

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6703 : 2000

ASTM D 3606 - 96

XĂNG MÁY BAY VÀ XĂNG ÔTÔ THÀNH PHẨM – XÁC ĐỊNH
BENZEN VÀ TOLUEN BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ

*Finished motor and aviation gasoline – Test method for determination
of benzene and toluene by gas chromatography*

HÀ NỘI - 2000

Lời nói đầu

TCVN 6703 : 2000 tương đương với ASTM D 3606 - 96 Standard Test Method for Determination of Benzene and Toluene in Finished Motor and Aviation Gasoline by Gas Chromatography.

TCVN 6703 : 2000 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 trình duyệt, Bộ khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Xăng máy bay và xăng ôtô thành phẩm – Xác định benzen vàtoluen bằng phương pháp sắc ký khí

Finished motor and aviation gasoline – Test method for determination of benzene and toluene by gas chromatography

1 Phạm vi áp dụng

- 1.1 Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định benzen,toluen trong xăng máy bay và xăng ôtô thành phẩm bằng phương pháp sắc ký khí.
- 1.2 Có thể xác định benzen trong khoảng từ 0.1 đến 5% thể tích. Có thể xác định toluen trong khoảng từ 2 đến 20% thể tích.
- 1.3 Dùng xăng thường hoặc xăng có chứa oxygenat (các ete như methyl tert - butyl ete, etyl tert - butyl eter và ter - amylmetyl ete) để xác định độ chính xác của phương pháp này.
- 1.4 Tiêu chuẩn này không áp dụng cho các loại xăng có chứa ethanol. Methanol cũng có thể gây ảnh hưởng.
- 1.5 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn. Các giá trị trong ngoặc đơn để tham khảo.
- 1.6 Tiêu chuẩn này không đề cập đến các qui tắc an toàn liên quan đến việc áp dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm lập ra các qui định thích hợp về an toàn và sức khoẻ, đồng thời phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn qui định trước khi sử dụng. Các qui định về nguy hiểm xem các chú thích từ 1 đến 11.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ASTM D 4057 Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thử công.

3 Tóm tắt phương pháp

3.1 Cho chất chuẩn nồi Metyl Etyl Keton (MEK) vào mẫu thử, sau đó bơm mẫu vào thiết bị sắc ký khi có hai cột mạc nối tiếp. Trước tiên mẫu thử sẽ đi qua cột nhồi với pha không phân cực như methyl silicon (xem điều 8.1.1) nó sẽ tách các câu tử theo điểm sôi. Sau khi octan tách ra dòng khí mang qua cột không phân cực được đổi chiều để đẩy các câu tử nặng hơn octan ra. Sau đó octan và các câu tử nhẹ hơn đi qua cột nhồi với pha phân cực cao như 1, 2, 3 - tris (2 - cyanoethoxy) propan (xem điều 8.1.2) để tách các hợp chất thơm và không thơm. Các câu tử đã tách ra được phát hiện bằng máy dò độ dẫn nhiệt và ghi lại trên biểu đồ. Đo diện tích các pic và đưa vào chất chuẩn nồi tính nồng độ của từng câu tử.

4 Ý nghĩa và sử dụng

4.1 Bezen được phun vào loại hoa chất độc hại. Biết nồng độ của hoa chất này sẽ giúp việc đánh giá sự nguy hiểm có thể xảy ra đối với người vận chuyển và sử dụng xăng. Tiêu chuẩn này không áp dụng để đánh giá các nguy hiểm đó.

5 Thiết bị

5.1 *Máy sắc ký* – Bất kỳ thiết bị sắc ký có hệ thống thổi ngược và máy dò độ dẫn nhiệt và có thể vận hành theo các điều kiện quy định ở bảng 1. Hai hệ thống dòng thổi ngược được thể hiện trên hình 1 và hình 2. Hình 1 là hệ thống có áp và hình 2 là hệ thống vận bằng van. Có thể áp dụng cả hai hệ thống. Tổ hợp máy dò - máy ghi phải đưa ra được độ lệch 4 mm cho 2 μl mẫu có chứa 0,1 % thể tích MEK khi vận hành ở độ nhạy tối đa.

5.2 *Cột* - Sử dụng một ống bằng thép không gỉ có chiều dài 0,8 m, đường kính ngoài 3,2 mm và một ống thép không gỉ có chiều dài 4,6 m, đường kính ngoài 3,2 mm.

