vào picnometer trên. Đối với mẫu có độ nhớt cao và đặc, cần làm nóng mẫu ở nhiệt độ 50 - 60 °C rồi rót vào picnometer và để nguội. Tránh làm rót mẫu lên thành picnometer. Đậy nút mao quản và dùng giấy lọc thấm khô phần dầu dư tràn qua nút. Cân chính xác đến 0,0002g. Ta được m_3 .
- Xác định nhiệt độ của mẫu dầu.
- Rửa sạch và làm khô picnometer.

IV. MẪU PHÂN TÍCH

Dầu Diesel (DO).

V. KẾT QUẢ TÍNH TOÁN

- Tỷ trọng đo được của mẫu dầu xác định đo bằng picnometer ở nhiệt độ phòng được tính theo công thức:

$$d' = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1}$$

- Từ tỷ trọng đo được d' suy ra tỷ trọng chuẩn của mẫu thử nghiệm d_4^{20} .

BÀI 06 - HÀM LƯỢNG NƯỚC (ASTM D95)

I. NGUYÊN TẮC

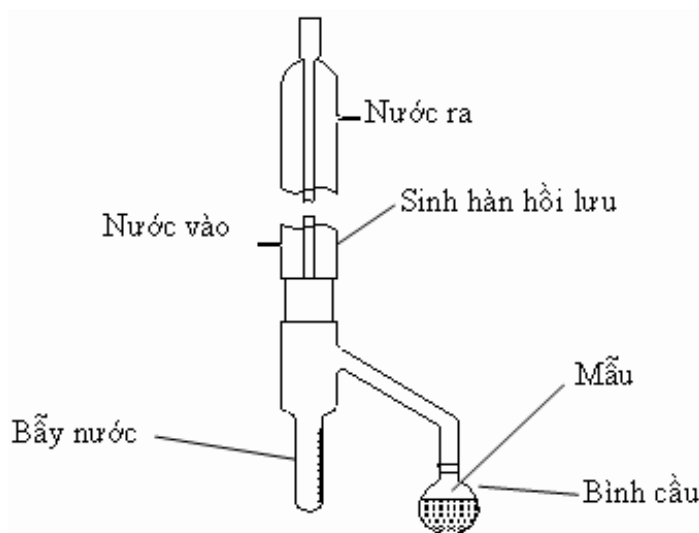
Chỉ tiêu này nhằm xác định hàm lượng nước có trong các sản phẩm dầu mỏ như xăng máy bay, dầu DO, dầu nhớt, dầu FO, bitume.

Phương pháp xác định dựa theo tiêu chuẩn ASTM D95. Mẫu được trộn lẫn với dung môi không tan trong nước, nước được chưng cất lôi cuốn trong thiết bị chuyên dụng. Dung môi và nước ngưng tụ trong ống hứng và phân lớp. Nước đọng lại trong bể chia vạch thể tích, dung môi quay trở lại bình cất.

II. DỤNG CỤ THIẾT BỊ & HOÁ CHẤT

❖ Dụng cụ thiết bị:

- Bình cầu chịu nhiệt 500 ml;
- Ống hứng;
- Sinh hàn hồi lưu;
- Bếp đun có thể điều chỉnh tốc độ gia nhiệt;



❖ **Hoá chất:** Xylene

III. CÁCH TIẾN HÀNH

- Lấy chính xác 20 – 30 ml (hay 20 – 25g) mẫu cho vào bình cất. Tráng mẫu bám ở thành dụng cụ lấy mẫu (ống đong hoặc cốc) bằng 50ml dung môi xylen. Sau đó cho thêm 50ml xylen vào bình cất. Bỏ vài viên đá bọt vào bình. Lắp hệ thống như hình vẽ. Đậy một miếng bông gòn ở phía trên ống hoàn lưu. Chú ý khi lắp ráp vì dụng cụ dễ vỡ. Cho nước chảy qua ống hoàn lưu.
- Bật bộ phận đun, tăng nhiệt độ và điều chỉnh tốc độ sôi sao cho phần cất ngưng tụ chảy xuống ống hứng với tốc độ 2 – 3 giọt/giây. Tiến hành thí nghiệm cho đến khi lượng nước trong ống hứng không thay đổi trong vòng 5 phút.
- Tắt bếp, để hệ thống nguội đến nhiệt độ phòng. Đọc chính xác thể tích nước dựa vào vạch chia trên ống hứng. Nếu hỗn hợp trong ống hứng còn đục thì ngâm ống hứng vào nước trong vòng 20 – 30 phút rồi để nguội. Tháo dụng cụ.

IV. KẾT QUẢ TÍNH TOÁN

Làm thí nghiệm 2 lần và tính trung bình. Kết quả đo được 2 lần chênh lệch không quá 1 vạch chia trên ống hứng. Kết quả hàm lượng nước được tính theo % khối lượng.

