

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11585:2016

ASTM D 2887-16

**SẢN PHẨM DẦU MỎ -
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH SỰ PHÂN BỐ DÀI SÔI CỦA
PHÂN ĐOẠN DẦU MỎ BẰNG SẮC KÝ KHÍ**

Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Fractions by Gas Chromatography

HÀ NỘI - 2016

Mục lục	Trang
Lời nói đầu.....	4
Lời giới thiệu.....	5
1 Phạm vi áp dụng.....	7
2 Tài liệu viện dẫn	8
3 Thuật ngữ và định nghĩa.....	9
4 Tóm tắt phương pháp.....	10
5 Ý nghĩa và sử dụng	10
Quy trình A	11
6 Thiết bị, dụng cụ.....	11
7 Thuốc thử và vật liệu	12
8 Lấy mẫu.....	17
9 Chuẩn bị thiết bị.....	17
10 Lập đường chuẩn và hiệu chuẩn	20
11 Cách tiến hành	23
12 Tính kết quả.....	24
13 Báo cáo	28
14 Độ chụm và độ chệch.....	28
Quy trình B, phương pháp tăng tốc.....	30
15 Lời giới thiệu.....	30
16 Thiết bị, dụng cụ.....	31
17 Thuốc thử và vật liệu	32
18 Chuẩn bị thiết bị.....	33
19 Hiệu chuẩn	37
20 Phân tích mẫu	40
21 Tính kết quả.....	42
22 Báo cáo	42
23 Độ chụm và độ chệch.....	42
Phụ lục A (Tham khảo) Điểm sôi của các hydrocacbon không chứa parafin (quy trình A và quy trình B).....	46
Phụ lục B (Tham khảo) Sự thống nhất bằng chứng cất thường (quy trình A và quy trình B).....	50
Phụ lục C (Tham khảo) Mối tương quan dữ liệu tính theo phương pháp TCVN 2968 (ASTM D 86) với dữ liệu tính theo phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887) (chỉ áp dụng cho quy trình A)	51
Phụ lục D (Tham khảo) Mối tương quan của nhiên liệu phân lợc và nhiên liệu điêzen (quy trình A và quy trình B).....	52
Phụ lục E (Tham khảo) Khí mang hydro và khí mang nitơ.....	55
Phụ lục F (Tham khảo) Điểm sôi API TDB thông thường của n-parafin tái bản lần thứ 9.....	66
Phụ lục G (Tham khảo) Những thay đổi trước đó	68
Thư mục tài liệu tham khảo	70

Lời nói đầu

TCVN 11585:2016 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 2887-16 *Standard test method for boiling range distribution of petroleum fractions by gas chromatography* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 2887-16 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 11585:2016 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.

Lời giới thiệu

TCVN 11585:2016 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 2887-16, có những thay đổi về biên tập cho phép như sau:

ASTM D 2887-16

Phụ lục X1 (tham khảo)

X1.1

X1.2

X1.3

Hình X1.1

Bảng X1.1

Bảng X1.2

Bảng X1.3

Phụ lục X2 (tham khảo)

X2.1

X2.2

X2.3

Phụ lục X3 (tham khảo)

X3.1

X3.2

X3.3

Bảng X3.1

Phụ lục X4 (tham khảo)

X4.1

X4.2

X4.3

X4.4

X4.5

X4.6

Bảng X4.1

Bảng X4.2

Phụ lục X5 (tham khảo)

X5.1

X5.2

X5.3

X5.4

X5.5

Bảng X5.1

Bảng X5.2

TCVN 11585:2016

Phụ lục A (tham khảo)

A.1

A.2

A.3

Hình A.1

Bảng A.1

Bảng A.2

Bảng A.3

Phụ lục B (tham khảo)

B.1

B.2

B.3

Phụ lục C (tham khảo)

C.1

C.2

C.3

Bảng C.1

Phụ lục D (tham khảo)

D.1

D.2

D.3

D.4

D.5

D.6

Bảng D.1

Bảng D.2

Phụ lục E (tham khảo)

E.1

E.2

E.3

E.4

E.5

Bảng E.1

Bảng E.2

TCVN 11585:2016

ASTM D 2887-16

Bảng X5.3

Bảng X5.4

Bảng X5.5

Bảng X5.6

Bảng X5.7

Hình X5.1

Hình X5.2

Hình X5.3

Hình X5.4

Hình X5.5

Hình X5.6

Hình X5.7

Hình X5.8

Phụ lục X6 (tham khảo)

