

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8360:2010
ASTM 2163-07**

Xuất bản lần 1

**KHÍ DẦU MỎ HÓA LỎNG (LPG)
VÀ HỖN HỢP PROPAN/PROPEN – XÁC ĐỊNH
HYDROCACBON BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*Standard test method for determination of hydrocarbons in liquefied petroleum (LP)
gases and propane/propene mixtures by gas chromatography*

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 8360:2010 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 2163–07 *Standard test method for determination of hydrocarbons in liquefied petroleum (LP) gases and propane/propene mixtures by gas chromatograph* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 2163–07 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 8360:2010 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.

Khí dầu mỏ hóa lỏng (LPG) và hỗn hợp propan/propen – Xác định hydrocacbon bằng sắc ký khí

Standard test method for determination of hydrocarbons in liquefied petroleum (LP) gases and propane/propene mixtures by gas chromatography

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng các hydrocacbon riêng biệt trong khí dầu mỏ hóa lỏng (LPG) và trong hỗn hợp propan/propen, ngoại trừ propen có độ tinh khiết cao trong khoảng từ C₁ đến C₅. Nồng độ các chất được xác định trong khoảng từ 0,01 đến 100 phần trăm thể tích.

1.2 Phương pháp này không xác định được hoàn toàn các hydrocacbon nặng hơn C₅ và các hợp chất phi hydrocacbon, có thể cần các phép thử bổ sung để mô tả đầy đủ mẫu LPG.

1.3 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn. Các giá trị đưa ra trong ngoặc chỉ là tham khảo.

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

2.1 Tiêu chuẩn quốc gia

TCVN 8355 (ASTM D 1265), *Khí dầu mỏ hóa lỏng (LPG) – Lấy mẫu – Phương pháp thủ công.*

TCVN 8362 (ASTM D 2598) *Khí dầu mỏ hóa lỏng (LPG) – Phương pháp tính toán các chỉ tiêu vật lý từ phân tích thành phần*

ASTM D 1835, *Standard specification for liquefied petroleum (LP) gases. (Yêu cầu kỹ thuật của khí dầu mỏ hóa lỏng)*

TCVN 8360:2010

ASTM D 2421 *Standard practice for interconversion of analysis of C₅ and lighter hydrocarbons to gas-volume, liquid-volume, or mass basis (Phương pháp chuyển đổi kết quả phân tích C₅ và các hydrocacbon nhẹ hơn sang thể tích khí, thể tích chất lỏng hoặc khối lượng cơ bản)*

ASTM D 3700 *Standard practice for obtaining LPG samples using a floating piston cylinder (Tiêu chuẩn thực hành lấy mẫu LPG sử dụng một ống xylanh piston nổi)*

ASTM D 6729 *Standard test method for determination of individual components in spark ignition engine fuels by 100 metre capillary high resolution gas chromatography (Phương pháp thử chuẩn để xác định các thành phần riêng biệt trong nhiên liệu động cơ đánh lửa bằng sắc ký khí độ phân giải cao với cột mao quản dài 100 mét)*

ASTM E 355 *Standard practice for gas chromatography terms and relationships. (Các thuật ngữ của sắc ký khí và những vấn đề liên quan)*

ASTM E 594 *Standard practice for testing flame ionization detectors used in gas or supercritical fluid chromatography. (Phương pháp thử dùng các detector ion hóa ngọn lửa trong sắc ký khí hoặc sắc ký lỏng siêu tới hạn)*

ASTM E 1510 *Standard practice for installing fused silica open tubular capillary columns in gas chromatographs. (Hướng dẫn lắp đặt các cột mao quản dạng ống mở làm bằng silic nóng chảy sử dụng trong sắc ký khí)*

2.2 Tiêu chuẩn chung của Canada

CAN/CGSB 3.0 No. 14.3 *Phương pháp thử nghiệm chuẩn để nhận biết các hợp chất hydrocacbon trong xăng ô tô bằng sắc ký khí*

2.3 Hiệp hội chế biến khí

GPA Std 2145-03 cho hexan.

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1 Định nghĩa

3.1.1 Các thuật ngữ liên quan đến việc sử dụng sắc ký khí có thể xem thêm trong ASTM E 355.

3.1.2

Khí dầu mỏ hóa lỏng (LPG) (liquefied petroleum gas)

Khí hydrocacbon có thể được tồn trữ hoặc vận chuyển và sử dụng ở dạng lỏng bằng cách nén hoặc làm lạnh hoặc kết hợp cả hai.

3.1.2.1 Giải thích: Thông thường LPG bao gồm các ankan và anken C₃ và C₄ hoặc hỗn hợp của cả hai và có chứa không quá 10 % thể tích các chất có số cacbon cao hơn. Áp suất hơi tại 40 °C thường không lớn hơn 2000 kPa.

3.2 Định nghĩa các thuật ngữ riêng của tiêu chuẩn này

3.2.1

Hỗn hợp propan/propen (propane/propene mixtures)

Hỗn hợp bao gồm chủ yếu là propan và propen, một trong hai chất đó có nồng độ trong khoảng từ 30 % đến 85 % khối lượng, chất kia chiếm phần lớn khối lượng của phần còn lại. Propan thương phẩm quy định trong ASTM D 1835 là loại điển hình của hỗn hợp sản phẩm này.

3.2.1.1 Giải thích: Các hợp chất khác có thể có trong hỗn hợp thường không quá 10 % khối lượng.

4 Tóm tắt phương pháp

Mẫu LPG được phân tích cho đi qua các van lấy mẫu khí hoặc lỏng rồi đến máy sắc ký khí và được so sánh với các hydrocacbon tương ứng được tách ra trong cùng một điều kiện làm việc từ hỗn hợp so sánh tiêu chuẩn đã biết trước thành phần hoặc từ các hydrocacbon tinh khiết được sử dụng. Giải sắc ký đồ của mẫu bằng cách so sánh thời gian lưu và diện tích của pic với thời gian lưu và diện tích của các pic thu được của hỗn hợp so sánh chuẩn hoặc với các pic của các hydrocacbon tinh khiết.

5 Ý nghĩa và ứng dụng

5.1 Sự phân bố các thành phần hydrocacbon trong khí dầu mỏ hóa lỏng và hỗn hợp propen thường được quy định sử dụng cho mục đích thương mại của các chất này. Các ứng dụng của nó như làm nguyên liệu hóa học hoặc làm nhiên liệu yêu cầu có các số liệu chính xác về thành phần để đảm bảo chúng có chất lượng đồng đều. Các lượng vết của một số tạp chất hydrocacbon trong các sản phẩm này có thể có ảnh hưởng xấu trong quá trình chế biến và sử dụng chúng.

5.2 Số liệu về thành phần các chất trong khí dầu mỏ hóa lỏng và các hỗn hợp propen có thể sử dụng để tính toán các tính chất vật lý như khối lượng riêng tương đối, áp suất hơi, và trị số octan [xem TCVN 8362 (ASTM D 2598)]. Độ chụm và tính chính xác của các số liệu về thành phần rất quan trọng khi sử dụng các dữ liệu đó tính toán các tính chất khác nhau của các sản phẩm dầu mỏ này.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Máy sắc ký khí (GC)

Dùng hệ thống sắc ký có lò cột với chương trình nhiệt độ tuyến tính. Nhiệt độ phải được kiểm soát để có được độ lặp lại của thời gian lưu là 0,05 min (3 s) trong suốt quá trình phân tích.