BÀI 07 – XÁC ĐỊNH ĐIỂM VỠ ĐỤC VÀ ĐIỂM CHẢY (ASTM D2500 & ASTM D97)

I. NGUYÊN TẮC

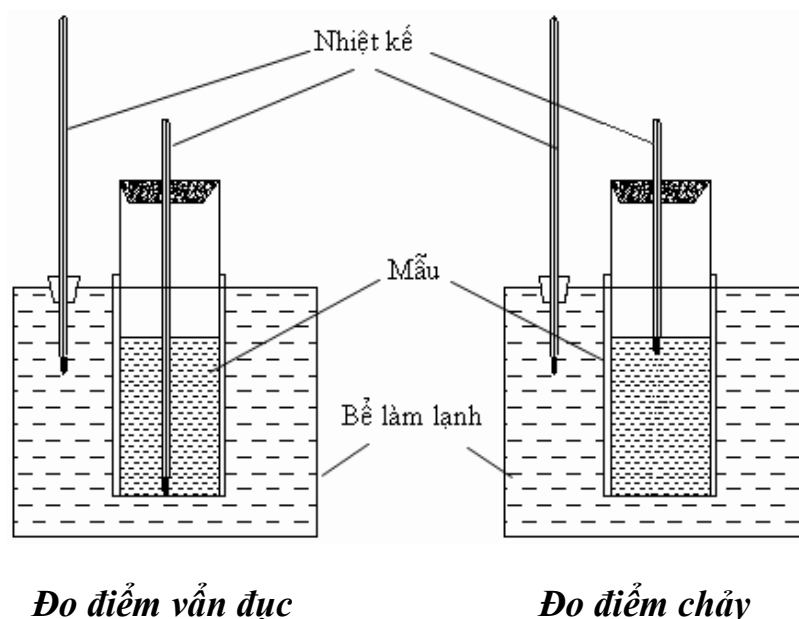
Điểm vỡ đục là nhiệt độ tại đó sản phẩm dạng trong bắt đầu bị đục, dấu hiệu của sự hình thành các vi tinh thể trong quá trình làm lạnh sản phẩm. Điểm vỡ đục được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D2500.

Nếu tiếp tục hạ nhiệt độ sản phẩm, kích thước các tinh thể sẽ tăng rồi chúng kết tụ và sản phẩm đông đặc dần. Đến một nhiệt độ nào đó trở đi, sản phẩm sẽ không chảy được nữa. Và điểm chảy, theo định nghĩa, là nhiệt độ cao hơn nhiệt đó 3°C và được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D97.

Hai thông số trên được xác định trên cùng 1 thiết bị tiêu chuẩn.

II. THIẾT BỊ & HOÁ CHẤT

❖ **Thiết bị:** Theo hướng dẫn của tiêu chuẩn ASTM D2500 và ASTM D97.



❖ **Hoá chất:**

- Nước đá;
- Muối ăn;

III. CÁCH TIẾN HÀNH

1. Tạo hỗn hợp sinh hàn (khi không có bể làm lạnh)

Đập nước đá cho nhuyễn và trộn đều với muối ăn theo tỉ lệ khối lượng đá : muối là 3,5:1. Cho hỗn hợp sinh hàn vào bể làm lạnh. Hỗn hợp này có thể hạ nhiệt độ môi trường xuống - 12°C (Nếu yêu cầu nhiệt độ âm sâu hơn, dùng hỗn hợp sinh hàn nước đá + CaCl_2 theo tỉ lệ 2,3 : 1 thì nhiệt độ hạ xuống khoảng - 27°C)

2. Xác định điểm vẫn đục

- Mẫu dầu ban đầu, phải được đưa đến nhiệt độ cao hơn ít nhất là 15°C so với nhiệt độ vẫn đục dự đoán, được rót vào trong bình thí nghiệm cho đến vạch quy định. Sau đó đóng nút bình và đặt nhiệt kế sao cho bầu nhiệt kế tiếp xúc với đáy bình (xem Hình).
- Đặt bình vào trong ống bao ngoài, đặt trong bể làm lạnh để làm lạnh mẫu dần và cứ mỗi 1°C quan sát độ trong của mẫu.. Khi thấy hiện tượng đục hay mờ xuất hiện đầu tiên ở đáy bình thì ghi nhận nhiệt độ đó là điểm vẫn đục.

3. Xác định điểm chảy

- Dầu được rót vào trong bình thí nghiệm cho đến vạch quy định. Sau đó sau đó đóng nút bình và đặt nhiệt kế sao cho bầu nhiệt kế ngập trong mẫu và điểm bắt đầu của mao quản nằm dưới bề mặt của mẫu 3mm.
- Sự quan sát bắt đầu tiến hành từ nhiệt độ cao hơn điểm chảy dự đoán ít nhất là 15°C. Trong quá trình làm lạnh, cứ mỗi 3°C, bình chứa mẫu được lấy ra quan sát và để lại trong bể làm lạnh cho đến khi chất lỏng trong bình không chảy trong 5 giây khi bình đặt nằm ngang thì ghi nhận nhiệt độ đông đặc. Điểm chảy là nhiệt độ đọc được lần cuối cùng cộng thêm 3°C.

- **Chú ý:**

- + Trước khi tiến hành thí nghiệm phải lau khô và sạch tấm đệm đáy, vòng đệm và mặt trong của ống bao ngoài.
- + Nếu lớp ẩm ngưng tụ trên bề mặt bình thí nghiệm gây khó khăn cho việc quan sát thì dùng khăn sạch có tẩm ethanol để lau. Thao tác này cần phải tiến hành thật nhanh.