5.3 *Máy ghi, bảng biểu đồ* – ghi điện thế có dài đo từ 0 đến 1 mV, có đáp tuyến thời gian không quá 2 giây và mức nhiễu tối đa là $\pm 0,3\%$ của toàn thang đo.

5.4 *Bơm tiêm siêu nhỏ* có dung tích 5 μl .

5.5 *Pipet* loại 1 và 2 ml có vạch chia 0,01 ml; loại 5, 10 và 20 ml.

5.6 *Bình định mức* – Dung tích 25 và 100 ml.

5.7 *Máy rung điện*.

5.8 *Bơm chân không*

5.9 *Thiết bị bay hơi* chân không loại quay

5.10 *Bình cất* dung tích 500 ml, đay tròn, cổ ngắn, có ống nối chữ T 24/40, phù hợp thiết kế ở điều 5.9

5.11 *Đèn hồng ngoại*

5.12 *Buret* tự động dung tích 25 ml

Bảng 1 - Các thông số của thiết bị

Máy dò	Dẫn nhiệt
Cột	hai cột, thép không gỉ
Chiều dài, m	(A) 0,8; (B) 4,6
Đường kính ngoài, mm	3,2
Pha tĩnh	(A) Metyl silicon, 10% khối lượng (B) TCEP, 20% khối lượng
Chất nhồi	(A) chromosorb W, 60 đến 80 lỗ (B) chromosorb P, 80 đến 100 lỗ
Cột so sánh	Sử dụng cột hoặc giới hạn
Nhiệt độ, °C:	
Buồng tiêm mẫu	200
Máy dò	200
Cột	145
Khí mang:	helium
Vận tốc tuyến tính của khí, cm/s	6
Lưu lượng, cm ³ /phút	xấp xỉ 30
Áp suất đầu cột, KPa (psi)	xấp xỉ 200 (30)
Khoảng ghi, mV	0 đến 1
Tốc độ ghi, cm/phút	1
Cỡ mẫu, μ	2
Thời gian chạy sắc ký cho một mẫu, phút	8
Thời gian chuyển sang dòng thổi ngược, phút	khoảng 0,75 ^A

^A Phải xác định thời gian chuyển sang dòng thổi ngược cho từng hệ thống cột.

6 Vật liệu

6.1 *Khí mang* – helium, loại tinh khiết 99,99 % (**Cảnh báo** – Xem chú thích 1).

Chú thích 1 – **Cảnh báo** – Khí nén dưới áp suất cao.

6.2 *Chất nhồi* – Gach chịu lửa đã nghiền và rửa axit, sàng qua rây 60 - 80 lỗ và 80 - 100 lỗ.

6.3 *Pha lỏng* – 1, 2, 3 - tris (2 - cyanoethoxy) propan (TCEP) và methyl silicon.

6.4 *Dung môi*

6.4.1 *Methanol*, thuốc thử loại tinh khiết (**Cảnh báo** – Xem chú thích 2).

Chú thích 2 – **Cảnh báo** – Đề cháy, hơi độc. Nếu uống phải có thể gây chết hoặc mù mắt.

6.4.2 *Cloroform*, thuốc thử loại tinh khiết, (**Cảnh báo** – Xem chú thích 3).

Chú thích 3 – **Cảnh báo** – Nếu uống phải có thể gây chết người. Độc khi hít phải.

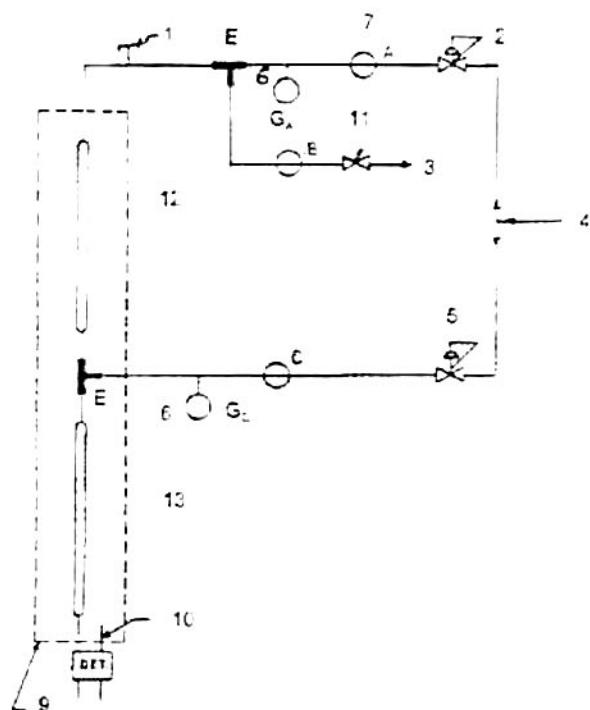
6.4.3 Clorua metyleen - dung làm sạch các cột (**Cảnh báo** - Xem chủ thích 4)

Chú thích 4 - **Cảnh báo** - Độc nếu hít phải. Nồng độ cao có thể gây bất tỉnh hoặc chết.

