

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11587:2016

ASTM D 5186-15

**NHIÊN LIỆU ĐÊZEN VÀ
NHIÊN LIỆU TUỐC BIN HÀNG KHÔNG -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT THƠM VÀ
CHẤT THƠM ĐA NHÂN BẰNG SẮC KÝ LỎNG
SIÊU TỚI HẠN**

Standard Test Method for Determination of the Aromatic Content and Polynuclear Aromatic Content of Diesel Fuels and Aviation Turbine Fuels By Supercritical Fluid Chromatography

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11587:2016 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 5186-15 *Standard test method for determination of the aromatic content and polynuclear aromatic content of diesel fuels and aviation turbine fuels by supercritical fluid chromatography* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 5186-15 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 11587:2016 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.

Nhiên liệu điêzen và nhiên liệu tuốc bin hàng không - Xác định hàm lượng chất thơm và chất thơm đa nhân bằng sắc ký lỏng siêu tới hạn

Standard test method for determination of the aromatic content and polynuclear aromatic content of diesel fuels and aviation turbine fuels by supercritical fluid chromatography

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng hàm lượng các hợp chất hydrocacbon thơm đơn nhân và hydrocacbon thơm đa nhân trong nhiên liệu động cơ điêzen, nhiên liệu tuốc bin hàng không và hỗn hợp nguyên liệu bằng sắc ký lỏng siêu tới hạn (SFC). Dải nồng độ chất thơm được xác định trong phương pháp này nằm trong khoảng từ 1 % đến 75 % khối lượng. Dải nồng độ hydrocacbon thơm đa nhân được xác định trong phương pháp này nằm trong khoảng từ 0,5 % đến 50 % khối lượng.

1.2 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn, giá trị ghi trong ngoặc đơn dùng để tham khảo.

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.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có)

TCVN 7330 (ASTM D 1319), Sản phẩm dầu mỏ dạng lỏng – Phương pháp xác định các loại hydrocacbon bằng hấp phụ chỉ thị huỳnh quang.

ASTM D 1655 *Specification for aviation turbine fuels* (Nhiên liệu tuốc bin hàng không – Yêu cầu kỹ thuật).

ASTM D 2425 *Test method for hydrocarbon types in middle distillates by mass spectrometry* (Phương pháp xác định các loại hydrocacbon trong phần cất trung bình bằng phép đo phổ khối).

ASTM D 6299 *Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance* (Phương pháp kỹ thuật thống kê về đảm bảo chất lượng và biểu đồ kiểm soát để đánh giá tính năng hệ thống thiết bị đo lường phân tích).

3 Thuật ngữ, định nghĩa

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

3.1

Áp suất tới hạn (critical pressure)

Áp suất cần thiết để khí ngưng tụ tại nhiệt độ tới hạn.

3.2

Nhiệt độ tới hạn (critical temperature)

Nhiệt độ cao nhất mà tại đó chất lỏng dạng khí có thể chuyển đổi sang thể lỏng bằng cách nén.

3.3

Hydrocacbon thơm đơn nhân (mononuclear aromatic hydrocarbons)

Các hợp chất chứa đúng một vòng thơm. Nhóm này bao gồm benzen, alkyl benzen, các indan, alkyl indan, tetralin và alkyl tetralin.

3.4

Hydrocacbon thơm đa nhân (polynuclear aromatic hydrocarbon)

Tất cả các hợp chất hydrocacbon có chứa từ hai vòng thơm trở lên. Các vòng này có thể được gắn với nhau như trong naphthalen và phenanthren, hoặc tách ra như trong biphenyl.

3.5

Bộ tiết chế (restrictor)

Thiết bị được gắn ở đầu ra của cột sắc ký nhằm tiết chế lưu lượng pha động, như vậy pha động được duy trì ở trạng thái siêu tới hạn trong suốt cột sắc ký.