6.2 Detector

Nên sử dụng detector ion hóa ngọn lửa (FID) có độ nhạy là 0,5 ppm (mol) hoặc có độ nhạy nhỏ hơn đối với các hợp chất được nêu trong Bảng 1 (xem ASTM E 594).

6.2.1 Có thể sử dụng các detector khác (riêng biệt hoặc trong một hệ thống) có đủ độ nhạy, độ tuyến tính và ổn định để đo được các nồng độ quy định của các chất cần phân tích.

6.3 Máy thu nhận dữ liệu

Có thể sử dụng máy tích phân thương mại hoặc hệ thống máy tính thu nhận dữ liệu để hiển thị các tín hiệu sắc ký đồ của detector và phân tích diện tích pic. Các thiết bị phải có khả năng hiệu chuẩn và báo cáo các kết quả cuối cùng đã được hiệu chỉnh.

6.4 Nạp mẫu

Nạp mẫu chất lỏng hay mẫu hơi, phải lựa chọn kết hợp giữa kích thước van nạp và tỷ lệ chia dòng để đạt được độ nhạy quy định và nồng độ các chất trong một mẫu không lớn hơn giới hạn tuyến tính trên của detector.

6.4.1 Nếu sử dụng loại cột mao quản thì máy sắc ký phải có bộ nạp chia dòng được nung nóng hoạt động đẳng nhiệt. Tỷ lệ chia dòng trong khoảng từ 5:1 đến 200:1, với giá trị điển hình là 100:1, việc lựa chọn tỷ lệ chia dòng phụ thuộc vào thể tích mẫu nạp và độ nhạy quy định. Nếu sử dụng cột nhồi thì không yêu cầu sử dụng bộ nạp chia dòng và có thể sử dụng một cổng nạp cột nhồi phù hợp.

6.4.2 Lấy mẫu lỏng (khuyến nghị)

Máy sắc ký được lắp một van lấy mẫu lỏng để nạp từng phần mẫu vào bộ nạp chia dòng. Sử dụng các van lấy mẫu lỏng có thể tích mẫu bên trong cố định nằm trong khoảng từ 0,2 μL đến 0,5 μL hoặc van có kích thước sao cho có thể đưa ra các giới hạn phát hiện nhỏ nhất như đã nêu trong 1.1. Van này phải chịu được áp suất lớn hơn áp suất hơi của mẫu ít nhất là 1380 kPa

(200 psi) tại nhiệt độ làm việc của van. Lắp một van khóa tại đường ra cửa thải của van lấy mẫu. Màng lọc dạng bảo vệ cột nhồi có cỡ từ 2 μm đến 7 μm được lắp vào đầu nạp mẫu của van lấy mẫu để loại bỏ các chất dạng hạt lẫn trong mẫu. Van này có độ lặp lại ít nhất là 2 % thể tích mẫu tương đối. Van lấy mẫu được đặt cạnh máy sắc ký khí sao cho nó có thể hoạt động tại nhiệt độ môi trường xung quanh. Khuyến khích sử dụng chai mẫu dạng pitton nổi để hạn chế hoặc loại trừ sự bay hơi các thành phần nhẹ hơn vào khoảng không phía trên chai. Thông thường, chai nạp đầy 80 % LPG phải được nén bằng các khí trơ như heli để truyền chất lỏng thuận tiện và nạp chính xác lượng chất lỏng. Nên dùng áp suất tối thiểu lớn hơn áp suất hơi của mẫu là 200 psi. Có thể sử dụng một áp kế để xác định áp suất này. Trước khi nén, kiểm tra lại chai chứa mẫu, các đường ống vận chuyển và các van ở mức sao cho chứa mẫu được nén một cách an toàn. Để thực hiện điều đó, thông thường lắp thêm một van kiểm tra giữa chai chứa heli và chia chứa mẫu để tránh nhiễm bẩn trong trường hợp chai chứa mẫu có áp suất lớn hơn chai nén.

6.4.3 Lấy mẫu hơi (tùy chọn)

Có thể sử dụng van lấy mẫu hơi 6 cửa hoặc van đổi chiều lấy mẫu/cột 10 cửa với các ống nối 1,6 mm và một nhánh lấy mẫu cố định 200 μL . Van này được đựng trong một hộp được gia nhiệt và nhiệt độ làm việc lớn hơn nhiệt độ sôi của chất có nhiệt độ sôi lớn nhất trong mẫu. Nên sử dụng màng lọc bảo vệ cột nhồi hoặc màng lọc thủy tinh có kích thước lỗ từ 2 μm đến 7 μm phía trước cửa nạp mẫu. Van này có độ lặp lại ít nhất là 2 % thể tích mẫu tương đối nạp vào.

6.5 Bộ điều khiển khí

Máy sắc ký được trang bị các thiết bị thích hợp để phân phối và điều chỉnh lượng khí mang và các khí trong detector. Nó gồm bình chứa thích hợp và các bộ điều chỉnh đầu ra và ống cung cấp để kiểm soát tốt khối lượng và áp suất nhằm kiểm soát chính xác sự vận hành của thiết bị.

CHÚ THÍCH 1: Hầu hết các nhà cung cấp máy sắc ký khí (GC) đều có các thiết bị đó hoặc khuyến dùng các nguồn cung ứng thích hợp.

6.6 Chuỗi cột/van đổi chiều

Nếu muốn, có thể sử dụng một van nhiều cửa đã được đề cập đến để xác định olefin C_5/C_6 cho phép phân tích này. Thiết kế dạng thổi ngược phù hợp với các khuyến nghị của nhà sản xuất.

6.7 Cột

Luyện tất cả các cột phù hợp với các yêu cầu của nhà sản xuất trước khi sử dụng.

6.7.1 Cột phân tích

Cột phân tích được khuyến dùng là một cột ống hở lớp xốp rỗng (PLOT) dài 50 m có đường kính trong 0,53 mm với lớp xốp rỗng Na_2SO_4 Al_2O_3 đã khử hoạt tính. Độ lưu giữ tương đối phụ thuộc

TCVN 8360:2010

vào phương pháp khử hoạt tính của cột. (**Cảnh báo:** Thử nghiệm cột một cách chính xác để đảm bảo rằng cột không hấp phụ propadien và butadien. Sự hấp phụ này có thể xảy ra phụ thuộc vào độ khử hoạt tính của cột)

6.7.1.1 Cần phải luyện lại cột thường xuyên để duy trì tính năng của cột.

6.7.1.2 Có thể sử dụng bất kỳ loại cột nào có khả năng phân tách các chất thích hợp. Các cột dùng trong ASTM D 6729 và CGSB 3.0 No. 14.3 (dài 100 m, đường kính trong 0,25 mm, bề dày màng 0,5 μm) đã được sử dụng rất thành công.