X6.1

Bảng X6.1

Phụ lục X7 (tham khảo)

X7.1

X7.2

X7.3

X7.4

TCVN 11585:2016

Bảng E.3

Bảng E.4

Bảng E.5

Bảng E.6

Bảng E.7

Hình E.1

Hình E.2

Hình E.3

Hình E.4

Hình E.5

Hình E.6

Hình E.7

Hình E.8

Phụ lục F (tham khảo)

F.1

Bảng F.1

Phụ lục G (tham khảo)

G.1

G.2

G.3

G.4

Sản phẩm dầu mỏ - Phương pháp xác định sự phân bố dải sôi của phân đoạn dầu mỏ bằng sắc ký khí

Standard test method for boiling range distribution of petroleum fraction by gas chromatography

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định sự phân bố dải sôi của sản phẩm dầu mỏ. Tiêu chuẩn này áp dụng đối với sản phẩm dầu mỏ và phân đoạn dầu mỏ có điểm sôi cuối đo được tại áp suất khí quyển theo phương pháp thử này là 538 °C (1000 °F) hoặc thấp hơn. Phương pháp này giới hạn đối với các mẫu có dải sôi lớn hơn 55,5 °C (100 °F) và có áp suất hơi đủ thấp để có thể lấy mẫu được ở nhiệt độ môi trường.

CHÚ THÍCH 1: Vì dải sôi khác nhau giữa hai nhiệt độ, chỉ sử dụng hằng số 1,8 °F/°C để chuyển đổi dải nhiệt độ từ hệ đơn vị này sang hệ đơn vị khác.

1.1.1 Quy trình A (từ Điều 6 đến Điều 14)

Cho phép lựa chọn nhiều loại cột và điều kiện phân tích, ví dụ có thể sử dụng cột nhồi và cột mao quản cũng như có thể sử dụng detector dẫn nhiệt bổ sung cho detector ion hóa ngọn lửa. Thời gian phân tích dao động từ 14 min đến 60 min.

1.1.2 Quy trình B (từ Điều 15 đến Điều 23)

Chỉ giới hạn sử dụng 3 cột mao quản và yêu cầu không pha loãng mẫu. Ngoài ra, Quy trình B được áp dụng không chỉ để phân tích các mẫu được mô tả trong Quy trình A mà còn để phân tích cả các mẫu có chứa hỗn hợp nhiên liệu điêzen sinh học B5, B10, và B20. Thời gian phân tích, khi sử dụng quy trình B [phương pháp tăng tốc TCVN 11585 (ASTM D 2887)], giảm xuống chỉ còn khoảng 8 min.

1.2 Phương pháp này không sử dụng để phân tích các mẫu xăng hoặc thành phần của xăng. Các loại mẫu này phải được phân tích bằng phương pháp ASTM D 7096.

1.3 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn. Giá trị inch-pound trong ngoặc chỉ là giá trị 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 giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là 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 2698 (ASTM D 86) *Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định thành phần cất ở áp suất khí quyển.*

TCVN 6777 (ASTM D 4057), *Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thủ công.*

TCVN 7988 (ASTM D 1160), *Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định thành phần cất ở áp suất giảm.*

ASTM D 2892, *Test method for distillation of crude petroleum (15 – Theoretical plate column) [Phương pháp chưng cất dầu thô (15- Địa lý thuyết)].*

ASTM D 4626, *Practice for calculation of gas chromatographic response factors (Phương pháp tính các hệ số đáp ứng sắc ký khí).*

ASTM D 6708, *Practice for statistical assessment and improvement of expected agreement between two test methods that purport to measure the same property of a material (Phương pháp đánh giá thống kê và cải tiến sự hòa hợp giữa hai phương pháp nhằm mục đích đo cùng một đặc tính của vật liệu).*

ASTM D 7096, *Test method for boiling range distribution of gasoline by wide-bore capillary gas chromatography (Phương pháp xác định sự phân bố dải sôi của xăng bằng sắc ký khí mao quản lỗ rộng).*

ASTM D 7169, *Test method for boiling point distribution of samples with residues such as crude oils and atmospheric and vacuum residues by high temperature gas chromatography (Phương pháp xác định điểm sôi các mẫu cặn như dầu thô, cặn khí chưng cất khí quyển và cặn khí chưng cất chân không bằng sắc ký khí nhiệt độ cao).*