IV. KẾT QUẢ TÍNH TOÁN

Làm thí nghiệm 2 lần. Chênh lệch giữa hai lần không quá 1°C đối với điểm vân đục và 3°C đối với điểm chảy.

BÀI 08 – XÁC ĐỊNH ĐIỂM CHỚP CHÁY CỐC KÍN (ASTM D 56)

I. NGUYÊN TẮC

Phương pháp này dùng cho các chất lỏng có điểm chớp cháy $< 93^{\circ}\text{C}$, ngoại trừ bitume lỏng và các chất lỏng có khuynh hướng tạo thành màng trên bề mặt, được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D 56.

Nguyên tắc của phương pháp là mẫu được đặt trong thiết bị thí nghiệm với nắp đóng và được gia nhiệt ở một tốc độ truyền nhiệt ổn định; một ngọn lửa có kích thước tiêu chuẩn được đưa vào cốc ở phạm vi qui định. Điểm chớp cháy được ghi nhận là nhiệt độ thấp nhất mà tại đó dưới tác dụng của ngọn lửa thử, hỗn hợp hơi nằm ở phía trên mẫu đủ để bắt lửa chớp cháy.

II. THIẾT BỊ

Theo tiêu chuẩn ASTM D 56.

II. CÁCH TIẾN HÀNH

- Trong quá trình lấy mẫu, mẫu thí nghiệm phải được giữ ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ chớp cháy dự đoán ít nhất 11°C .
- Đong 50ml mẫu cho vào cốc và cẩn thận để tránh làm ướt phần cốc phía trên mực chất lỏng cuối cùng. Phá vỡ bọt khí trên bề mặt mẫu. Lau sạch bề mặt bên trong của nắp bằng vải sạch hoặc khăn giấy.
- Gắn nắp và nhiệt kế vào đúng vị trí.
- Thắp ngọn lửa thử và điều chỉnh kích thước của nó bằng với kích thước của hạt gắn trên nắp. Vận hành cơ cấu trên nắp để hướng ngọn lửa thử vào không gian hơi của cốc và

nhanh chóng đóng lại. Thời gian dành cho thao tác khoảng 1 giây. Nên tránh bất kỳ gây sốc nào trong quá trình thao tác mở và đóng ngọn lửa thử.

• **Đối với điểm chớp cháy < 60°C:**

Điều chỉnh nhiệt cung cấp để nhiệt độ của mẫu trong cốc thử tăng với tốc độ 1°C /phút. Khi nhiệt độ của mẫu trong cốc thử thấp hơn 6°C so với nhiệt độ chớp cháy dự đoán thì bật ngọn lửa thử theo cách mô tả ở trên và lặp lại việc thử sau mỗi lần mẫu tăng nhiệt độ lên 0,5 °C.

• **Đối với điểm chớp cháy > 60°C:**

Điều chỉnh nhiệt cung cấp để nhiệt độ của mẫu trong cốc thử tăng với tốc độ 3°C /phút. Khi nhiệt độ của mẫu trong cốc thử thấp hơn 6°C so với nhiệt độ chớp cháy dự đoán thì bật ngọn lửa thử theo cách mô tả ở trên và lặp lại việc thử sau mỗi lần mẫu tăng nhiệt độ lên 1°C.

- Quan sát việc cung cấp ngọn lửa thử gây ra sự bắt lửa rõ ràng bên trong cốc. Nhiệt độ quan sát và ghi nhận được của mẫu lúc này là nhiệt độ chớp cháy. Đừng nhầm lẫn giữa ngọn lửa chớp cháy và quần sang màu xanh nhạt thỉnh thoảng xuất hiện xung quanh ngọn lửa thử.
- Ngưng thí nghiệm và tắt nguồn nhiệt. Nâng nắp lên và lau sạch ngưỡng chỗ bản. Lấy cốc đựng mẫu ra, đổ mẫu và lau khô.

■ **Chú ý:**

- + Mẫu phải được để trong bình kín để tránh thất thoát các cấu tử nhẹ.
- + Thí nghiệm phải được tiến hành trong điều kiện kín gió.
- + Cho hỗn hợp nước và Ethylene glycol với tỉ lệ 1:1 vào buồng trung gian. Đối với mẫu có điểm chớp cháy nằm trong khoảng 13 ~ 60 °C, có thể sử dụng nước để thay thế.
- + Tốc độ tăng nhiệt của mẫu trong cốc phải được tuân thủ nghiêm ngặt vì đây là điều kiện để đảm bảo cho sự đúng đắn của kết quả.

III. MẪU PHÂN TÍCH

Dầu Diesel (DO)

IV. KẾT QUẢ TÍNH TOÁN

- Tiến hành thí nghiệm hai lần. Chênh lệch giữa hai lần đo không được quá 1°C .
- Ghi nhận áp suất thí nghiệm để hiệu chỉnh kết quả. Đối với mỗi 25mm Hg giảm áp suất thí nghiệm để hiệu chỉnh kết quả. Đối với mỗi 25mm Hg giảm áp so với 760mm Hg sẽ làm tăng điểm chớp cháy lên $0,9^{\circ}\text{C}$ và ngược lại. Làm tròn giá trị sau khi đã hiệu chỉnh.