3.6

Chất lỏng siêu tới hạn (supercritical fluid)

Chất lỏng được duy trì ở trạng thái nhiệt động học ở trên nhiệt độ tới hạn và áp suất tới hạn của chúng.

3.7

Sắc ký lỏng siêu tới hạn (supercritical fluid chromatography)

Loại sắc ký mà pha động là chất lỏng siêu tới hạn.

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Một phần nhỏ mẫu nhiên liệu được bơm vào cột nhồi chứa chất hấp phụ silic dioxit và sử dụng cacbon dioxit (CO_2) siêu tới hạn làm pha động để rửa giải. Các chất thơm đơn nhân và đa nhân trong mẫu được tách ra khỏi các chất không thơm (không chứa vòng thơm) và được phát hiện bằng detector ion hóa ngọn lửa.

4.2 Tín hiệu detector về các hydrocacbon được ghi lại trong suốt thời gian phân tích. Diện tích các pic tương ứng với lượng chất thơm đơn nhân, đa nhân và các cấu tử không chứa vòng thơm được xác định và phần trăm khối lượng của mỗi nhóm trong nhiên liệu được tính bằng diện tích tiêu chuẩn hóa.

5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Hàm lượng hydrocacbon thơm của nhiên liệu động cơ diesel là yếu tố ảnh hưởng đến trị số cetan và khí thải. Hàm lượng hydrocacbon thơm và hàm lượng các naphthalen của nhiên liệu tước bin hàng không tác động đến đặc tính cháy và xu hướng tạo khói. Những đặc tính này có trong yêu cầu kỹ thuật – nhiên liệu tước bin hàng không (xem ASTM D 1655).

5.2 Hàm lượng chất thơm trong nhiên liệu diesel được quy định rất chặt chẽ, do đó yêu cầu phương pháp phân tích chính xác để đảm bảo tuân thủ các quy định. Các nhà sản xuất nhiên liệu diesel yêu cầu các phép xác định tương tự cho kiểm soát chất lượng và quá trình. Phương pháp thử nghiệm này được sử dụng để thực hiện các phép xác định như vậy.

5.3 Phương pháp này được áp dụng đối với các nguyên liệu trong dải sôi của nhiên liệu động cơ diesel và không bị ảnh hưởng bởi sự nhuộm màu nhiên liệu. Phương pháp TCVN 7330 (ASTM D 1319) là phương pháp bắt buộc để xác định chất thơm trong nhiên liệu động cơ diesel, ngoại trừ các nguyên liệu có điểm sôi cuối lớn hơn 315°C (600°F) ngoài phạm vi áp dụng của nó. Phương pháp ASTM D 2425 được áp dụng để xác định cả tổng hàm lượng chất thơm và hydrocacbon thơm đa nhân trong nhiên liệu diesel, nhưng rất tốn kém và mất nhiều thời gian để thực hiện.

5.4 Theo thống kê, kết quả thu được từ phương pháp này thì chính xác hơn kết quả thu được từ phương pháp TCVN 7330 (ASTM D 1319) đối với nhiên liệu diesel điển hình và phương pháp này có thời gian phân tích ngắn hơn. Dữ liệu nghiên cứu hợp tác cho thấy phương pháp này có độ chụm chính xác hơn độ chụm công bố của phương pháp TCVN 7330 (ASTM D 1319) khi áp dụng cho nhiên liệu tước bin hàng không và nhiên liệu diesel. Kết quả từ phương pháp thử nghiệm này đối với tổng hydrocacbon thơm đa nhân được dự kiến là có độ chính xác ít nhất cũng bằng phương pháp ASTM D 2425.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Sắc ký lỏng siêu tới hạn (SFC)

Có thể sử dụng bất kỳ thiết bị sắc ký lỏng siêu tới hạn nào nếu có khả năng sau và đáp ứng yêu cầu tính năng trong Điều 8.