6.4.4 Axeton - dung làm sạch các cột (**Cảnh báo** - Xem chủ thích 5)

Chú thích 5 - **Cảnh báo** - Rất dễ cháy. Hơi có thể gây cháy.

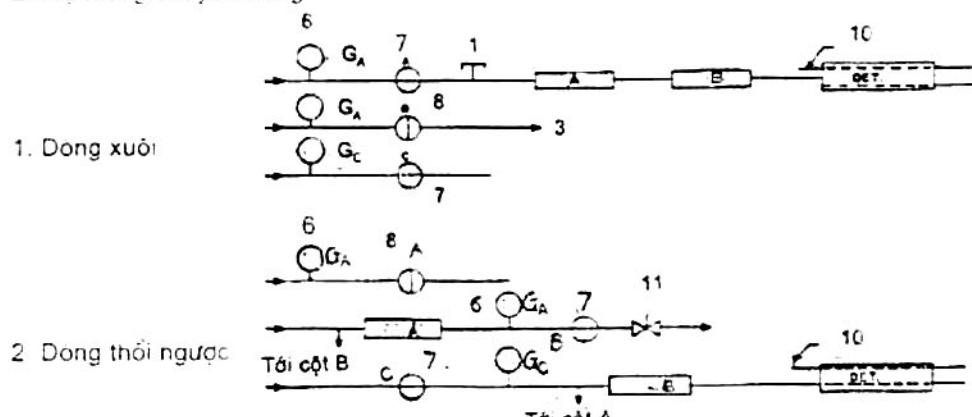
A. Hệ thống đường ống và thiết bị



Chú thích của hình 1 và hình 2

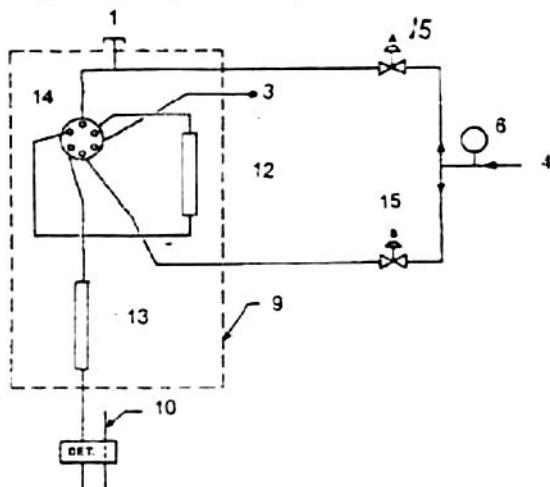
- | | |
|----|-------------------------|
| 1 | Cửa bơm máu; |
| 2 | Bộ chỉnh áp sơ cấp. |
| 3 | Lò thoát khí |
| 4 | Khi mang |
| 5 | Bộ chỉnh áp thứ cấp. |
| 6 | Đồng hồ đo áp suất |
| 7 | Vòi mồi. |
| 8 | Vòi đồng. |
| 9 | Buồng điều nhiệt |
| 10 | Buồng so sánh detector. |
| 11 | Van kim. |
| 12 | Cột A OV101. |
| 13 | Cột B TCEP. |
| 14 | Van đổi dòng 6 cửa |
| 15 | Bộ chỉnh dòng |

B. Hệ thống chuyển dòng



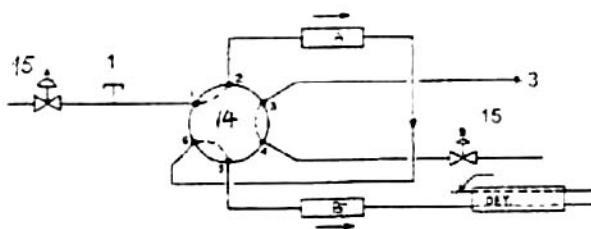
Hình 1 - Sơ đồ dòng thổi ngược bằng áp suất