ASTM E 260, *Practice for packed column gas chromatography (Thực hành phương pháp sắc ký cột nhỏ).*

ASTM E 355, *Practice for gas chromatography terms and relationships (Phương pháp sắc ký – Thuật ngữ và các từ liên quan).*

ASTM E 516, *Practice for testing thermal conductivity detectors used in gas chromatography (Hướng dẫn sử dụng các detector dẫn nhiệt trong sắc ký khí).*

ASTM E 594, *Practice for testing flame ionization detectors used in gas or supercritical fluid chromatography (Hướng dẫn sử dụng các detector ion hóa ngọn lửa trong sắc ký khí hoặc sắc ký lỏng siêu tới hạn).*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1 Định nghĩa

Tiêu chuẩn này tham chiếu nhiều quy trình, các thuật ngữ, và vấn đề liên quan đến sắc ký khí thông dụng. Các định nghĩa chi tiết có thể xem trong ASTM E 260, ASTM E 355 và ASTM E 594.

3.2 Định nghĩa các thuật ngữ riêng của tiêu chuẩn này

3.2.1

Lát cắt diện tích (area slice)

Vùng diện tích thu được từ việc tích phân tín hiệu detector của sắc ký được ghi trong khoảng thời gian lưu quy định. Ở chế độ lát cắt diện tích (xem 6.3.2), các thông số phát hiện pic bị bỏ qua và tích phân tín hiệu detector được ghi là những lát cắt diện tích của các khoảng liên tục trong quãng thời gian cố định.

3.2.2

Lát cắt diện tích hiệu chỉnh (corrected area slice)

Lát cắt diện tích được hiệu chỉnh để bù đường nền, bằng cách trừ đi lát cắt diện tích chính xác tương đương với lát cắt được bù của kết quả phân tích mẫu trắng (không chứa mẫu thử) được ghi lại trước đó.

3.2.3

Diện tích hiệu chỉnh tích lũy (cumulative corrected area)

Tổng tích lũy của các lát cắt diện tích được hiệu chỉnh từ lúc bắt đầu phân tích qua thời gian lưu nhất định, bỏ qua diện tích của các thành phần không phải mẫu (ví dụ, dung môi).

3.2.4

Điểm sôi cuối (FBP) (final boiling point)

Nhiệt độ (tương ứng với thời gian lưu) mà tại đó nhận được số đếm diện tích hiệu chỉnh tích lũy bằng 99,5 % của tổng diện tích mẫu trong sắc ký đồ.

3.2.5

Điểm sôi đầu (IBP) (initial boiling point)

Nhiệt độ (tương ứng với thời gian lưu) mà tại đó nhận được số đếm diện tích hiệu chỉnh tích lũy bằng 0,5 % của tổng diện tích mẫu trong sắc ký đồ.

3.2.6

Tốc độ cắt lát (slice rate)

Khoảng thời gian cần để tích phân sự đáp ứng detector sắc ký (analog) liên tục trong suốt quá trình phân tích. Tốc độ cắt lát được tính bằng Hz (ví dụ, tích phân/s hoặc các lát cắt/s).

3.2.7

Thời gian cắt lát (slice time)

Thời gian ứng với kết thúc của mỗi lát cắt diện tích tiếp giáp. Thời gian cắt lát bằng với số lát cắt chia cho tốc độ cắt lát.

3.2.8

Tổng diện tích mẫu (total sample area)

Diện tích hiệu chỉnh tích lũy, từ điểm diện tích bắt đầu đến điểm diện tích cuối cùng, nơi mà tín hiệu sắc ký được xem là quay trở lại đường nền sau khi việc rửa giải hoàn tất.

3.3 Các từ viết tắt

3.3.1 Viết tắt phổ biến của các hợp chất hydrocacbon là để chỉ số lượng nguyên tử carbon trong hợp chất. Tiền tố được sử dụng để chỉ ra dạng mạch carbon, và hậu tố viết nhỏ ở dưới biểu thị số lượng các nguyên tử carbon (ví dụ, *normal decan* = $n-C_{10}$; *isotetradecan* = $i-C_{14}$).