6.1.1 Bơm

Thiết bị sắc ký lỏng siêu tới hạn phải bao gồm bơm có khả năng vận chuyển (cấp) cacbon dioxit (CO_2) siêu tới hạn tới cột mà không có biến động về áp suất và lưu lượng dòng không đổi. Bơm thường là loại bơm tiêm hoặc bơm kiểu piston với dao động áp suất không vượt quá $\pm 0,3\%$ áp suất làm việc.

6.1.2 Detector

Phương pháp thử này được giới hạn việc sử dụng detector ion hóa ngọn lửa (FID). Detector phải đủ độ nhạy vừa đủ để phát hiện 0,1 % khối lượng toluen trong hexadecan ở các điều kiện thiết bị được sử dụng trong phép thử này.

6.1.3 Kiểm soát nhiệt độ cột

Thiết bị sắc ký phải có khả năng kiểm soát nhiệt độ cột ít nhất là $\pm 0,5\text{ }^\circ\text{C}$ ($1\text{ }^\circ\text{F}$) tại nhiệt độ làm việc.

6.1.4 Hệ thống nạp mẫu

Van bơm mẫu lỏng là cần thiết, có khả năng nạp mẫu tái lập nằm trong khoảng thể tích chất lỏng từ 0,05 μL đến 0,5 μL . Hệ thống nạp phải được vận hành ở khoảng nhiệt độ từ $25\text{ }^\circ\text{C}$ đến $30\text{ }^\circ\text{C}$. Hệ thống nạp mẫu phải được kết nối với cột sắc ký sao cho tránh làm giảm hiệu quả của sắc ký.

6.1.5 Bộ tiết chế sau cột

Thiết bị có khả năng duy trì các điều kiện siêu tới hạn cho pha động trong cột và đến tận đầu vào của detector, phải được kết nối đến cuối cột.

6.1.6 Cột

Có thể sử dụng bất kỳ cột sắc ký lỏng hoặc cột sắc ký lỏng siêu tới hạn nào để tách các hydrocarbon không chứa vòng thơm, hydrocarbon thơm đơn nhân, hydrocarbon đa nhân và phải đáp ứng yêu cầu tính năng ở Điều 8.

6.1.7 Máy tích phân

Thiết bị dùng để ghi lại cả diện tích pic sắc ký riêng biệt và tổng diện tích các pic trong sắc ký đồ. Việc này được ghi lại bằng máy tính hoặc máy tích phân điện tử. Máy tính hoặc máy tích phân phải có khả năng hiệu chỉnh đường nền trong suốt quá trình thử nghiệm.

7 Thuốc thử và vật liệu

7.1 Độ tinh khiết của thuốc thử

Trong toàn bộ các phép thử đều sử dụng các hóa chất cấp thuốc thử. Trừ khi có quy định khác, tất cả các thuốc thử phải phù hợp với các tiêu chuẩn hiện hành. Có thể sử dụng các loại khác, với điều kiện là các thuốc thử này có độ tinh khiết cao phù hợp, khi sử dụng không làm giảm độ chính xác của phép thử.

7.2 Không khí, cấp zero (không chứa hydrocacbon) được sử dụng làm chất oxy hóa FID. (Cảnh báo – Không khí thường được cung cấp làm khí nén dưới áp suất cao và hỗ trợ cháy).

7.3 Cacbon dioxit (CO_2) – Cấp sắc ký lỏng siêu tới hạn, độ tinh khiết tối thiểu là 99,99 %, được cấp điều áp trong chai có ống nhúng để loại bỏ CO_2 dạng lỏng. (Cảnh báo – Chất lỏng ở áp suất cao. Việc xả áp dẫn đến sự tạo thành khí và CO_2 dạng rắn rất lạnh, có thể làm giảm oxy khí quyển).