6.7.2 Tiền cột (tùy chọn)

Nếu quá trình thổi ngược ban đầu các olefin C_5 hoặc các thành phần từ C_6 trở lên, hoặc cả hai qua van thổi ngược đổi chiều liên tục là cần thiết thì cần có một cột thứ hai. Có thể sử dụng bất kỳ loại tiền cột nào có khả năng phân tách các thành phần mong muốn và các chất phức hợp nặng hơn. Lựa chọn cột bao gồm chiều dài của cột từ 10 m đến 30 m, đường kính trong 0,53 mm, độ dày lớp màng dimetyl polysiloxan 1 μm hoặc cột mao quản polyethylenglycol hoặc một đoạn dài từ 9 cm đến 15 cm làm bằng cùng một loại vật liệu với cột phân tích hoặc sử dụng bất kỳ tiền cột nào có thể lưu giữ các olefin C_5 , hexan và các cấu tử nặng hơn. Cột này có tác dụng giữ lại các cấu tử nặng không cho đi vào cột phân tích và thổi ngược các cấu tử đó thành một pic phức hợp để detector định lượng. Tiền cột còn phải có khả năng giữ lại nước và các hợp chất hydrocacbon bị oxy hóa để không cho các chất đó đi vào cột phân tích.

7 Thuốc thử và vật liệu

7.1 Khí mang

Đối với khí mang, nên lắp đặt các máy lọc khí oxy hoạt động và các máy sấy ẩm như rây phân tử trước thiết bị để bảo vệ hệ thống các cột sắc ký. Phải tuân theo hướng dẫn sử dụng bộ lọc khí của nhà cung cấp và thay thế khi cần thiết.

7.1.1 Khí hydro

Độ tinh khiết nhỏ nhất là 99,995 %, có hàm lượng nước < 0,1 ppm. (**Cảnh báo:** Hydro là một khí dễ cháy dưới áp suất cao).

7.1.2 Heli

Độ tinh khiết nhỏ nhất là 99,995 %, có hàm lượng nước < 0,1 ppm. (**Cảnh báo:** Các chất đó dễ cháy, độc và nguy hiểm nếu hít hoặc nuốt phải).

7.2 Các khí cho detector

7.2.1 Khí hydro

Độ tinh khiết nhỏ nhất là 99,99 %. (**Cảnh báo:** Hydro là một khí dễ cháy dưới áp suất cao).

7.2.2 Không khí

Có hàm lượng tổng các hydrocacbon và hàm lượng nước nhỏ hơn 10 ppm đối với mỗi loại. (**Cảnh báo:** Các chất đó dễ cháy, độc và nguy hiểm nếu hít hoặc nuốt phải).

7.3 Các chất chuẩn so sánh

7.3.1 Độ tinh khiết của thuốc thử

Trong toàn bộ các phép thử đều sử dụng các thuốc thử cấp hóa học. Nếu không có chỉ định nào khác thì tất cả các thuốc thử phải phù hợp với các tiêu chuẩn kỹ thuật hiện hành. Có thể sử dụng các cấp thuốc thử khác, với điều kiện tiên quyết là phải biết chắc chắn rằng thuốc thử này có độ tinh khiết cao để cho phép sử dụng mà không giảm đi độ chính xác của phép xác định.

7.3.2 Hỗn hợp khí chuẩn

Có thể sử dụng các chất chuẩn có thành phần là hỗn hợp hay đơn chất hiện có trên thị trường để chuẩn hóa định tính và định lượng. Các hỗn hợp tiêu chuẩn dùng để chuẩn hóa phải được chuẩn bị bằng phương pháp khối lượng, cung cấp các nồng độ khối lượng và nồng độ thể tích theo tính toán và được cấp giấy chứng nhận. Vì sự có mặt của metan và etan dẫn tới áp suất riêng phần cao, do đó phải hạn chế thành phần của các chất này không lớn hơn 0,2 % thể tích của hỗn hợp đó. Cần chú ý rằng các chất chuẩn để chuẩn hóa chứa trong chai piston nổi được nén tới áp suất lớn hơn áp suất hơi của hỗn hợp ít nhất là 1380 kPa (200 psi) tại mọi thời điểm (sử dụng một nguồn áp suất ổn định). Các chai chứa LPG thông thường cũng có thể sử dụng được nếu chúng có thể duy trì mức áp suất yêu cầu. Hỗn hợp lỏng có chứa các mức của từng chất phân tích được dẫn ra trong Bảng 1 tương đương với loại LPG cần được phân tích sẽ được dùng để chuẩn hóa thiết bị. (**Cảnh báo:** Các chất này dễ cháy, độc nếu nuốt hay hít phải).

7.3.3 Hỗn hợp khí hiệu chuẩn

Hỗn hợp khí đã biết thành phần có nồng độ các chất tương tự như mẫu cần phân tích được dùng để điều chỉnh độ chụm và độ chệch. Đối với mẫu lỏng, cần đặc biệt lưu ý sao cho hỗn hợp phải được chứa trong chai piston nổi hay chai khác được nén đến áp suất tối thiểu phải lớn hơn áp suất hơi của hỗn hợp khí là 1380 kPa (200 psi) trong suốt thời gian chứa (nên dùng một nguồn áp suất ổn định).

Bảng 1 – Trình tự và thời gian lưu dự kiến

Thành phần	Thời gian lưu dự kiến (min) (sử dụng điều kiện hoạt động điển hình của cột PLOT Al ₂ O ₃)	Thời gian lưu dự kiến (min) (sử dụng điều kiện hoạt động điển hình của cột 100 m dimetyl polysiloxan)	FID	TCD
Hỗn hợp C ₅ ⁻ /C ₆ ⁺ (hỗn hợp thổi ngược)	NA ^A	...	x	x
Hỗn hợp không khí (O ₂ , Ar, N ₂ , Co)	NA ^A	x
Metan	1,9	6,5	x	x
Etan	2,1	6,7	x	x
Propan	2,7	7,3	x	x
Cyclo propan	3,4	...	x	x
Propen	3,5	7,2	x	x
2-Metyl propan (isobutan)	4,0	8,4	x	x
Butan	4,2	9,5	x	x
Propadien	4,7	...	x	x
Etyl (axetylen)	5,0	...	x	x
Trans-2-buten	5,5	9,9	x	x
1-buten	5,6	9,2	x	x
2-metyl propen (isobuten)	5,7	9,1	x	x
2,2-dimetyl propan (neopentan)	5,9	10,1	x	x
Cis-2-buten	6,2	10,6	x	x
Cyclopentan	6,7	25,8	x	x
2-metyl butan (isopentan)	6,8	14,0	x	x
pentan	7,2	16,9	x	x
1,3-butadien	7,5	9,3	x	x
Propyl (metyl axetylen)	7,9	...	x	x
>nC ₅ (tổng các olefin C ₅ và các olefin nặng hơn)	8,1 đến điểm kết thúc	...	x	x
^A Không thể áp dụng				
^B Các hỗn hợp n-hydrocarbon lớn hơn C ₅ có thể được phân tích riêng báo cáo riêng biệt.				

8 Chuẩn bị thiết bị

8.1 Lắp ráp hệ thống thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất hoặc theo chỉ dẫn của tiêu chuẩn này.

8.2 Lắp đặt và luyện cột theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Xem tiêu chuẩn ASTM E 1510 để biết rõ cách lắp đặt và luyện cột .