A. Hệ thống đường ống và thiết bị

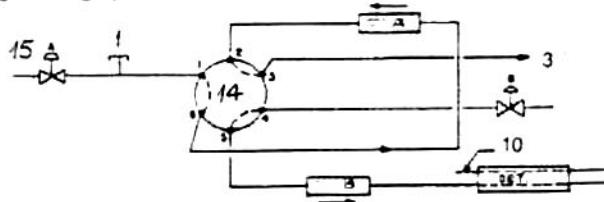


B. Hệ thống chuyển dòng

1. Dòng xuôi



2. Dòng thổi ngược



Hình 2 - Sơ đồ dòng thổi ngược bằng van

6.5 Chất chuẩn nồi

6.5.1 Metyl Etyl Keton (MEK), tinh khiết 99,9% (**Cảnh báo** – Xem chú thích 6).

Chú thích 6 – Cảnh báo – Dễ cháy, Hơi độc.

6.6 Chất chuẩn

6.6.1 Benzen, 99% mol. (**Cảnh báo** – Xem chú thích 7).

Chú thích 7 – **Cảnh báo** – Độc, gây ung thư. Nếu uống phải gây độc hoặc chết. Rất dễ cháy.

6.6.2 Iso octan, 99% mol (**Cảnh báo** – Xem chú thích 8)

Chú thích 8 – **Cảnh báo** – Rất dễ cháy. Độc khi hít phải.

6.6.3 Toluen (**Cảnh báo** – Xem chú thích 9)

Chú thích 9 – **Cảnh báo** – Dễ cháy. Hơi độc.

6.6.4 n-Nonan, 99% mol (**Cảnh báo** – Xem chú thích 10)

Chú thích 10 – **Cảnh báo** – Dễ cháy. Hơi độc.

7 Lấy mẫu

7.1 Xăng (**Cảnh báo** – Xem chú thích 11) Lấy mẫu theo tiêu chuẩn ASTM D 4057.

Chú thích 11 – **Cảnh báo** – Rất dễ cháy. Hơi độc nếu hít vào.

8 Chuẩn bị chất nhồi cột

8.1 Chuẩn bị hai loại chất nhồi cột (một loại chứa 10% khối lượng metyl silicon trên chromosorb W, một loại 20% khối lượng TCEP trên chromosorb P) theo qui trình dưới đây:

8.1.1 Chất nhồi metyl silicon - Cân 45 g chromosorb W và đổ vào bình (xem điều 5.10) có dung tích 500 ml. Hoà tan 5 g metyl silicon trong khoảng 50 ml cloroform. (**Cảnh báo** – Xem chú thích 3). Đổ dung dịch metyl silicon cloroform vào trong bình chứa chromosorb W. Gắn bình này với thiết bị bay hơi (xem điều 5.9), nối với bơm chân không và khởi động môtơ. Bật đèn hồng ngoại và để chất nhồi trộn đều đến khô.

8.1.2 Chất nhồi 1, 2, 3 - *Tns (2 - Cyanoethoxy) propan (TCEP)* – Cân 80 g chromosorb P và đổ vào bình (xem điều 5.10) có dung tích 500 ml. Hoà tan 20 g TCEP trong 200 ml methanol và rót vào bình chứa chromosorb P. Gắn bình này với thiết bị bay hơi (xem điều 5.9), nối với bơm chân không và khởi động môtơ. Bật đèn hồng ngoại và để chất nhồi trộn đều đến khô. (Không gia nhiệt vật liệu này quá 180°C).

9 Chuẩn bị cột

9.1 *Làm sạch cột* - Lam sach ống thép không gỉ như sau: Gắn phễu kim loại với một đầu của ống thép ở vị trí thẳng đứng và đặt một cốc mờ dưới đầu ra của ống. Đổ khoảng 50 ml clorua metyle (Cảnh báo - Xem chú thích 4) vào phễu để chảy qua ống thép xuống cốc thử. Lặp lại thao tác này với 50 ml axeton (Cảnh báo - Xem chú thích 5). Lấy phễu ra và gắn ống thép với ống dẫn không khí, dùng ống vinyl để nối. Dung máy hút chân không hoặc thổi khí đã lọc, không chứa dầu vào ống thép để loại bỏ toàn bộ dung môi ra.