7.4 Chuẩn kiểm tra – Vật liệu chuẩn đối chứng thương mại, mà đã được chấp nhận các giá trị chuẩn theo Điều 6 ASTM D 6299 về Vật liệu chuẩn. Ngoài ra, các mẫu chịu thử nghiệm liên phòng có thể được sử dụng làm các chuẩn kiểm tra. Điều quan trọng là độ lệch chuẩn của các giá trị của chương trình trao đổi phòng thử nghiệm không được lớn hơn độ tái lập đối với phép thử này.

7.5 Khí hydro – Hydro chất lượng cao (không chứa hydrocacbon) được sử dụng làm nhiên liệu cho detector ion hóa ngọn lửa (Cảnh báo – Hydro thường được cấp dưới áp suất cao và rất dễ cháy).

7.6 Hỗn hợp kiểm tra tính năng – Trộn định lượng khoảng 75 % khối lượng hexadecan ($n\text{-C}_{16}$) với 20 % khối lượng toluen, 3 % khối lượng tetralin (1,2,3,4- tetrahydronaphthalen) và 2 % khối lượng naphthalen được sử dụng để kiểm tra tính năng.

7.7 Mẫu kiểm soát chất lượng – Vật liệu đồng nhất có tính chất vật lý và hóa học tương tự với mẫu được phân tích. Việc chọn lựa các chất như vậy sẽ được hướng dẫn theo Điều 6 trong ASTM D 6299 về các vật liệu chuẩn. Ví dụ các chất như vậy có thể là nhiên liệu động cơ diesel, nhiên liệu tước bin hàng không hoặc các mẫu điển hình khác, chứa chất thơm và chất thơm đa nhân tương tự các mẫu được phân tích.

8 Chuẩn bị thiết bị

8.1 Lắp thiết bị sắc ký lỏng siêu tới hạn (SFC) theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Các điều kiện vận hành hệ thống phụ thuộc vào cột được sử dụng và tối ưu hóa tính năng. Nếu các đặc trưng tính năng về sự lưu giữ và độ phân giải, được quy định trong 8.2, không đạt được, thì cần thay đổi nhiệt độ, áp suất hoặc tốc độ lưu lượng pha động để đạt được sự phù hợp. Cột có

hoạt tính thấp có thể được hoạt hóa lại bằng cách dùng dung môi rửa, thiết lập bằng kỹ thuật hoạt hóa sắc ký lỏng.

CHÚ THÍCH 1: Nhiệt độ này có thể được tăng (tới 40 °C), nếu độ phân giải giữa các chất thơm đơn nhân và các chất thơm đa nhân không đạt yêu cầu. Nhiệt độ thấp hơn được gợi ý để cải thiện độ phân giải giữa các chất không chứa vòng thơm và các chất thơm đơn nhân.

8.2 Tính năng của hệ thống

8.2.1 Độ phân giải – Phân tích hỗn hợp kiểm tra tính năng được chuẩn bị trong 7.6. Độ phân giải giữa các chất không chứa vòng thơm và các chất thơm đơn nhân (R_{NM}) phải ít nhất là 4 và độ phân giải giữa các chất thơm đơn nhân và các chất thơm đa nhân (R_{MD}) phải ít nhất là 2 khi tính theo công thức sau:

$$R_{NM} = \frac{2 \times (t_2 - t_1)}{1,699 \times (y_2 + y_1)} \quad (1)$$

$$R_{MD} = \frac{2 \times (t_4 - t_3)}{1,699 \times (y_4 + y_3)} \quad (2)$$

trong đó

- t_1 là thời gian đạt đỉnh pic của hexadecan ($n-C_{16}$), tính bằng s,
- t_2 là thời gian đạt đỉnh pic của toluen, tính bằng s,
- t_3 là thời gian đạt đỉnh pic của tetralin, tính bằng s,
- t_4 là thời gian đạt đỉnh pic của naphthalen, tính bằng s;
- y_1 là độ rộng pic được đo ở 1/2 chiều cao pic của hexadecan ($n-C_{16}$), tính bằng s;
- y_2 là độ rộng pic được đo ở 1/2 chiều cao pic của toluen, tính bằng s;
- y_3 là độ rộng pic được đo ở 1/2 chiều cao pic của tetralin, tính bằng s; và
- y_4 là độ rộng pic được đo ở 1/2 chiều cao pic của naphthalen, tính bằng s.