8.3 Đặt các thông số hoạt động cho máy sắc ký khí. Để máy ổn định trước khi thực hiện hiệu chuẩn và nạp mẫu. Điều kiện hoạt động điển hình cho cả hai loại cột phân tích loại PLOT và loại 100 % dimetyl polysiloxan được nêu trong Bảng 2. Các điều kiện hoạt động của cột dimetyl polysiloxan tương tự như điều kiện được nêu trong ASTM D 6729.

8.4 Nhận hai bản sắc ký đồ giống nhau của mẫu chuẩn hoặc mẫu phân tích hoặc cả hai loại mẫu nói trên. Đảm bảo rằng không có pic nào thu được vượt quá khoảng giới hạn trên của thiết bị

xử lý dữ liệu (tại thang đo đầy đủ của thiết bị xử lý dữ liệu, tất cả các pic đều nằm trong thang đo và hiển thị các pic có dạng Gauss đối xứng chứ không phải là các đỉnh pic dẹt). Diện tích pic của các chất giống nhau sẽ nằm trong khoảng 2 %. Trong tất cả các quy trình, sử dụng cùng một lượng mẫu (tỷ lệ chia dòng) và cùng dải đo. Ví dụ về các sắc ký đồ được nêu trong Hình 1 và Hình 2.

8.5 Van lấy mẫu lỏng (khuyến nghị)

Đặt số lần đóng và mở van lấy mẫu theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

8.6 Van lấy mẫu khí (tùy chọn)

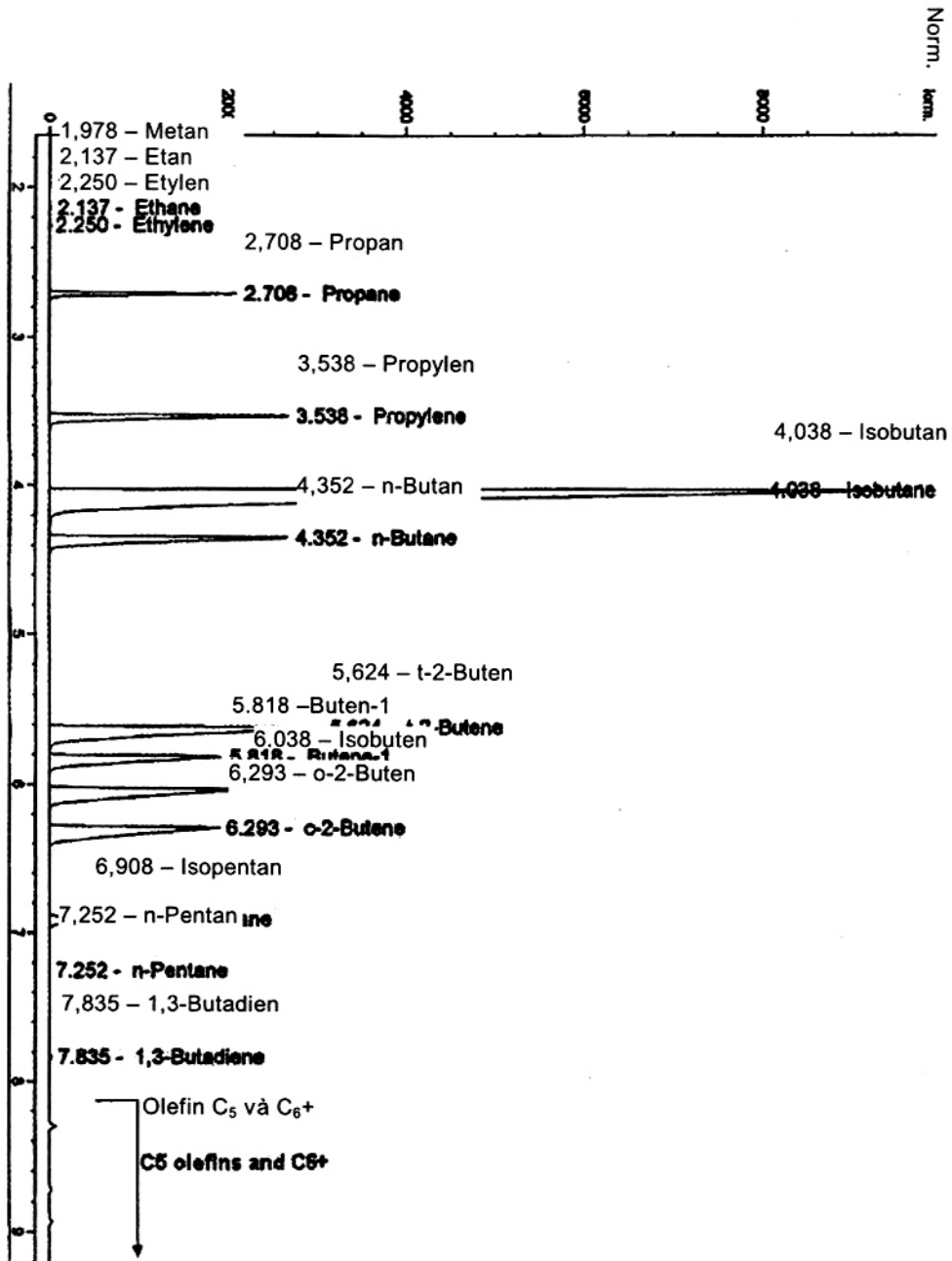
Đặt số lần đóng mở van lấy mẫu theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