BÀI 09 – XÁC ĐỊNH ĐIỂM CHỚP NHÁY CỐC HỎ (ASTM D 92)

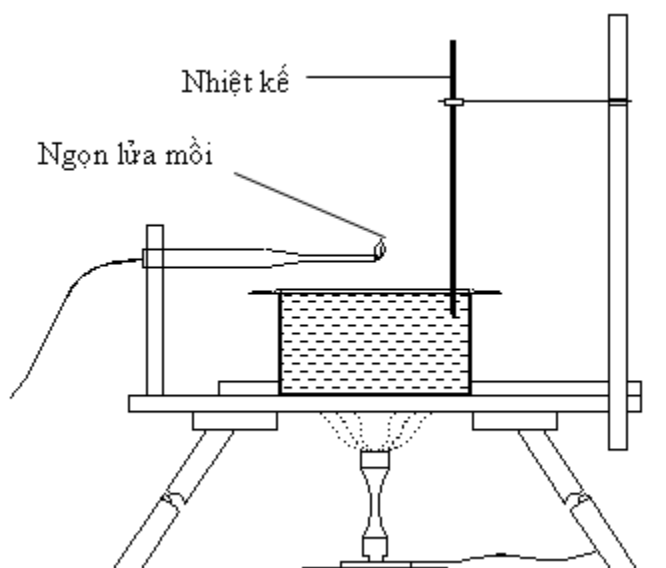
I. NGUYÊN TẮC

Phương pháp này dựa theo tiêu chuẩn ASTM D92 nhằm xác định điểm chớp nháy và điểm bốc cháy của các sản phẩm dầu mỏ, chủ yếu là các sản phẩm nặng như dầu FO, dầu nhòn, bitume có điểm chớp nháy $> 80^{\circ}\text{C}$.

Nguyên tắc của phương pháp là gia nhiệt từ từ một lượng mẫu xác định trong cốc thử hở cho đến lúc sản xuất hiện chớp cháy khi cho một ngọn lửa nhỏ có kích thước tiêu chuẩn được đưa ngang qua miệng cốc. Nhiệt độ thấp nhất mà tại đó hơi trên bề mặt chất lỏng bắt cháy được ghi nhận là điểm chớp cháy. Để xác định điểm bốc cháy, thí nghiệm được tiếp tục thực hiện cho đến khi ngọn lửa thử làm cho mẫu trong cốc bốc cháy.

II. THIẾT BỊ

Thực hiện theo hướng dẫn của tiêu chuẩn ASTM D 92



Sơ đồ thiết bị xác định điểm chớp cháy và bốc cháy cốc hở

III. CÁCH TIẾN HÀNH

- Đổ mẫu vào cốc thử tới vạch chuẩn. Nếu mẫu có độ nhớt cao hay là chất rắn thì cần nung chảy mẫu trước, nhưng không nên vượt quá 56 °C dưới điểm chớp cháy.
- Gắn nhiệt kế ở vị trí thẳng đứng sao cho đầu khắc trên nhiệt kế thấp hơn 2mm so với miệng cốc. Thắp ngọn lửa, điều chỉnh để kích thước của nó bằng với kích thước hạt so sánh (Khoảng 3,2 – 4,8mm).
- Tốc độ đốt mẫu ban đầu là 14 – 17°/phút. Khi nhiệt độ mẫu xấp xỉ 56°C dưới điểm chớp cháy dự đoán, giảm tốc độ đốt nóng xuống 5 – 6°C/phút.
- Khi nhiệt độ mẫu lên đến 28°C dưới điểm chớp cháy dự đoán, bắt đầu thử bằng cách cho ngọn lửa di chuyển nhanh qua tâm cốc thử (khoảng 1 giây). Lặp lại việc thử nghiệm này sau mỗi 2°C.
- Ghi nhận điểm chớp cháy khi sự bắt lửa xuất hiện tại bất cứ điểm nào trên bề mặt mẫu. Tránh nhầm lẫn với quang sang xanh đôi khi xuất hiện quanh ngọn lửa thử.
- Để xác định điểm bốc cháy, tiếp tục nâng nhiệt độ mẫu với tốc độ 5 – 6°C/phút. Tiếp tục thử bằng ngọn lửa sau mỗi 2°C cho đến khi mẫu bốc cháy và sự cháy duy trì trong ít nhất 5 giây. Ghi nhận nhiệt độ này – điểm bốc cháy.
- Ngưng thí nghiệm. Tắt nguồn nhiệt. Đổ mẫu, lau sạch cốc để loại bỏ bất cứ vết dầu hay cặn còn bám lại.

■ **Chú ý:**

- + Mẫu phải được để trong bình kín để tránh thất thoát các cấu tử nhẹ.
- + Không đo 2 lần trên cùng 1 mẫu thử.
- + Thí nghiệm phải được tiến hành trong điều kiện kín gió. Trong khoảng 17 °C gần với điểm chớp cháy, tránh phá hỏng lớp hơi trên bề mặt mẫu (di chuyển nhẹ nhàng và không thổi gần cốc thử).