8.2.2 Độ tái lập thời gian lưu – Bơm lặp lại hỗn hợp kiểm tra tính năng được phải hiển thị độ lặp lại thời gian lưu (sự khác nhau tối đa giữa các lần chạy lặp lại) không quá 0,5 % đối với pic của hexadecan và toluen.

8.2.3 Thử nghiệm tính chính xác detector – Phương pháp thử này giả thuyết rằng đáp ứng detector ion hóa ngọn lửa (FID) gần đúng với đáp ứng đơn vị cacbon theo lý thuyết. Để xác nhận giả thiết này, tiến hành phân tích hỗn hợp kiểm tra tính năng và tính hệ số đáp ứng, liên quan đến hexadecan (RRF), đối với mỗi cấu tử trong hỗn hợp kiểm tra tính năng, tính theo công thức sau:

$$RF_i = \frac{A_i}{M_i} \quad (3)$$

$$RRF_i = \frac{RF_i}{RF_{C_{16}}} \quad (4)$$

trong đó

A_i là diện tích cầu tử i trong hỗn hợp kiểm tra tính năng, tính bằng % diện tích;

M_i là khối lượng đã biết cầu tử i trong hỗn hợp kiểm tra tính năng, tính bằng % khối lượng;

RF_i là hệ số đáp ứng của cầu tử i ;

$RF_{C_{16}}$ là hệ số đáp ứng của hexadecan trong hỗn hợp kiểm tra tính năng; và

RRF_i là hệ số đáp ứng tương đối của cầu tử i .

Các giá trị này có thể được so sánh với hệ số đáp ứng lý thuyết của mỗi cầu tử trong hỗn hợp kiểm tra tính năng được tính theo công thức sau:

$$RRF_{\text{lý thuyết}} = \left(\frac{12,01 \times n}{MW} \right) \times \left(\frac{226,4}{12,01 \times 16} \right) \quad (5)$$

trong đó

12,01 là khối lượng nguyên tử cacbon;

n là số nguyên tử cacbon trong phân tử cầu tử;

MW là khối lượng phân tử của cầu tử;

226,4 là khối lượng phân tử hexadecan; và

16 là số nguyên tử cacbon trong phân tử hexadecan.

RRF đo được đối với mỗi cầu tử trong hỗn hợp thử nghiệm phải nằm trong khoảng $\pm 10\%$ giá trị lý thuyết như được tính theo công thức 5 hoặc được tóm tắt trong Bảng 1. Nếu không thể đạt được thì cần phải thay đổi thể tích bơm mẫu, vị trí bộ tiết chế, hoặc lưu lượng khí detector hoặc tổ hợp các yếu tố đó cho đến khi đạt được yêu cầu.

Bảng 1 – Hệ số đáp ứng lý thuyết

Cấu tử	Số nguyên tử cacbon	Khối lượng phân tử	Hệ số đáp ứng lý thuyết ($RRF_{\text{lý thuyết}}$)
Toluen	7	92,13	1,075
Tetralin	10	132,2	1,070
Naphtalen	10	128,2	1,104

8.2.4 Kiểm tra độ tuyến tính của detector

8.2.4.1 Quy trình sau đây được cho là hữu ích đối với việc kiểm tra xác nhận độ tuyến tính của detector. Cần lưu ý rằng nồng độ các chất thơm ít nhất là phải bao trùm các mẫu được phân tích. Tuy nhiên, kích thước pic của hexadecan ($n\text{-C}_{16}$) pha loãng có xu hướng vượt quá phạm vi tuyến tính của detector ion hóa ngọn lửa (FID). Nếu điều này xảy ra, phép thử độ chính xác detector (xem 8.2.3) cho biết một dấu hiệu về tính năng tuyến tính.