9.2 *Nhồi cột* - Tạo trước cột A và cột B riêng rẽ để lắp vừa với máy sắc ký. Nhồi cột dài 0,8 m (cột A) bằng chất nhồi methyl silicon (điều 8.1.1) và cột dài 4,6 m (cột B) bằng chất nhồi TCEP (điều 8.1.2) theo qui trình dưới đây. Bit một đầu cột bằng nút bóng thuỷ tinh nhỏ và nối đầu này với máy hút chân không bằng ống đã bit bóng thuỷ tinh. Lắp đầu kia với một phễu polyetylen nhỏ bằng đoạn ống vinyl ngắn. Bật máy bơm chân không và đổ các vật liệu nhồi thích hợp qua phễu cho đến khi đầy cột. Trong khi nhồi cột, lắc cột bằng máy rung điện. Lấy phễu ra, tắt bơm chân không. Lấy 6 mm vật liệu nhồi trên đỉnh ra rồi nhét nút bóng thuỷ tinh vào đầu cột đó.

10 Thiết bị và thiết lập điều kiện

10.1 *Luyện cột* - Lắp cột A và B theo sơ đồ hình 1 hoặc hình 2 tùy theo hệ thống được dùng (điều 5.1). Không nối đầu ra của cột B với máy do cho đến khi các cột đã được luyện. Cho khí heli chạy qua cột với lưu tốc khoảng $40 \text{ cm}^3/\text{phut}$. Luyện cột theo nhiệt độ và khoảng thời gian cụ thể sau:

Nhiệt độ, °C	Thời gian tại nhiệt độ, giờ
50	1/2
100	1/2
150	1
170	3

10.2 *Lắp rap* - Nối đầu ra của cột B với đầu vào của máy dò. Điều chỉnh các điều kiện vận hành theo các qui định ở bảng 1, nhưng không bật máy dò. Kiểm tra sự rõ rỉ của hệ thống.

10.3 Điều chỉnh lưu lượng

10.3.1 Thiết lập hệ thống cột cho dòng thổi ngược có áp (hình 1)

10.3.1.1 Mở van A và B và đóng van C, điều chỉnh bộ chỉnh áp sơ cấp để có lưu lượng mong muốn (bảng 1) chạy qua hệ thống cột (áp suất đo xấp xỉ 205 KPa (30 psi)). Đo lưu lượng tại đầu ra của máy dò, phía buồng mẫu. Quan sát áp suất trên đồng hồ đo G_c .

10.3.1.2 Đóng van A và mở van B và C. Áp suất đọc ở đồng hồ đo G_A phải ngay lập tức giảm về không. Nếu không, mở van kim cho đến khi áp suất giảm về không.

10.3.1.3 Đóng van B, điều chỉnh bộ chỉnh áp thứ cấp cho đến khi số đọc trên đồng hồ G_c cao hơn từ 3,5 đến 7 KPa (0,5 đến 1 psi) so với áp suất đã quan sát ở điều 10.3.1.1.

10.3.1.4 Mở van B và điều chỉnh dòng thổi ngược, kiểm tra van kim cho đến khi áp suất ghi được trên đồng hồ đo G_A xấp xỉ bằng 14 đến 28 KPa (2 đến 4 psi).

10.3.1.5 *Dòng xuôi* – Mở các van A và C và đóng van B (hình 1.B.1).

10.3.1.6 *Dòng thổi ngược* – Đóng van A và mở van B (không có sự dịch chuyển đường nền khi chuyển từ dòng xuôi sang dòng thổi ngược. Nếu có sự dịch chuyển đường nền, phải tăng nhẹ áp suất thứ cấp) (hình 1).

10.3.2 *Thiết lập hệ thống cột cho dòng thổi ngược bằng van (hình 2).*

10.3.2.1 Đặt van ở vị trí dòng xuôi (hình 2.B.1), và điều chỉnh bộ chỉnh dòng A để có lưu lượng mong muốn (bảng 1). Đo lưu lượng ở đầu ra của máy dò, phía buồng mẫu.

10.3.2.2 Chuyển van sang vị trí thổi ngược (hình 2.B.2), đo lưu lượng ở đầu ra của máy dò, phía bên buồng mẫu. Nếu lưu lượng thay đổi, điều chỉnh bộ chỉnh dòng B để có lưu lượng chính xác. (Lưu lượng chính xác đến $\pm 1 \text{ cm}^3/\text{phút}$).