IV. MẪU PHÂN TÍCH

Dầu nhờn hoặc Biodiesel

V. KẾT QUẢ TÍNH TOÁN

- Tiến hành thí nghiệm 2 lần. Chênh lệch giữa 2 lần đo không quá 1⁰C.
- Ghi nhận áp suất môi trường tại thời điểm đo. Khi áp suất khác 760mmHg, hiệu chỉnh kết quả điểm chớp cháy theo công thức sau:

$$\text{Nhiệt độ đã hiệu chỉnh} = \text{nhiệt độ đo được} + 0,03 (760 - P)$$

BÀI 10 – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CẶN CACBON CONRADSON (ASTM D189)

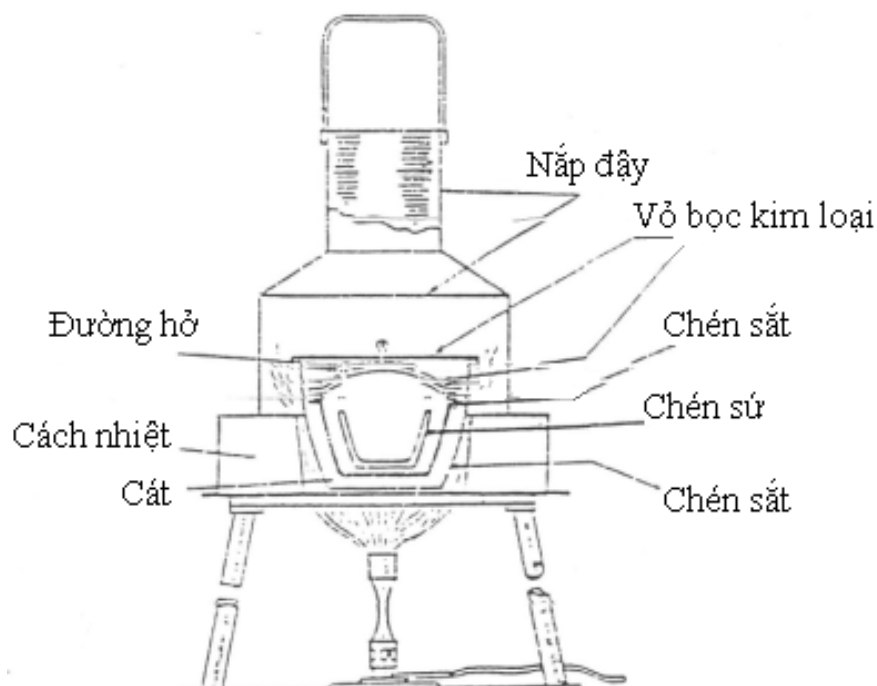
I. NGUYÊN TẮC

Cặn carbon Conradson của sản phẩm dầu mỏ là hàm lượng cặn than hình thành sau khi tiến hành đốt cháy mẫu dầu theo tiêu chuẩn ASTM D189. Phương pháp kiểm nghiệm này nói chung áp dụng cho các sản phẩm tương đối khó bay hơi. Thuật ngữ cặn carbon Conradson chỉ dùng trong phương pháp này.

Nguyên tắc của phương pháp là xác định khối lượng cặn than tạo thành sau khi cho đun nóng, bay hơi và nhiệt phân (bao gồm các quá trình cracking, cốc hoá) một lượng mẫu trong điều kiện quy định.

II. THIẾT BỊ

Thực hiện theo hướng dẫn của tiêu chuẩn ASTM D 189.



III. CÁCH TIẾN HÀNH

- Lắc mạnh mẫu thử nghiệm, hâm nóng nếu thật cần thiết để làm giảm độ nhớt của mẫu. Cân khoảng 10g mẫu dầu (không chứa hơi ẩm và các tạp chất lơ lửng) với độ chính xác 5mg cho vào chén sứ đã cân bì trước và có sẵn 2 hạt thủy tinh đường kính cỡ 2,5mm.
- Đặt chén mẫu trong chén trong chén sắt trong (Chém Skismore)
- San bằng cát ở chén sắt ngoài rồi đặt chén sắt trong vào trong, chính giữa chén sắt ngoài.
- Đậy nắp của cả chén sắt trong và ngoài. Nắp của chén sắt ngoài được đậy hờ để cho phép hơi tạo thành tự do thoát ra ngoài.
- Đặt tam giác mạ Ni-Cr lên kiềng hoặc vòng đỡ thích hợp, đặt cụm chén mẫu lên trên sao cho đáy chén sắt ngoài dựa lên tam giác mạ, đậy nắp chụp lên toàn bộ để phân bố nhiệt đều trong quá trình thí nghiệm.
- Dùng đèn khí cấp nhiệt với ngọn lửa cao và mạnh sao cho thời kì bắt cháy là $10 \pm 1,5$ phút. Khi khói xuất hiện ở phía trên ống khói, nhanh chóng di chuyển hoặc nghiêng ngọn đèn sao cho ngọn lửa đèn khí ở trên thành chén để đốt cháy hơi.
- Vận van trên ống dẫn khí đốt sao cho hơi bắt cháy một cách đều đặn với ngọn lửa trên ống khói không vượt quá cầu bắt ngang của sợi dây làm mức. Có thể tăng nhiệt nếu cần khi không thấy ngọn lửa cháy trên ống khói. Thời gian bốc cháy là 13 ± 1 phút. Nếu không thể đạt được cả 2 yêu cầu về thời gian đốt cháy và ngọn lửa, thì yêu cầu về thời gian đốt cháy quan trọng hơn.
- Khi hơi ngừng cháy và quan sát không thấy ngọn lửa nữa thì điều chỉnh lại đèn đốt và giữ nhiệt để phần dưới và đáy của chén sắt ngoài có màu đỏ tím. Giữ như vậy đúng 7 phút. Tổng thời gian nung nóng là 30 ± 2 phút, có thể kéo dài thêm giai đoạn trước lúc đốt cháy và thời gian cháy.
- Lấy đèn đốt ra và để cho thiết bị nguội cho đến khi không còn khói.
- Mở nắp chén sắt trong và ngoài. Dùng kẹp đã hơi nóng lấy chén sứ ra và đặt vào trong bình hút ẩm, để nguội rồi đem cân.