8.2.4.2 Chọn nhiên liệu động cơ diesel hoặc nhiên liệu tước bin hàng không có hàm lượng chất thơm bằng hoặc lớn hơn nồng độ lớn nhất được phân tích. Chuẩn bị chính xác hai hỗn hợp theo tỷ lệ khối lượng của nhiên liệu này trong $n\text{-C}_{16}$.

Tỷ lệ khối lượng pha loãng thông thường của nhiên liệu và hexadecan ($n\text{-C}_{16}$) là 1:1 và 1:3.

8.2.4.3 Phân tích nhiên liệu và hai hỗn hợp pha loãng theo quy trình trong Điều 9. Xác định khối lượng % chất thơm có mặt trong nhiên liệu không pha (nguyên chất) và trong từng hỗn hợp pha loãng theo quy định trong Điều 10.

8.2.4.4 Tính nồng độ chất thơm dự kiến trong hai hỗn hợp pha loãng theo công thức sau:

$$B = A \times \frac{D}{C + D} \quad (6)$$

Trong đó

- A là khối lượng chất thơm trong nhiên liệu ban đầu (gốc), tính bằng % khối lượng;
- B là khối lượng chất thơm dự kiến có trong nhiên liệu pha loãng, tính bằng % khối lượng;
- C là khối lượng hexadecan trong dung dịch pha loãng; và
- D là khối lượng nhiên liệu diesel ban đầu trong dung dịch pha loãng.

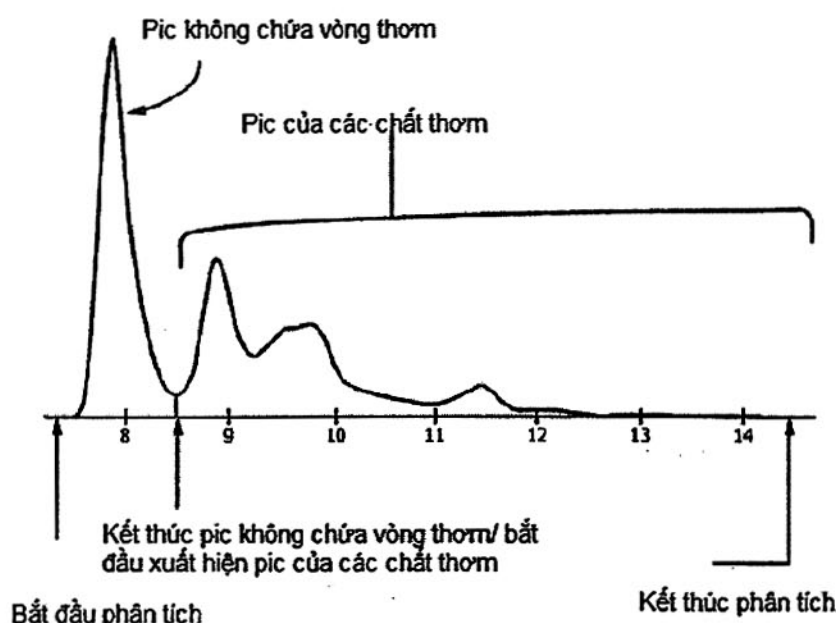
8.2.4.5 So sánh kết quả đo được đối với phần trăm khối lượng chất thơm có trong hai hỗn hợp pha loãng với kết quả chất thơm dự kiến tương ứng. Các giá trị này cần nằm trong giới hạn độ lặp lại trong 13.1.1. Nếu không đạt được thì cần điều chỉnh vị trí bộ tiết chế, hoặc lưu lượng khí detector ion hóa ngọn lửa (FID), làm sạch detector ion hóa ngọn lửa (FID) hoặc giảm thể tích bơm mẫu.