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Xác định sự phân bố dải sôi theo phương pháp chưng cất được mô phỏng bằng sử dụng sắc ký khí. Cột sắc ký khí mao quản hoặc sắc ký khí cột nhồi không phân cực được sử dụng để rửa giải các cấu tử hydrocacbon trong mẫu theo thứ tự tăng dần nhiệt độ sôi. Nhiệt độ cột được nâng lên với một tốc độ tuyến tính tái lập và diện tích của sắc ký đồ được ghi lại trong suốt quá trình phân tích. Điểm sôi được ấn định ở trục thời gian từ đường chuẩn thu được bằng cách phân tích hỗn hợp đã biết của hydrocacbon có dải sôi bao trùm dải sôi dự kiến của mẫu trong cùng điều kiện sắc ký. Từ những dữ liệu này, có thể thu được khoảng nhiệt độ sôi.

4.2 Quy trình A và quy trình B về cơ bản cho ra các kết quả tương tự. Xem Điều 14 đến Điều 23 và các báo cáo nghiên cứu đi kèm.

5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Sự phân bố dải sôi của các phân đoạn dầu mỏ cho hiểu biết sâu sắc về thành phần của nguyên liệu và của các sản phẩm liên quan đến quá trình lọc dầu. Mô phỏng sắc ký khí của phương pháp xác định này được sử dụng để thay thế các phương pháp chưng cất thông thường, nhằm kiểm soát hoạt động lọc dầu. Phương pháp này có thể được sử dụng để xác định các yêu cầu kỹ thuật của sản phẩm với các thỏa thuận chung của các bên liên quan.

5.2 Sự phân bố dải sôi thu được bằng phương pháp này về cơ bản tương đương với sự phân bố dải sôi thu được bằng phương pháp chưng cất điểm sôi thực (TBP) (xem trong ASTM D 2892). Nhưng chúng không tương đương với những kết quả thu được từ các quá trình chưng cất hiệu quả thấp ví dụ như kết quả thu được từ TCVN 2698 (ASTM D 86) hoặc TCVN 7988 (ASTM D 1160).

5.3 Quy trình B đã được thử nghiệm với hỗn hợp diesel sinh học và báo cáo sự phân bố điểm sôi của các este FAME có nguồn gốc từ động vật và thực vật được trộn với diesel có hàm lượng lưu huỳnh cực thấp.

Quy trình A

6 Thiết bị, dụng cụ**6.1 Máy sắc ký**

Máy sắc ký khí được sử dụng phải có các đặc tính tính năng sau đây:

6.1.1 Detector – Có thể sử dụng detector dẫn nhiệt hoặc detector ion hóa ngọn lửa. Detector phải có độ nhạy đủ để phát hiện 1,0 % dodecan với chiều cao pic ít nhất bằng 10 % toàn thang chia trên máy ghi trong các điều kiện được quy định trong phương pháp thử này và không mất độ phân giải theo quy định trong 9.3.1. Khi vận hành ở mức độ nhạy này, độ ổn định detector cần phải có độ trôi của đường nền không nhiều hơn 1 % trên toàn thang chia trong một giờ. Detector phải có khả năng vận hành liên tục tại nhiệt độ tương đương với nhiệt độ lớn nhất của cột sử dụng. Sự kết nối của cột với detector phải sao cho nhiệt độ không dưới nhiệt độ cột hiện có.

CHÚ THÍCH 2: Không nên vận hành detector dẫn nhiệt ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ lớn nhất của cột đang dùng. Vận hành ở nhiệt độ cao thường gây ra tiếng ồn lớn, độ trôi lớn hơn và giảm tuổi thọ của detector.

6.1.2 Lập chương trình nhiệt độ cột – Thiết bị sắc ký phải có khả năng vận hành ở nhiệt độ đã được lập trình tuyến tính trên toàn dải để thiết lập thời gian lưu ít nhất là 1 min đối với IBP để rửa giải được các hợp chất có nhiệt độ sôi lên tới 538 °C (1000 °F) trước khi đạt đến điểm giới hạn trên của chương trình nhiệt độ. Tốc độ lập trình phải được tái lập đủ để nhận được độ lặp lại của thời gian lưu là 0,1 min (6 s) đối với mỗi cấu tử trong hỗn hợp hiệu chuẩn được mô tả trong 7.8.