8.7 Van đổi chiều (thổi ngược) (tùy chọn)

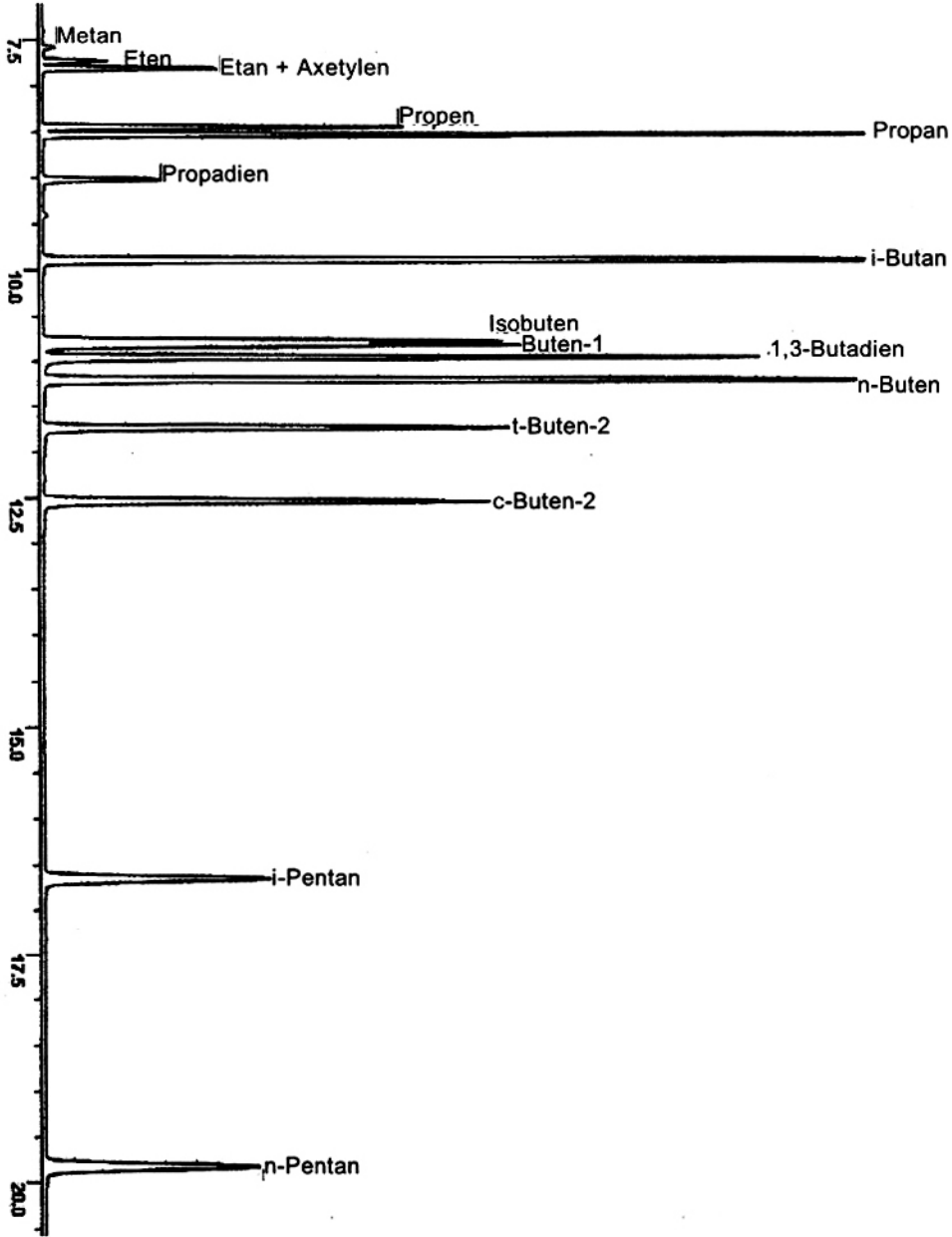
Nếu van đặt ở trạng thái “đóng” thì cho phép một dòng thổi ngược liên tục qua tiền cột. Trước hoặc trong lúc nạp mẫu, phải vận van về vị trí “mở” sao cho tiền cột được đặt tại phía đầu dòng chảy từ van mẫu. Tại thời điểm mà thời điểm này phải xác định bằng thực nghiệm và nó phụ thuộc vào chiều dài và tiền cột được sử dụng, thì van phải vận lại về vị trí “đóng”, làm cho dòng thổi ngược qua tiền cột và thổi các chất rửa giải từ cột phân tích tới đầu của detector. Việc xác định thời gian đổi chiều đó có thể phải thực hiện các thử nghiệm lặp lại và nội suy. Tuy nhiên, mỗi lần thời gian được xác định thì nó phải có tính lặp lại cho tất cả các mẫu thử của các chất tương tự.

Bảng 2 - Các điều kiện hoạt động điển hình

Dạng cột	100 % dimetyl polysiloxan	Al ₂ O ₃ PLOT- Na ₂ SO ₄ hoạt tính
Kích thước cột	100 m × 0,25 mm × 0,5 μm	50 m × 0,53 mm × 15 μm
Thổi ngược	Không	Không
Nhiệt độ ban đầu	0 °C	80 °C
Thời gian giữ ban đầu	15 min	1 min
Tốc độ lập trình 1	1 °C/min	10 °C/min
Nhiệt độ cuối	50 °C	200 °C
Tốc độ lập trình 2	2 °C/min	...
Nhiệt độ cuối	130 °C	...
Tốc độ lập trình 3	4 °C/min	...
Nhiệt độ cuối	270 °C	...
Thời gian giữ cuối	0 min	12 min
Nhiệt độ đầu vào	250 °C	250 °C
Khối lượng mẫu	0,2 đến 0,5 μL	0,2 μL
Tỷ lệ chia dòng	175:1 đến 275:1	100:1
Nhiệt độ detector	300 đến 350 °C	250 °C
Lưu lượng khí nhiên liệu H ₂	30 đến 40 mL/min	40 mL/min
Lưu lượng không khí oxy hóa	300 đến 400 mL/min	400 mL/min
Loại khí bổ sung	N ₂ hoặc He	He
Lưu lượng khí bổ sung	30 mL/min	35 mL/min
Khí mang	He 2 mL/min (tùy chọn H ₂)	He ở 6 mL/min
Vận tốc tuyến tính trung bình	25 cm/s	45 cm/s
Tốc độ truyền dữ liệu	10 đến 20 Hz	5 Hz
Khoảng thời gian hoạt động	140 min	25 min



Hình 1 – Ví dụ sắc ký đồ sử dụng cột PLOT (không có thời ngược)



Hình 2 – Ví dụ sắc ký đồ sử dụng cột Dimethylpolysiloxan

9 Hiệu chỉnh và chuẩn hóa

9.1 Định tính

Xác định thời gian lưu của các cấu tử bằng cách phân tích các hỗn hợp so sánh đã biết theo đúng như cách phân tích các mẫu thử (Điều 10). Thời gian lưu điển hình được nêu trong Bảng 1.

9.2 Định lượng các hydrocacbon

Sử dụng hệ số đáp ứng để hiệu chỉnh các tín hiệu của detector để xác định các hydrocacbon trong phương pháp này. Có thể sử dụng các hệ số đáp ứng thực nghiệm hoặc lý thuyết.

9.2.1 Hệ số đáp ứng thực nghiệm

Xác định hệ số đáp ứng thực nghiệm của các cấu tử bằng cách phân tích các hỗn hợp hiệu chuẩn đã biết dưới các điều kiện về nhiệt độ và áp suất tương tự như phân tích mẫu thử (Điều 10). Với mỗi cấu tử trong chất chuẩn hiệu chỉnh, cần tính hệ số đáp ứng theo Công thức 1 (Chú ý rằng một số hệ thống dữ liệu tích phân hoặc máy tính có thể sử dụng một công thức khác (trong một số trường hợp là ngược với công thức đã cho) để tính toán hệ số đáp ứng). Sau khi xác định được hệ số đáp ứng của mỗi cấu tử, tiến hành phân tích một chuẩn thứ hai như một mẫu thử và kiểm tra sao cho nồng độ các chất trong đó đạt được giá trị đã cho của chất chuẩn trong khoảng độ chụm và độ chệch của phương pháp này như đã xác định bằng các thí nghiệm liên phòng.

$$RF_i = C_i/A_i \quad (1)$$

trong đó

RF_i là hệ số đáp ứng của cấu tử i ;

C_i là nồng độ biết trước của cấu tử i ;

A_i là diện tích tích phân của pic i .