- Tính % khối lượng cặn carbon theo lượng mẫu ban đầu.

IV. MẪU THỬ NGHIỆM

Mẫu dầu thô, FO hoặc Biodiesel.

V. KẾT QUẢ TÍNH TOÁN

Tiến hành thí nghiệm 2 lần. Tính cặn carbon của mẫu hoặc của cặn chung cất 10% theo phần trăm khối lượng.

BÀI 11 – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO (ASTM D482)

I. NGUYÊN TẮC

Phương pháp này xác định độ tro của các sản phẩm chưng cất, các nhiên liệu, dầu nhớt, dầu thô,... dựa vào tiêu chuẩn ASTM D482. Phương pháp này không áp dụng cho các sản phẩm hóa dầu có chứa phụ gia hợp chất P.

Nguyên tắc của phương pháp là xác định khối lượng tro tạo thành sau khi đốt và nung ở nhiệt độ cao trong điều kiện quy định

II. DỤNG CỤ THÍ NGHIỆM

- Cốc chịu nhiệt (cốc platin, cốc silica, hay cốc sứ) có dung tích 90 – 120ml;
- Lò nung (1000°C);
- Đèn đốt khí ga;
- Bình hút ẩm;
- Đũa thủy tinh;
- Iso-propanol (IPA);
- Toluene.

III. MẪU THỬ NGHIỆM

Mẫu dầu thô, FO hoặc Biodiesel.

IV. CÁCH TIẾN HÀNH

- Cho cốc chịu nhiệt vào lò nung ở 700 – 800°C trong khoảng 10 phút. Sau đó lấy cốc ra, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân cốc sai số đến 0,1mg.

- Mẫu cần đo phải được khuấy đều bằng đũa thủy tinh khoảng 10 phút, cho đến khi mẫu được trộn thật đều và đồng nhất.
- Cân 20g mẫu, sai số 0,1g vào trong cốc chịu nhiệt.
- Cần thận đưa cốc lên ngọn lửa đèn đốt khí ga. Chính ngọn lửa vừa đủ để đun mẫu cho đến khi mẫu trong cốc cháy hết. Lưu ý không để ngọn lửa của đèn đốt quá lớn, bao trùm qua miệng cốc. Đồng thời không để cốc và mẫu sau khi đốt bị nung đỏ.
- Nung cốc mẫu đã đốt sơ bộ trong lò nung ở nhiệt độ $775 \pm 25^{\circ}\text{C}$ cho đến khi toàn bộ phần cặn trong cốc biến mất.
- Lấy cốc ra, cho vào bình hút ẩm để làm nguội đến nhiệt độ phòng rồi đem cân chính xác đến 0,1mg.
- Tiếp tục cho vào lò nung ở nhiệt độ trên ít nhất 20 phút rồi lấy ra làm nguội và cân lại. Lặp lại quá trình nung và cân cho đến khi 2 lần cân liên tiếp sai lệch không quá 0,5mg.

V. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

Hàm lượng tro của mẫu thử nghiệm được xác định theo công thức sau đây:

$$HLTro (\%kl) = \frac{w}{W} * 100$$

Trong đó:

- w là khối lượng tro (g);
- W là khối lượng mẫu (g).