6.1.3 Làm nguội cột ở nhiệt độ thấp – Nếu như các mẫu được phân tích có IBP thấp hơn 93 °C (200 °F) thì yêu cầu nhiệt độ khởi động cột phải thấp hơn nhiệt độ môi trường xung quanh. Điều này đạt được bằng cách thêm vào một nguồn là cacbon dioxit lỏng hoặc là nitơ lỏng, để kiểm soát nhiệt độ xung quanh lò. Tránh để nhiệt độ ban đầu của cột xuống quá thấp để đảm bảo rằng pha tĩnh duy trì ở dạng lỏng. Nhiệt độ ban đầu của cột chỉ nên đủ thấp để thu được đường chuẩn đáp ứng được các yêu cầu kỹ thuật của phương pháp này.

6.1.4 Hệ thống nạp mẫu – Hệ thống nạp mẫu phải có khả năng hoạt động liên tục ở nhiệt độ tương đương với nhiệt độ tối đa của cột được sử dụng, hoặc lắp cho phần nạp mẫu tại cột một thiết bị lập trình toàn bộ cột bao gồm điểm đưa mẫu vào cho tới nhiệt độ cao nhất theo yêu cầu. Sự kết nối cột với hệ thống nạp mẫu phải sao cho nhiệt độ không thấp hơn nhiệt độ cột đang dùng.

6.1.5 Bộ kiểm soát lưu lượng – Thiết bị sắc ký khí phải được trang bị bộ kiểm soát lưu lượng khối lượng có khả năng duy trì lưu lượng khí mang không đổi là ± 1 % trên toàn dải nhiệt độ vận hành của cột. Áp suất khí mang đầu vào cấp cho sắc ký khí phải đủ lớn để bù cho sự tăng áp suất ngược trong cột do nhiệt độ cột tăng. Đối với cột nhồi được mô tả trong Bảng 1, áp suất đầu vào là 550 kPa (80 psi) là đạt yêu cầu. Đối với cột mao quản, áp suất đầu vào từ 10 kPa đến 70 kPa (1,5 psi đến 10 psi) là thích hợp.

6.1.6 Micro xylanh – micro xylanh cần có để nạp mẫu.

CHÚ THÍCH 3: Có thể sử dụng thiết bị lấy mẫu tự động hoặc phương tiện lấy mẫu khác, như bao kín bằng indi, miễn là: Có thể vận hành hệ thống ở nhiệt độ đủ cao để làm bay hơi hoàn toàn các hydrocacbon có điểm sôi tại áp suất khí quyển là 538 °C (1000 °F), và hệ thống lấy mẫu được kết nối với cột sắc ký sao cho tránh bất kỳ vùng nhiệt độ lạnh nào.

6.2 Cột – Cột và điều kiện vận hành nào cũng có thể sử dụng được miễn là việc tách các hydrocacbon dầu mỏ diễn hình theo thứ tự tăng dần điểm sôi và đáp ứng các yêu cầu tính năng cột trong 9.3.1 và 9.3.3. Bảng 1 thể hiện các cột và nhiệt độ đã được áp dụng thành công.

6.3 Hệ thống thu thập dữ liệu

6.3.1 Thiết bị ghi – Sử dụng máy đo điện thế trong khoảng từ 0 mV tới 1 mV hoặc tương đương, với thời gian đáp ứng trên toàn thang đo là 2 s hoặc ít hơn.

6.3.2 Máy ghi tích phân – Thiết bị cần có để xác định diện tích tích lũy của sắc ký đồ. Thiết bị như vậy có thể là máy tích phân điện tử hoặc hệ thống dữ liệu sắc ký trên cơ sở máy vi tính. Hệ thống máy tích phân/máy vi tính phải có phần mềm sắc ký thông thường để đo thời gian lưu và diện tích của các pic rửa giải (chế độ phát hiện pic). Ngoài ra, hệ thống phải có khả năng chuyển đổi liên tục tín hiệu detector được tích phân sang các lát cắt diện tích trong khoảng thời gian cố định. Những lát cắt diện tích liên tiếp này được thu thập trong toàn bộ quá trình phân tích, sẽ được lưu trữ để xử lý sau. Phạm vi điện tử của máy tích phân/vi tính (ví dụ, 1 V, 10 V) phải nằm trong khoảng tuyến tính của hệ thống detector/điện kế được sử dụng. Hệ thống phải có khả năng trừ đi lát cắt diện tích của mẫu trắng từ lát cắt diện tích tương ứng của mẫu phân tích.