9.2.2 Hệ số đáp ứng lý thuyết

Nếu mẫu thử được phân tích chỉ gồm các hydrocacbon sử dụng detector in hóa ngọn lửa (FDI) để xác định các cấu tử đó, thì có thể dùng hệ số đáp ứng lý thuyết. Các kết quả sau đó sẽ được chuẩn hóa đến 100 %.

9.2.2.1 Bảng 3 nêu các hệ số đáp ứng khối lượng lý thuyết tương đối với metan (RRF). Sử dụng các hệ số này sẽ cho các kết quả theo đơn vị phần trăm khối lượng, các đơn vị này có thể chuyển đổi sang các đơn vị khác (phần trăm thể tích lỏng hoặc phần trăm mol) nếu cần thiết. Một cách khác, có thể chuyển đổi các hệ số đáp ứng lý thuyết sang các đơn vị khác trước khi định lượng. Có thể định lượng các cấu tử rời giải riêng biệt olefin C_5 hoặc các cấu tử C_6^+ hoặc cả hai bằng cách sử dụng cùng một RRF như pic phức hợp C_5^*/C_6^+ .

9.2.2.2 Trước khi chấp nhận hiệu chuẩn, cần so sánh các kết quả tính toán được với các giá trị đã được chứng nhận của một mẫu chuẩn đã biết thành phần. Chất chuẩn phải chứa tất cả các cấu tử điển hình quan sát được trong các mẫu thử. Kết quả được chấp nhận khi lệch với giá trị chuẩn trong khoảng 5 %. Kết quả so sánh không đạt có thể do không có sự tuyến tính khi phân tách dòng nạp hoặc do đã sử dụng chất chuẩn không được bảo quản trong điều kiện áp suất.

9.3 Kiểm soát chất lượng

Khi thường xuyên áp dụng phương pháp thử, chất chuẩn sơ cấp và thứ cấp phải được phân tích ít nhất một lần một tuần để kiểm nghiệm độ chính xác của hệ thống. Nếu chỉ thỉnh thoảng mới sử dụng phương pháp thử này thì phân tích chất chuẩn sơ cấp và thứ cấp trước mỗi loạt phân tích.

Bảng 3 – Hệ số đáp ứng khối lượng lý thuyết tương đối^A

Thành phần	RRF _i	Thành phần	RRF _i
Metan	1,0	1-buten	0,874
Etan	0,937	2-metyl propen (isobuten)	0,874
Eten (etylen)	0,874	Cis-2-buten	0,874
Propan	0,916	2,2-dimetyl propan (neopentan)	0,895
Propen (propylen)	0,874	2-metyl butan (isopentan)	0,899
Cyclopropan	0,874	Propyl (metyl axetylen)	0,834
2-Metyl propan (isobutan)	0,906	Cyclopentan	0,849
Ethyne (axetylen)	0,813	n-pentan	0,899
Propadien	0,834	1,3-butadien	0,843
Butan	0,906	Hỗn hợp C ₅ ⁼ /C ₆ ⁺ (chỉ thổi ngược)	0,885
Trans-2-buten	0,874	>nC ₅ (C ₅ ⁼ và nặng hơn)	0,885

^A Các giá trị RF thu được từ phương pháp thử D 6729.

Tất cả các hệ số đáp ứng là tương đối so với hệ số đáp ứng của metan theo công thức sau:

$$RRF_i = (MW_i/NC_i) \times (1/MW_{metan})$$

trong đó

RRF_i là hệ số đáp ứng tương ứng của mỗi chất đối với metan;

MW_i là phân tử khối của mỗi chất;

NC_i là số nguyên tử cacbon trong phân tử;

MW_{metan} là khối lượng phân tử của metan.

10 Cách tiến hành

10.1 Lấy mẫu

Lấy mẫu tại nguồn mẫu và tại máy sắc ký luôn được tiến hành theo cách đảm bảo rằng mẫu được phân tích là mẫu đại diện. Trong phương pháp thử này do không có độ chụm và độ chính xác nên thường dẫn đến quy trình lấy mẫu không đúng. [Xem TCVN 8355 (ASTM D 1265) và ASTM D 3700].

10.2 Nạp chất lỏng qua van lấy mẫu

Với mẫu propen đậm đặc, các mẫu butan hoặc các mẫu LPG khác, có thể nạp mẫu theo cách nạp chất lỏng qua van lấy mẫu chất lỏng. Đặc biệt lưu ý nên sử dụng xylanh chứa mẫu dạng piston nổi và mẫu đó được nén tới áp suất lớn hơn áp suất hơi của mẫu là 1380 kPa (200 psi) trước khi tiến hành lấy mẫu.

10.2.1 Trong tủ hút, trước khi nối xylanh nạp mẫu, lật ngược xylanh và làm sạch bằng cách cho một lượng mẫu nhỏ chảy qua van trên ống xylanh mẫu để loại bỏ hơi ẩm và các tạp chất dạng hạt có thể có trong xylanh.

10.2.2 Nối chất lỏng chuẩn được nén với cửa "mẫu vào" của van lấy mẫu chất lỏng và khóa van chặn chất thải. Mở van xả trên xylanh mẫu chuẩn và mở van chặn chất thải trong vòng 10 s đến 15 s để dòng mẫu chảy qua van lấy mẫu. Cho mẫu lỏng chảy qua van vài lần trước khi nạp mẫu để làm lạnh cục bộ và làm cho việc nạp mẫu lặp lại tốt. Khi chất lỏng chảy qua van, đóng nhanh van chặn chất thải, sau đó vặn van lấy mẫu chất lỏng để nạp mẫu.

10.2.3 Nếu lựa chọn sử dụng thổi ngược, đổi chiều van thổi ngược tại thời đã được xác định trước bằng thực nghiệm để rửa giải hỗn hợp C_5^-/C_6^+ qua detector.

10.3 Van nạp mẫu chất khí (tùy chọn)

Làm bay hơi mẫu chất lỏng theo các bước từ 10.3.1 đến 10.3.5, hoặc sử dụng một thiết bị bay hơi bằng nhiệt lắp trực tiếp trên đường ống và được bảo ôn đến van lấy mẫu chất khí như mô tả trong 10.3.6. Rửa nhánh lấy mẫu khí bằng một lượng mẫu thử từ 5 mL đến 10 mL, đóng van chai chứa và để áp suất mẫu đạt cân bằng với áp suất khí quyển (dùng chân) trước khi cho mẫu vào trong dòng khí mang.

10.3.1 Trong tủ hút, trước khi nối chai chứa, lật ngược chai và xả một lượng mẫu nhỏ qua van trên chai để loại bỏ ẩm hoặc các tạp chất dạng hạt có thể có trong chai.

10.3.2 Chai lấy mẫu thứ hai, gồm có hai van cầu nối với nhau và có một thể tích khoảng 1 mL, được nối với cửa xả chất lỏng trên chai chứa mẫu.

10.3.3 Hút chân không tại chai thứ hai bao gồm cả phần nối với cửa xả lồng của chai chứa mẫu để đạt áp suất khoảng 0,13 kPa (1 mmHg). Đóng tất cả các van.