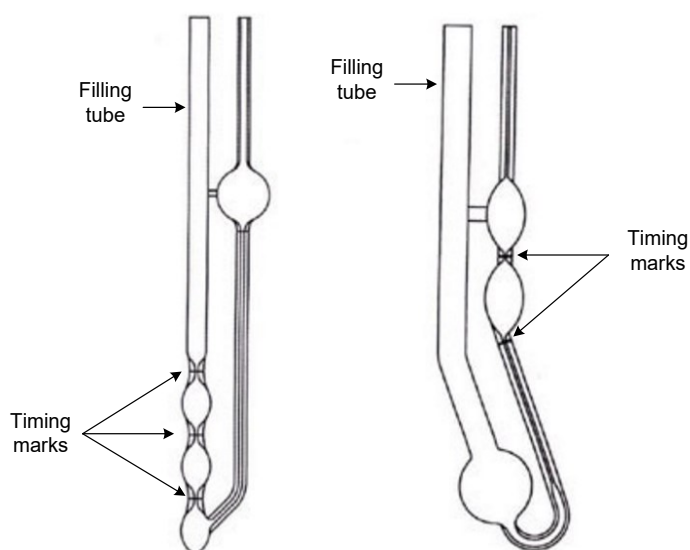
BÀI 12 - ĐỘ NHỚT ĐỘNG HỌC (ASTM D445)

I. NGUYÊN TẮC

Phương pháp này nhằm xác định độ nhớt động học của các sản phẩm dầu mỏ trong cũng như đục theo tiêu chuẩn ASTM D 445 bằng cách đo thời gian để một thể tích chất lỏng xác định chảy qua một mao quản thủy tinh dưới tác dụng của trọng lực. Độ nhớt động học là kết quả tính được từ thời gian chảy và hằng số tương ứng của nhớt kế.

II. DỤNG CỤ & THIẾT BỊ

- Nhớt kế mao quản thủy tinh phù hợp với độ nhớt xác định;
- Bể điều nhiệt đáp ứng tiêu chuẩn ASTM D445;
- Nhiệt kế chính xác + đồng hồ bấm giây;



(a) Loại chảy từ dưới lên

(b) Loại chảy từ trên xuống

III. MẪU THỬ NGHIỆM

Dầu nhờn hoặc dầu bio-diesel

III. PHƯƠNG PHÁP THỰC HIỆN

- Giữ nhiệt độ bể điều nhiệt ổn định theo yêu cầu nhiệt độ thí nghiệm.
- Chuẩn bị nhớt kế phải sạch, khô, có đường kính mao quản thích hợp với chất lỏng cần xác định độ nhớt (loại có mao quản rộng dùng cho chất lỏng có độ nhớt cao và loại có mao quản hẹp hơn dùng cho chất lỏng có độ nhớt thấp hơn). Nhớt kế sử dụng thích hợp phải có thời gian chảy ≥ 200 giây.
- Nạp chất lỏng vào nhớt kế với thể tích thích hợp tùy theo thiết kế của mỗi loại nhớt kế. Đối với nhớt kế Cannon Fenske, thể tích chất lỏng sử dụng là 7 ml cho loại dùng cho sản phẩm trong và 12 ml cho loại dùng cho sản phẩm đục. Nếu trong chất lỏng có thành phần rắn thì cần phải lọc loại bỏ.
- Để nhớt kế đã được nạp mẫu vào trong bể điều nhiệt tối thiểu trong 30 phút để đảm bảo mẫu thử nghiệm đạt đến nhiệt độ cần xác định độ nhớt.
- Dùng dụng cụ tạo lứt hút hay đẩy để đưa mực chất lỏng trong mao quản lên cao hơn mực đánh dấu thứ nhất khoảng 5mm. Để chất lỏng chảy tự do và dùng đồng hồ bấm giây xác định thời gian chất lỏng chảy từ mực đánh dấu thứ nhất đến mực đánh dấu thứ hai.
- Lặp lại quá trình này. Kết quả được ghi nhận nếu sai số giữa 2 lần đo $\leq 0.2\%$.

IV. KẾT QUẢ TÍNH TOÁN

- Tiến hành đo độ nhớt của mẫu thử nghiệm ở hai nhiệt độ 40°C và 100°C.
- Tính độ nhớt động học (ν) từ thời gian chảy t (giây) và hằng số nhớt kế C (phụ thuộc vào nhớt kế sử dụng) theo công thức sau:

$$\nu (cSt) = C.t$$

- Từ độ nhớt động học ở 40°C và 100°C tính ra chỉ số độ nhớt (Viscosity Index) theo tiêu chuẩn ASTM D2270.

BÀI 13 - ĐỘ ĂN MÒN MIẾNG ĐỒNG (ASTM D130)

I. NGUYÊN TẮC

Phương pháp này được dùng để đánh giá mức độ ăn mòn của các sản phẩm dầu mỏ như xăng ô tô, nhiên liệu phản lực, dầu hoả, dầu diesel, dầu FO, dầu nhờn, các phân đoạn chưng cất...có áp suất hơi bão hoà không quá 124 kPa (18 psi) dựa theo tiêu chuẩn ASTM D130.

Nguyên tắc: Ngâm miếng đồng đã được đánh bóng và làm sạch trong một lượng mẫu xác định ở điều kiện nhiệt độ và thời gian quy định đặc trưng cho mỗi loại sản phẩm thử nghiệm. Sau đó lấy miếng đồng ra, lau sạch và đem so sánh với bảng phân cấp chuẩn theo tiêu chuẩn ASTM.

II. DUNG CỤ & HOÁ CHẤT

- Bể điều nhiệt có thể điều chỉnh nhiệt độ với độ sai lệch $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- Ống thử nghiệm;
- Mâm kẹp để đánh bóng;
- Ống bằng nhựa đẹp để chứa và quan sát miếng đồng;
- Nhiệt kế với độ chính xác $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- Miếng đồng kích thước: rộng 12,5mm, dài 75mm và dày 1,5 - 3 mm;
- Giấy nhám silicon carbide;
- Bảng phân cấp chuẩn theo ASTM;
- Dung môi rửa (xăng nhẹ).