9 Cách tiến hành

9.1 Khi phân tích mẫu, sử dụng các điều kiện tương tự như trong Điều 8. Ghi lại dữ liệu sắc ký đồ, chỉ dừng ghi khi mẫu đã hoàn toàn được rửa giải ra khỏi cột. Việc này được theo dõi, tại điểm cuối của phép thử, bởi tín hiệu detector quay trở lại đường nền và giữ nguyên ở đó. Nhìn chung, điều này sẽ xảy ra sau khi rửa giải các chất thơm ba vòng.

9.2 Tích phân tổng diện tích pic sắc ký từ khi bắt đầu xuất hiện pic đầu tiên cho đến khi trở lại đường nền ở cuối sắc ký đồ (xem Hình 1).

9.2.1 Sắc ký đồ bao gồm một pic của các chất không chứa vòng thơm và một hoặc nhiều pic của các chất thơm.



Hình 1 – Sắc ký đồ điển hình

9.2.1.1 Ấn định diện tích tương ứng với pic đầu tiên của các chất không chứa vòng thơm (Vạch giới hạn ở đáy của phần lõm thấp nhất giữa thời gian lưu của hexadecan và thời gian lưu của toluen từ phân tích của hỗn hợp kiểm tra tính năng).

9.2.1.2 Tất cả các diện tích tích phân rửa giải sau đáy của phần lõm nhưng trước thời gian tương ứng bắt đầu xuất hiện pic của cấu tử naphthalen (phần không chứa đỉnh) (được xác định trong phép phân tích hỗn hợp kiểm tra tính năng), được gán (chỉ định) cho các chất thơm đơn nhân. Lấy tổng diện tích để xác định diện tích từng vùng trong sắc ký đồ.

9.2.1.3 Tất cả diện tích tích phân thực hiện sau thời gian bắt đầu xuất hiện pic của cấu tử naphthalen qua điểm cuối đường nền được quy cho các hydrocacbon thơm đa nhân. Lấy tổng diện tích để xác định diện tích từng vùng trong sắc ký đồ.

10 Tính kết quả

10.1 Xác định % khối lượng các chất thơm đơn nhân, các hydrocacbon thơm đa nhân, và tổng hàm lượng chất thơm tính theo công thức sau:

$$\% M = 100 \times \frac{AM}{AN + AM + AP} \quad (7)$$

$$\% P = 100 \times \frac{AP}{AN + AM + AP} \quad (8)$$

$$\% A = \% M + \% P \quad (9)$$

trong đó

% M là % khối lượng các chất thơm đơn nhân có trong mẫu;

% P là % khối lượng các hydrocacbon thơm đa nhân có trong mẫu;

% A là % khối lượng tổng các chất thơm có trong mẫu;

AM là diện tích các chất thơm đơn nhân có trong mẫu;

AN là diện tích các chất không chứa vòng thơm có trong mẫu; và

AP là diện tích các hydrocacbon thơm đa nhân có trong mẫu.

11 Xác định độ chính xác và độ chụm

11.1 Đánh giá thường xuyên độ chụm và độ chính xác của hệ thống phân tích như sau:

11.1.1 Độ chính xác – Hàng tháng phân tích chuẩn kiểm tra như mô tả trong Điều 9. Các kết quả thu được đối với tổng chất thơm và chất thơm đa nhân được thỏa thuận trong phạm vi các giá trị chuẩn chấp nhận. Ngoài ra, các mẫu trao đổi được luân chuyển là phần của chương trình liên phòng có thể được sử dụng như được mô tả trong Điều 6 của ASTM D 6299 về vật liệu chuẩn. Trong trường hợp này, các kết quả phân tích thu được không vượt quá giới hạn độ tái lập đưa ra trong Bảng 2 và Bảng 3. Khi không thể đạt được các điều kiện đã dẫn ra thì phải hiệu chỉnh và đánh giá độ chính xác, trước khi phân tích các mẫu.