10.3.4 Mở từ từ van xả mẫu của chai chứa mẫu để làm đầy phần nối với chất lỏng. Mở van cầu nạp của chai thứ hai và nạp đầy chất lỏng vào bình đó. Giữ chai chứa mẫu chất lỏng thẳng đứng cùng với chai thứ hai trên đáy, mở van cầu xả và cho một phần chất lỏng vào để làm sạch chai thứ hai. Để thực hiện được điều đó, đóng van cầu xả, sau đó là van cầu nạp và van xả của chai chứa mẫu. Tháo kết nối với chai thứ hai.

10.3.5 Nối chai thứ hai với chai chứa mẫu với thể tích khoảng 100 mL có lắp các van kim hoặc các van ngắt dòng. Mở các van của chai chứa mẫu và tiến hành hút chân không chai chứa mẫu và hệ thống ống kèm theo. Đóng van xả của chai chứa mẫu và mở từ từ van xả của chai thứ hai để cho mẫu chất lỏng bay hơi vào trong bình đã được hút chân không. Đóng tất cả các van. Chai chứa mẫu 100 mL sẽ chứa một chất hơi đại diện cho mẫu thử lỏng và có áp suất áp kế từ 69 kPa đến 138 kPa (10 psi đến 20 psi). Khí này có thể sử dụng để làm sạch nhánh lấy mẫu của van lấy mẫu chất khí như nêu trong 11.1.

10.3.6 Một cách khác để nạp mẫu hơi là sử dụng một thiết bị cấp nhiệt bay hơi lắp trực tiếp trên đường ống, thiết bị này được bảo ôn đến cả van lấy mẫu khí. Thiết bị đó gồm một ống có thể tích khoảng 10 mL được cho vào một hộp gia nhiệt (hộp đó phải chứa chất có khối lượng cao có nhiệt độ khoảng 60 °C). Đầu ra của ống phải được bảo ôn và được nối với van lấy mẫu chất khí. Nối chai chứa mẫu lỏng với đầu vào của đoạn ống được gia nhiệt. Sử dụng van xả chai chứa mẫu, cho liên tiếp vài phần nhỏ của mẫu chất lỏng đi qua ống. Để nhánh lấy mẫu của van lấy mẫu khí đạt cân bằng với áp suất khí quyển, sau đó xoay van lấy mẫu chất khí để nạp mẫu đã được hóa hơi.

11 Tính toán

11.1 Tính toán hiệu chuẩn ngoại suy (khuyến nghị)

Tính toán nồng độ của mỗi cấu tử theo Công thức 2. Xác định hàm lượng tổng của các hydrocarbon bằng cách cộng nồng độ của các cấu tử. Nếu mẫu thử đã biết chỉ có các hydrocarbon, thì kết quả sẽ được chuẩn hóa đến 100 %. Đôi khi, các kết quả đã chuẩn hóa sẽ không bằng chính xác với 100 % do phép làm tròn. Trong trường hợp đó, phần chênh lệch nhỏ được thêm vào cấu tử lớn nhất. Như nêu trong 1.2, phương pháp này không xác định được các chất phi hydrocarbon và phép chuẩn hóa sẽ dẫn tới làm lệch lạc các dữ liệu.

$$SC_i = RF_i \times SA_i \quad (2)$$

trong đó

SC_i là nồng độ của cấu tử i trong mẫu thử;

RF_i là hệ số đáp ứng của cấu tử i ;

SA_i là diện tích tích phân của pic i .

11.2 Tính toán các hệ số hiệu chuẩn đáp ứng tương đối theo lý thuyết

Nếu sử dụng một detector ion hóa ngọn lửa để xác định các chất, thì có thể áp dụng các hệ số đáp ứng theo lý thuyết được nêu trong Bảng 3, thay cho RF_i . Các kết quả sẽ được chuẩn hóa đến 100 %. Sử dụng các hệ số đáp ứng này sẽ tạo ra các kết quả theo đơn vị là phần trăm khối lượng, các kết quả đó có thể chuyển đổi thành các đơn vị khác (phần trăm thể tích chất lỏng hoặc phần trăm mol). Một cách khác là các hệ số đáp ứng theo lý thuyết có thể chuyển đổi sang đơn vị khác trước khi định lượng. Khi định lượng sử dụng các hệ số đáp ứng theo lý thuyết không được phép đánh giá các mẫu có mặt các chất phi hydrocacbon. Ví dụ về cách tính chuyển đổi đơn vị được trình bày trong ASTM D 2421. Nếu có mặt các chất phi hydrocacbon, các kết quả sử dụng phương pháp tính toán đó sẽ không là đại diện cho toàn mẫu hoặc không có giá trị.

12 Báo cáo thử nghiệm

12.1 Báo cáo nồng độ của mỗi cấu tử theo phần trăm thể tích lỏng (% thể tích) chính xác đến 0,01 %.

12.2 Các hợp chất olefin C_5 và cao hơn hexan được rửa giải riêng lẻ có thể được tập hợp thành nhóm hoặc báo cáo riêng.

13 Độ chụm và độ chệch

13.1 Độ chụm của phương pháp này (Bảng 4) thu được bằng cách khảo sát thống kê các kết quả giữa các phòng thí nghiệm. Các dữ liệu về độ chụm có tính chất tạm thời và các dữ liệu chính xác hơn sẽ được phát triển trong một chương trình thử nghiệm liên phòng trước khi phê chuẩn mới giấy phép với thời hạn 5 năm theo yêu cầu của chính quyền.

13.2 Hiện nay, phương pháp này không xác định được độ chệch, do không có chất chuẩn để so sánh.

Bảng 4 – Độ lặp lại của độ lệch chuẩn

Thành phần	Độ lặp lại của độ lệch chuẩn	
	% thể tích	
Metan	0,0014	
Etan	0,0009	
Etylen	0,0018	
Propan	0,0731	
Propylen	0,0854	
Isobutan	0,0043	
n-Butan	0,0071	
Propadien	0,0004	
Axetylen	0,0004	
t2-buten	0,0036	
1-buten	0,0057	
Isobutylen	0,0025	
c2-buten	0,0195	
Cyclopentan	0,0132	
Isopentan	0,0023	
n-pentan	0,0048	
1,3-butadien	0,0006	
Metyl axetylen	0,0001	
3m 1-buten	0,0014	
t2-penten	0,0018	
2m 2-buten	0,0008	
1-penten	0,0013	
2m 1-buten	0,0010	
c2-penten	0,0007	

Phụ lục A

(Tham khảo)

Hệ số đáp ứng lý thuyết**A.1 Chuyển đổi từ kết quả khối lượng sang thể tích**

Ví dụ về chuyển đổi của các hệ số đáp ứng khối lượng lý thuyết sang hệ số đáp ứng thể tích được nêu trong Bảng A.1. Do metan khó lưu giữ trong một mẫu chuẩn LPG, nên các hệ số đáp ứng là tương đối với hệ số đáp ứng của n-butan.