10.3.2.3 Đổi vài lần vị trí van từ dòng xuôi sang dòng thổi ngược và quan sát đường nền. Không được có thay đổi hoặc xê dịch đường nền sau khi đổi van lần đầu dẫn đến sự tăng vọt áp suất. Nếu có sự dịch chuyển đường nền, thi tăng hoặc giảm nhẹ bộ điều chỉnh dòng B để cân bằng đường nền. (Nếu độ chênh lệch tồn tại lâu có thể do sự rò rỉ tại nơi nào đó trong hệ thống).

10.4 Xác định thời gian chuyển sang dòng thổi ngược

Mỗi hệ thống cột có thời gian chuyển sang dòng thổi ngược khác nhau và thời gian này phải được xác định bằng thực nghiệm như sau: Chuẩn bị hỗn hợp gồm 5% thể tích isoctan trong n-nonan. Sử dụng kỹ thuật nạp mẫu theo điều 11.4 và hệ thống như nêu ở điều 10.3 ở dạng dòng xuôi, bơm 1 ul isoctan trong n-nonan. Chay sáu phổi cho đến khi n-nonan được tách ra và bút ghi trở về đường nền. Đo thời gian theo giây, kể từ khi tiêm mẫu đến khi bút ghi trở về đường nền giữa các pic isoctan và n-nonan. Tại điểm này tất cả các isoctan, nhưng không có n-nonan được tách ra. Thời gian chuyển sang chế độ dòng thổi ngược bằng xấp xỉ một nửa thời gian đã xác định được và nằm trong khoảng 30 đến 60 giây. Lặp lại thao tác trên, kể cả việc nạp mẫu, nhưng chuyển hệ thống sang chế độ dòng thổi ngược theo thời gian được xác định. Điều này dẫn đến kết quả sáu phổi của isoctan có rất ít hoặc không có n-nonan. Nếu cần thiết lặp lại thao tác, điều chỉnh thời gian chuyển sang dòng thổi ngược cho đến khi tất cả isoctan và rất ít hoặc không có n-nonan được tách ra. Thiết lập thời gian chuyển sang dòng thổi ngược, bao gồm cả việc vận hành van thực tế để sử dụng trong các lần phân tích và hiệu chuẩn tiếp theo.

11 Thiết lập đường chuẩn và chuẩn hóa

11.1 *Mẫu chuẩn* - Chuẩn bị 7 mẫu chuẩn chứa từ 0 đến 5 % thể tích benzen và từ 0 đến 20 % thể tích toluen như sau: Đối với mỗi mẫu chuẩn đo thể tích benzen và toluen theo qui định dưới đây trong bình

định mức 100 ml. Pha loãng với isoctan đến thể tích đã định, tất cả thực hiện tại nhiệt độ môi trường xung quanh.

% thể tích	Benzene	ml	% thể tích	Toluene	ml
5		5,0	20		20,0
2,5		2,5	15		15,0
1,25		1,25	10		10,0
0,67		0,67	5		5,0
0,33		0,33	2,5		2,50
0,12		0,12	1		1,0
0,06		0,06	0,5		0,50

11.2 *Pha hỗn hợp chất chuẩn* – Lấy chính xác 1,0 ml MEK cho vào bình định mức 25 ml, rồi mẫu chuẩn đầu tiên (điều 11.1) vào bình cho tới vạch mức. Tiếp tục làm như vậy đến khi các hỗn hợp được chuẩn bị xong.

11.3 *Phân tích sắc ký* – Chạy sắc ký các hỗn hợp chất chuẩn theo điều kiện đã nêu ở điều 10.4, sử dụng phương pháp nạp mẫu sau:

11.4 *Nạp mẫu* – Dùng hỗn hợp mẫu xúc sạch bơm tiêm loại 5 µl ít nhất là 3 lần, sau đó lấy vào 3 µl mẫu (tránh bọt khí trong bơm tiêm), từ từ bơm mẫu ra cho đến khi còn 2,0 µl mẫu trong bơm tiêm; dùng vải mỏng lau sạch kim tiêm và kéo ngược pistong xylanh ra để 1 đến 2 µl không khí vào bơm tiêm. Đâm kim tiêm qua nắp vách ngăn máy sắc ký và đẩy cho đến khi thân của bơm tiêm tựa vào vách ngăn đẩy pistong về phía cán và rút ngay xylanh ra khỏi máy sắc ký. Phương pháp nạp mẫu này rất cần để có các pic nhọn và đối xứng.