CHÚ THÍCH 4: Một số sắc ký khí có sẵn thuật toán trong phần mềm vận hành sắc ký cho phép lưu trong bộ nhớ mô hình toán học của hình dạng đường nền. Các tín hiệu detector trên mẫu phân tích tiếp theo sẽ được tự động trừ đi đường nền đã lưu để bù độ lệch đường nền. Một số hệ thống tích phân cũng được lưu trữ và được tự động trừ đi kết quả phân tích mẫu trắng từ các kết quả phân tích tiếp theo.

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 Pha lỏng cho cột – là nhựa methyl silicon và các chất lỏng có đặc tính rửa giải chính xác các hydrocacbon phù hợp với phương pháp thử này.

7.3 Chất mang rắn cho cột nhồi – Nên sử dụng chất mang rắn là đất diatomit cấp chất lượng sắc ký có kích thước hạt nằm trong khoảng từ 60 mesh đến 100 mesh.

7.4 Khí mang – Heli hoặc nitơ có độ tinh khiết cao. (Cảnh báo – Heli và nitơ là khí nén dưới áp suất cao). Khuyến nghị cải thiện độ tinh khiết bằng cách sử dụng các vật liệu rây phân tử hoặc

các chất phù hợp khác để loại nước, ôxy và các hydrocacbon. Áp suất có sẵn phải đủ để đảm bảo tốc độ dòng khí mang không đổi (xem 6.1.5).

Bảng 1 – Các điều kiện vận hành điển hình

Cột nhồi	1	2	3	4	Cột mao quản	5	6	7
Chiều dài cột, m (ft)	1,2 (4)	1,5 (5)	0,5 (1,5)	0,6 (2)	Chiều dài cột, (m)	7,5	5	10
Đường kính ngoài cột, mm, (inch)	6,4 (1/4)	3,2 (1/8)	3,2 (1/8)	6,4 (1/8)	Đường kính trong cột, (mm)	0,53	0,53	0,53
Pha lỏng	OV-1	SE-30	UC-VV98	SE-30	Pha tĩnh	DB-1	HP-1	HP-1
Phần trăm pha lỏng	3	5	10	10	Độ dày pha tĩnh, (m)	1,5	0,88	2,65
Chất mang	S ^A	G ^B	P ^C	P ^C	Khí mang	nitơ	heli	heli
Cỡ sàng chất mang	60/80	60/80	80/100	60/80	Lưu lượng khí mang, mL/min	30	12	12
Nhiệt độ đầu của cột, °C	-20	-40	-30	-50	Nhiệt độ đầu của cột, °C	40	35	35
Nhiệt độ cuối của cột, °C	360	350	360	390	Nhiệt độ cuối của cột, °C	340	350	350
Tốc độ nâng nhiệt lập trình, °C/min	10	6,5	10	7,5	Tốc độ nâng nhiệt lập trình, °C/min	10	10	20
Khí mang	heli	heli	N ₂	heli	Detector	FID	FID	FID
Lưu lượng khí mang, mL/min	40	30	25	60	Nhiệt độ detector, °C	350	380	370
Detector	TC	FID	FID	TC	Nhiệt độ nạp mẫu, °C	340	làm lạnh cột	làm lạnh cột
Nhiệt độ detector, °C	360	370	360	390	Cỡ mẫu, µ	0,5	1	0,1-0,2
Nhiệt độ cửa nạp mẫu, °C	360	370	350	390	Nồng độ mẫu, % khối lượng	25	2	Nguyên chất
Cỡ mẫu, µ	4	0,3	1	5				

^A Diatoport; được xử lý bằng silan (Si_nH_{2n+1}).

^B Chromosorb G (AW-DMS).

^C Chromosorb P, được rửa bằng axit.

7.5 Hydro – Hydro có độ tinh khiết cao (ví dụ, không chứa hydrocacbon) được sử dụng làm nhiên liệu cho detector ion hóa ngọn lửa (FID). (**Cảnh báo** – Hydro là chất khí rất dễ cháy ở áp suất cao).

7.6 Không khí – Sử dụng không khí nén có độ tinh khiết cao (ví dụ, không chứa hydrocacbon) làm chất oxy hóa cho detector ion hóa ngọn lửa (FID). (**Cảnh báo** – Không khí nén là chất khí ở áp suất cao và dễ cháy).