A.2 So sánh các hệ số đáp ứng theo lý thuyết và theo thực nghiệm

Khi sử dụng các hệ số đáp ứng theo lý thuyết hoặc theo thực nghiệm để định lượng, thì nên có một đánh giá sơ bộ của các hệ số đáp ứng theo thực nghiệm. Các giá trị thực nghiệm phải được so sánh với các giá trị lý thuyết trong khoảng 5 %. Sự không phù hợp tiêu chí này là một điển hình cho thấy không thể có một áp suất đủ để giữ các thành phần nhẹ trong pha lỏng. Trong trường hợp đó, hiệu chuẩn với chất chuẩn này sẽ cho kết quả phân tích mẫu không chính xác. Nếu chất chuẩn được khẳng định là tốt, thì các kết quả có thể bị sai khác do vấn đề của thiết bị. Trong trường hợp đó, các vấn đề trong dụng cụ phải được hiệu chỉnh trước khi tiếp tục hiệu chuẩn.

A.2.1 Nếu các chất chuẩn LPG được báo cáo theo phần trăm thể tích lỏng, thì các giá trị chuyển đổi trong Bảng A.2 sẽ cho phép xác định được hệ số phản hồi khối lượng tương đối theo lý thuyết.

Bảng A.1 - Chuyển đổi hệ số đáp ứng khối lượng lý thuyết sang hệ số đáp ứng thể tích tương đối với n-Butan

Thành phần	Hệ số đáp ứng khối lượng lý thuyết RRF_i	Khối lượng riêng tương đối 15,6/15,6 °C (60/60 °F) ^A	Hệ số đáp ứng thể tích lý thuyết (hệ số đáp ứng khối lượng RRF_i /khối lượng riêng)	Hệ số đáp ứng thể tích lý thuyết RFF_i (tương ứng với butan)
Metan	1,000	0,300	3,3333	2,149
Etan	0,937	0,3564	2,6291	1,695
Eten (etylen)	0,874	0,3700 ^B	2,3622	1,523
Propan	0,916	0,5074	1,8053	1,164
Propen (propylen)	0,874	0,5226	1,6724	1,078
2-Metyl propan (isobutan)	0,906	0,5629	1,6095	1,038
Etyl (axetylen)	0,811	0,4180	1,9402	1,252
Propadien	0,831	0,6000	1,3850	0,893
n-Butan	0,906	0,5841	1,5511	1,000
Trans-2-buten	0,874	0,6112	1,4300	0,922
1-buten	0,874	0,6004	1,4557	0,938
2-metyl propen (isobuten)	0,874	0,6015	1,4530	0,937
Cis-2-buten	0,874	0,6286	1,3904	0,896
2,2-dimetyl propan (neopentan)	0,899	0,5967	1,5066	0,971
2-metyl butan (isopentan)	0,899	0,6246	1,4393	0,928
Propylen (metyl axetylen)	0,843	0,6210	1,3575	0,875
n-pentan	0,899	0,6311	1,4245	0,918
1,3-butadien	0,843	0,6272	1,3441	0,867
Hỗn hợp C_5^-/C_6^+	0,885	0,6641 ^C	1,3326	0,859

^A Xem DS4B, Hằng số vật lý của các hợp chất hydrocacbon và phi hydrocacbon, ASTM quốc tế 1991.

^B Xem ASTM D 2421-95

^C Xem GPA Std 2145-03 cho hexan. Lưu ý rằng giá trị trong bảng được làm tròn tới 4 số thập phân từ giá trị có 5 số thập phân trong tiêu chuẩn GPA.

Bảng A.2 – Đánh giá hệ số đáp ứng khối lượng theo lý thuyết của khí dầu mỏ hóa lỏng

Chuyển đổi từ phần trăm thể tích sang phần trăm khối lượng							
#	Thành phần	% thể tích được chứng nhận	Khối lượng riêng tương đối 15,6/15,6 °C (60/60°F) ^A		% Thể tích được chứng nhận x khối lượng riêng tương đối		% khối lượng
			x	=	x	=	
1	Etan	1,800		0,3564		0,64	1,13
2	Propan	13,000		0,5074		6,60	=100/tổng 11,62
3	Propylen	10,300		0,5226		5,38	= 1,762 9,49
4	isobutan	25,800		0,5629		14,52	25,59
5	n-Butan	10,600		0,5841		6,19	10,91
6	Trans-2-buten	7,000		0,6112		4,28	7,54
7	Buten-1	9,930		0,6004		5,96	10,50
8	Isobutylen	14,500		0,6015		8,72	15,37
9	Cis-2-buten	2,880		0,6286		1,81	3,19
10	Isopentan	2,470		0,6246		1,54	2,72
11	n-pentan	0,024		0,6311		0,02	0,003
12	1,3-butadien	1,150		0,6272		0,72	1,27
13	Hexan	0,550		0,6641		0,37	0,64
		100,00				56,75	100,0

Tính toán hệ số đáp ứng khối lượng thực nghiệm

#	Cấu tử	% khối lượng	Diện tích pic		Thể tích RF (MRF)	RF n-butan	Khối lượng thực nghiệm RF tương đối với n-butan
			/	=			
1	Etan	1,13		2120		5,38E-04	1,074
2	Propan	11,62		22007		5,28E-04	1,055
3	Propylen	9,49		19931		4,76E-04	0,950
4	isobutan	25,59		50050		5,11E-04	1,021

Bảng A.2 (tiếp theo)

Tính toán hệ số đáp ứng khối lượng thực nghiệm								
#	Cấu tử	% khối lượng	Diện tích pic		Thể tích RF (MRF)		RF n-butan	Khối lượng thực nghiệm RF tương đối với n-butan
			/	=	/	=		
5	n-Butan	10,91		21787		5,01E-04	5,01E-04	1,000
6	Trans-2-buten	7,54		15056		5,01E-04		1,000
7	Buten-1	10,50		21042		4,99E-04		0,997
8	Isobutylen	15,37		31409		4,89E-04		0,997
9	Cis-2-buten	3,19		6458		4,94E-04		0,986
10	Isopentan	2,72		5434		5,00E-04		0,999
11	n-pentan	0,03		55		4,91E-04		0,981
12	1,3-butadien	1,27		2686		4,73E-04		0,945
13	Hexan	0,64		1306		4,93E-04		0,984

So sánh hệ số đáp ứng khối lượng lý thuyết và thực nghiệm

#	Thành phần	Khối lượng thực nghiệm RF tương đối với n-butan		Chênh lệch	Kiểm nghiệm
		-	=		
1	Etan	1,074	1,034	0,040	Có
2	Propan	1,055	1,011	0,044	Có
3	Propylen	0,950	0,965	-0,014	Có
4	isobutan	1,021	1,000	0,021	Có
5	n-Butan	1,000	1,000	0,000	Có
6	Trans-2-buten	1,000	0,965	0,035	Có
7	Buten-1	0,997	0,965	0,032	Có
8	Isobutylen	0,997	0,965	0,013	Có
9	Cis-2-buten	0,986	0,965	0,022	Có

Bảng A.2 (kết thúc)

So sánh hệ số đáp ứng khối lượng lý thuyết và thực nghiệm						
#	Thành phần	Khối lượng thực nghiệm RF tương đối với n-butan	-		Chênh lệch	Kiểm nghiệm
				=		
10	Isopentan	0,999		0,992	0,007	Có
11	n-pentan	0,981		0,992	-0,011	Có
12	1,3-butadien	0,945		0,930	0,015	Có
13	Hexan	0,984		0,977	0,007	Có