11.5 *Lập đường chuẩn* – Đo diện tích của cả hai pic thơm và pic của mẫu chuẩn nội theo điều 12.4. Tính tỷ lệ diện tích pic benzen với diện tích pic MEK. Vẽ đồ thị biểu thị mối tương quan giữa hàm lượng benzen với tỷ lệ. Tương tự tính và vẽ đồ thị chotoluen. Xem ví dụ hình 4. Việc chạy chuẩn phải được tiến hành để đảm bảo rằng toàn bộ hệ thống sắc ký được vận hành chính xác và để nồng độ của bất cứ thành phần nào cũng không vượt quá dài đặc trưng tuyển tính của phần bất kỳ của hệ thống như: cột, máy đo, mạch tích phân và các thành phần khác. Đường chuẩn phải là đường tuyển tính.

Chú thích 12 – Nếu đường chuẩn là đường tuyển tính có thể dùng phương pháp bình phương tối thiểu để tính hệ số hiệu chuẩn. Độ chính xác qui định ở điều 15 được xây dựng trên cơ sở số liệu nhận được từ đường chuẩn vì vậy nếu sử dụng hệ số hiệu chuẩn thì không áp dụng độ chính xác này nữa.

12 Cách tiến hành

12.1 *Chuẩn bị mẫu* – Lấy chính xác 1,0 ml MEK vào bình định mức 25 ml. Rót mẫu thử vào bình đến vạch mức và trộn đều.

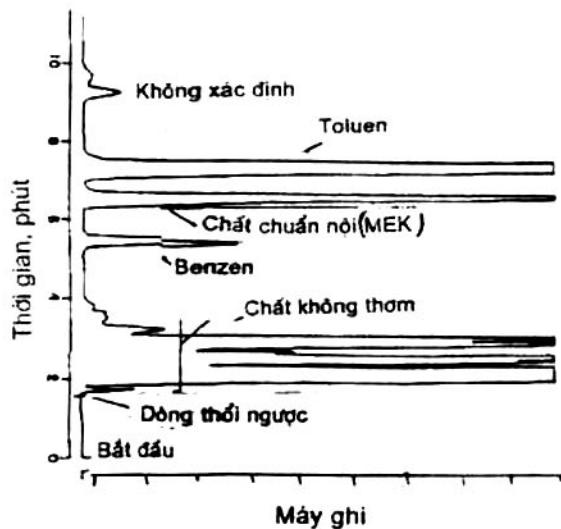
12.2 *Phân tích sắc ký* – Chạy sắc ký mẫu, theo các điều kiện đã nêu ở điều 10.4 “thời gian chuyển sang dòng thổi ngược” và phương pháp nạp mẫu theo điều 11.4. Các van phải chuyển sang chế độ dòng thổi ngược theo thời gian xác định ở điều 10.4 sao cho các cấu tử không thích hợp không vào cột B.

12.3 *Đọc sắc đồ* – Trên sắc đồ xác định benzen, toluen và các pic của chất chuẩn nội MEK theo thời gian lưu lại của các mẫu chuẩn.

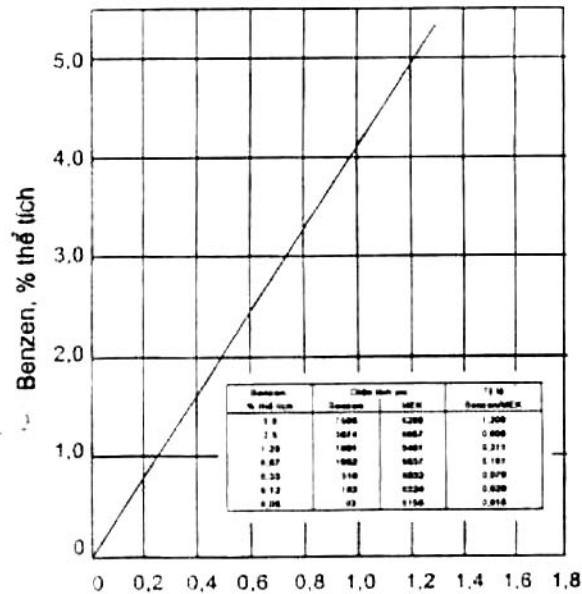
Chú thích 13 – **Mẫu** được tách ra theo trình tự hydrocacbon không thơm, benzen, MEK và toluen sử dụng OV101 và TCEP. Hình 3 là ví dụ của sắc đồ điển hình.

12.4 *Đo diện tích* – Đo diện tích dưới các pic thơm và MEK theo phương pháp qui ước.