Bảng 2 – Xác định độ chụm – Tổng các chất thơm

Tổng các chất thơm % khối lượng	Độ lặp lại % khối lượng	Độ tái lập % khối lượng
1	0,2	0,8
5	0,2	1,1
10	0,3	1,3
15	0,3	1,4
20	0,3	1,5
25	0,3	1,6
35	0,4	1,7
50	0,4	1,8
75	0,4	2,0

Bảng 3 – Xác định độ chụm – Các chất thơm đa nhân

Các chất thơm đa nhân % khối lượng	Độ lặp lại % khối lượng	Độ tái lập % khối lượng
0,5	0,1	0,3
1	0,2	0,5
2	0,2	0,6
3	0,2	0,8
5	0,2	1,0
10	0,5	5,6
15	0,5	6,9
25	0,5	8,9
50	0,6	12,5

11.1.2 Độ chụm – Tối thiểu ít nhất một lần trong khoảng 24 h, khi thực hiện phép thử, phải phân tích liên tiếp hai lần lặp lại đối với một mẫu điển hình được chọn như mẫu kiểm soát chất lượng (QC) được mô tả trong Điều 6 của ASTM D 6299 về các vật liệu chuẩn. Mẫu được thực hiện theo quy trình trong Điều 9. Các kết quả không vượt quá các giá trị độ lặp lại được mô tả trong 13.1.1. Nếu độ chụm không đạt thì phải hiệu chỉnh và đánh giá lại độ chụm. Ghi và

giữ lại kết quả phân tích mẫu quá thời gian có thể được sử dụng để xác định độ chụm nếu hệ thống phân tích dưới sự kiểm soát thống kê như mô tả trong Phụ lục A các công cụ thống kê để kiểm soát chất lượng theo ASTM D 6299.

12 Báo cáo kết quả

12.1 Báo cáo kết quả phần trăm khối lượng của các chất thơm đơn nhân, các hydrocacbon thơm đa nhân và tổng các chất thơm chính xác đến 0,1 %.

13 Độ chụm và độ chệch

13.1 Cách tiến hành độ chụm của phương pháp này được xác định bằng phương pháp kiểm tra thống kê các kết quả thử của phòng thử nghiệm như sau:

13.1.1 Độ lặp lại – Sự chênh lệch giữa các kết quả liên tiếp thu được do cùng một thí nghiệm viên thực hiện với cùng một thiết bị dưới các điều kiện vận hành không đổi trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị sau (xem Bảng 2 và Bảng 3).

Độ lặp lại = $0,16 (X)^{0,23}$ Tổng phần trăm khối lượng các chất thơm.

= $0,16 (X)^{0,16}$ Phần trăm khối lượng các chất thơm đa nhân, trong đó X phải nhỏ hơn 5 % khối lượng.

= $0,36 (X)^{0,13}$ Phần trăm khối lượng các chất thơm đa nhân, trong đó X phải lớn hơn 10 % khối lượng.

13.1.2 Độ tái lập – Chênh lệch giữa hai kết quả thử độc lập nhận được do các thí nghiệm viên khác nhau làm việc ở trong những phòng thử nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị sau (xem Bảng 2 và Bảng 3).

Độ tái lập = $0,75 (X)^{0,23}$ Tổng phần trăm khối lượng các chất thơm.

= $0,47 (X)^{0,45}$ Phần trăm khối lượng các chất thơm đa nhân, trong đó X phải nhỏ hơn 5 % khối lượng.

= $1,77 (X)^{0,50}$ Phần trăm khối lượng các chất thơm đa nhân, trong đó X phải lớn hơn 10 % khối lượng.

13.2 Độ chệch – Các vật liệu chuẩn trong phương pháp thử này, chúng có thể được sử dụng như một phép đo về độ chệch của phương pháp thử và đang được xây dựng.