III. MẪU THỬ NGHIỆM

Dầu DO hoặc bio-diesel.

IV. CÁCH TIẾN HÀNH

1. Chuẩn bị mẫu:

- Mẫu cần được đựng trong chai thủy tinh sạch, tối màu, chai plastic, hay các bình đựng phù hợp khác mà không ảnh hưởng đến tính chất ăn mòn của mẫu.
- Nạp bình càng đầy càng tốt và đậy nắp lại ngay sau khi lấy mẫu. Một khoảng đủ trống trong bình chứa cần thiết để tạo khoảng không cho giãn nở nhiệt trong quá trình vận chuyển. Khi lấy mẫu, tránh ánh sáng mặt trời trực tiếp hay ngay cả ánh sáng ban ngày khuếch tán. Sau khi nhận mẫu tiến hành thử càng nhanh càng tốt.
- Nếu mẫu có nước hoặc nhũ tương phải lọc mẫu qua filter lọc nhanh trước khi cho vào ống thử. Thực hiện thao tác này trong phòng tối.
- Tiếp xúc miếng đồng với nước trước đó, trong suốt quá trình và sau khi hoàn thành việc kiểm tra mẫu sẽ là nguyên nhân gây biến màu, gây khó cho việc đánh giá tấm đồng.

2. Chuẩn bị miếng đồng:

- Dùng giấy nhám silicon carbide có cỡ hạt thích hợp để loại bỏ tất cả các vết dơ trên tất cả các mặt của miếng đồng. Sau đó sử dụng giấy nhám silicon carbide 240 để loại bỏ các vết xước gây ra do sử dụng loại giấy nhám trước đó. Nhúng miếng đồng vào trong dung môi rửa
- Lấy miếng đồng ra khỏi dung môi rửa. Dùng giấy lọc không tro để giữ miếng đồng khi đánh bóng. Dùng giấy nhám silicon carbide 150 để đánh bóng trước tiên đánh các đầu mút rồi sau đó đến các cạnh.
- Lau sạch bằng bông gòn và sau đó dùng kẹp không rỉ để kẹp miếng đồng và đánh bóng các mặt còn lại. Lưu ý không dùng tay để giữ miếng đồng. Đánh bóng miếng đồng theo trục dài của tấm đồng, không đánh bóng theo vòng tròn.
- Dùng bông gòn lau thật sạch. Nhanh chóng nhúng miếng đồng vào trong mẫu đã chuẩn bị sẵn.

3. Tiến hành thử nghiệm:

- Đậy ống nghiệm bằng nút có lỗ thông hơi và đặt ống nghiệm đã ngâm miếng đồng vào bể điều nhiệt ở nhiệt độ $50 \pm 1^\circ\text{C}$ trong thời gian $3 \text{ giờ} \pm 15 \text{ phút}$.
- Sau thời gian này, đổ mẫu và miếng đồng vào một cốc lớn, cho miếng đồng trượt nhẹ xuống theo thành cốc tránh làm vỡ cốc. Dùng kẹp bằng thép không rỉ để lấy miếng đồng ra và nhúng vào dung môi rửa. Sau đó thấm khô bằng giấy lọc (chú ý không lau chùi). Đặt miếng đồng vào ống thủy tinh đẹp.
- Quan sát và so sánh trạng thái bề mặt của miếng đồng và bảng phân cấp chuẩn theo độ nghiêng của ánh sáng là 45° .

V. KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM

Báo cáo độ ăn mòn theo một trong các loại trong danh mục trong Bảng 1. Đưa thời gian thử và nhiệt độ thử vào định dạng sau:

Ăn mòn tấm đồng (X giờ/Y $^\circ\text{C}$), loại Z_p

Trong đó:

- X = thời gian kiểm tra, giờ
- Y = Nhiệt độ kiểm tra, $^\circ\text{C}$
- Z = loại phân loại (như loại 1, 2, 3 hoặc 4) và
- p- miêu tả phân loại cho mỗi Z tương ứng (ví dụ a, b)

Bảng 1- Phân loại tấm đồng

Loại	Tên	Mô tả
Tấm đồng mới đánh bóng		
1	Xỉn nhẹ	a. Da cam sáng, gần với tấm đồng mới đánh bóng b. Da cam đậm
2	Xỉn trung bình	a. Đỏ Bocđô b. Màu đỏ tươi c. Nhiều màu: xanh dương đỏ tươi hay bạc hay cả hai trên nền đỏ Bocđô. d. Màu bạc e. Màu đồng thau hay vàng
3	Xỉn sẫm	a. Màu đỏ tía trên nền đồng thau b. Nhiều màu: đỏ và xanh lá cây (lông công), nhưng không xám.
4	Ăn mòn	a. Đen rõ, sẫm đậm hay nâu với màu xanh lá lông công. b. Màu chì hay đen xỉn c. Đen bóng hay đen hạt huyền