Chú thích 14 – **Độ chính xác** qui định ở điều 15 được xây dựng từ các số liệu thu được khi sử dụng mạch tích phân hoặc máy tính xử lý trực tiếp. Nếu sử dụng phương pháp mạch tích phân đo diện tích, pic khác thì không áp dụng độ chính xác này nữa.



Hình 3 - Sắc đồ điển hình



$$\text{Tỷ lệ} = \frac{\text{Diện tích pic benzen}}{\text{Diện tích pic MEK}}$$

Hình 4 - Đường chuẩn đặc trưng đối với benzen
(xác định cho từng hệ phân tích)

13 Tính toán kết quả

13.1 Tính tỷ lệ diện tích của pic benzen vàtoluen với diện tích của pic MEK. Theo tỷ lệ diện tích các pic đã tính, từ đường cong chuẩn tương ứng đọc phần trăm thể tích chất lỏng của benzen và tolulen.

13.2 Nếu tính kết quả theo khối lượng, thì chuyển sang phần trăm khối lượng như sau

$$\text{Benzene \% khối lượng} = (V_B/D) \times 0,8844$$

trong đó

V_B là phần trăm thể tích của benzen, và

D là khối lượng riêng tương đối của mẫu tại 15,6/15,6 °C (60/60°F)

$$\text{Toluene \% khối lượng} = (V_T/D) \times 0,8719$$

trong đó

V_T là phần trăm thể tích của tolulen, và

D là khối lượng riêng tương đối của mẫu tại 15,6/15,6 °C (60/60°F)

14 Báo cáo kết quả

14.1 Báo cáo hàm lượng thể tích lỏng benzen và tolulen chính xác đến 0,1 %.

15 Độ chính xác và sai lệch

15.1 Đánh giá sự chấp nhận kết quả (độ tin cậy 95%) theo nguyên tắc dưới đây. Người sử dụng nên nghiên cứu để chọn lựa độ chính xác để phản ánh được dài nồng độ của từng thành phần

15.1.1 *Độ lặp lại* – là sự khác nhau giữa hai kết quả thử kế tiếp nhận được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, dưới các điều kiện thử 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 20 trường hợp được vượt các giá trị cho trong bảng 1.

15.1.2 *Độ tái lập* – là sự khác nhau giữa hai kết quả thử độc lập, nhận được do hai thí nghiệm viên khác nhau làm việc trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, 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 20 trường hợp được vượt giá trị cho trong bảng 2.

Chú thích 15 – Để phản ánh sự thay đổi trong thành phần của xăng, độ chính xác của phương pháp này đã được xác định từ năm 1944 sử dụng cả hai loại xăng thường và xăng có chứa oxygenat (ví dụ các ete như methyl - tert - butyl ete, etyl tert - butyl ete và tert - amyl methyl ete). Độ chính xác này không phản ánh kết quả đúng đắn với xăng

có chứa alcohol. Độ chính xác này có thể áp dụng khi nồng độ benzen (từ 0,1 đến 1,5 % thể tích) vàtoluen (từ 1,7 đến 9% thể tích) nằm trong phạm vi xác định.

Chú thích 16 – Độ chính xác của phương pháp này được xác định sử dụng loại xăng ôtô thường mua trên thị trường. Độ chính xác này có thể áp dụng khi nồng độ của benzen lớn hơn 1,5 % thể tích và của tolulen là 9 % thể tích.

Bảng 1 - Độ lặp lại

Chú thích – X là giá trị trung bình % thể tích của thành phần xác định

Thành phần	Dải nồng độ, % thể tích	Độ lặp lại	Xem chú thích
Benzen	0,1 - 1,5	0,03 (X) + 0,01	15
Benzen	> 1,5	0,03	16
Toluene	1,7 - 9	0,03 (X) + 0,02	15
Toluene	> 9	0,62	16

Bảng 2 - Độ tái lập

Chú thích – X là giá trị trung bình % thể tích của thành phần xác định

Thành phần	Dải nồng độ, % thể tích	Độ tái lập	Xem chú thích
Benzen	0,1 - 1,5	0,13 (X) + 0,05	15
Benzen	> 1,5	0,28 (X)	16
Toluene	1,7 - 9	0,12 (X) + 0,07	15
Toluene	> 9	1,15	16

15.2 Sai lệch – Vì không có phương pháp chuẩn phù hợp để xác định độ sai lệch của phương pháp này nên không công bố về độ sai lệch.