7.7 Hỗn hợp kiểm tra độ phân giải cột – Đối với các cột nhồi, sử dụng một hỗn hợp danh nghĩa của parafin $n-C_{16}$ và $n-C_{18}$ với nồng độ 1 % khối lượng mỗi loại trong một dung môi thích hợp, chẳng hạn như n -octan, để thử nghiệm độ phân giải cột. (**Cảnh báo** – n -octan là chất dễ cháy và độc hại nếu hít phải). Có thể sử dụng hỗn hợp hiệu chuẩn được quy định trong 7.8.2 là hỗn hợp thay thế phù hợp, nồng độ của các cấu tử $n-C_{16}$ và $n-C_{18}$ thông thường là 1,0 % khối lượng từng cấu tử. Đối với các cột mao quản, sử dụng hỗn hợp quy định tại 7.8.3.

7.8 Hỗn hợp hiệu chuẩn – Hỗn hợp các n -hydrocacbon có lượng được cân chính xác và xấp xỉ bằng nhau hòa tan trong cacbon disulfua (CS_2). (**Cảnh báo** – Cacbon disulfua là chất bay hơi mạnh, dễ cháy và độc). Hỗn hợp phải bao trùm dải sôi từ $n-C_5$ đến $n-C_{44}$, nhưng không cần bao gồm mọi cacbon (xem Chú thích 5).

7.8.1 Ít nhất một hợp chất trong hỗn hợp phải có điểm sôi thấp hơn điểm sôi đầu (IBP) của mẫu và ít nhất một hợp chất trong hỗn hợp phải có điểm sôi cao hơn điểm sôi cuối (FBP) của mẫu. Điểm sôi của các n -parafin được liệt kê trong Bảng 2.

7.8.1.1 Nếu trong hỗn hợp hiệu chuẩn cần phải có một hợp chất có điểm sôi thấp hơn điểm sôi đầu (IBP) của mẫu thì có thể thêm một lượng propan hoặc butan không định lượng vào hỗn hợp hiệu chuẩn bằng cách sử dụng xylanh khí thổi bột hợp chất khí vào hỗn hợp hiệu chuẩn trong lọ kín có vách ngăn.

CHÚ THÍCH 5: Các n -parafin với số lượng nguyên tử cacbon là 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 14, 15, 16, 17, 18, 20, 24, 28, 32, 36, 40 và 44 được chứng minh rằng cho các số liệu đủ hiệu quả để có đường chuẩn đáng tin cậy.

7.8.2 Cột nhồi – Hỗn hợp cuối nên là khoảng mười phần hỗn hợp n -parafin trên một trăm phần cacbon disulfua (CS_2).

7.8.3 Cột mao quản – Hỗn hợp cuối nên bằng khoảng một phần hỗn hợp n -parafin trên một trăm phần hỗn hợp cacbon disulfua

7.9 Gas oil chuẩn số 1 hoặc số 2 – Mẫu chuẩn đã được phân tích bởi các phòng thử nghiệm tham gia trong nghiên cứu hợp tác phương pháp thử. Các giá trị đồng thuận đối với sự phân bố dải sôi của mẫu được đưa ra trong Bảng 3 và Bảng 4.

Bảng 2 – Điểm sôi của các parafin^{A, B, C} thông thường

Số cacbon	Điểm sôi, (°C)	Điểm sôi, (°F)	Số cacbon	Điểm sôi, (°C)	Điểm sôi, (°F)
1	-162	-259	23	380	716
2	-89	-127	24	391	736
3	-42	-44	25	402	755
4	0	31	26	412	774
5	36	97	27	422	791
6	69	156	28	431	808
7	98	209	29	440	825
8	126	258	30	449	840
9	151	303	31	458	856
10	174	345	32	466	870
11	196	385	33	474	885
12	216	421	34	481	898
13	235	456	35	489	912
14	254	488	36	496	925
15	271	519	37	503	937
16	287	548	38	509	948
17	302	576	39	516	961
18	316	601	40	522	972
19	330	626	41	528	982
20	344	651	42	534	993
21	356	674	43	540	1004
22	369	695	44	545	1013

^A Dự án API 44, ngày 31 tháng 10 năm 1972 cung cấp dữ liệu sôi của paraffin được liệt kê trong Bảng 2. Tuy nhiên, trong những năm qua một số dữ liệu thu được từ cả hai dự án API 44 (dự án về hydrocarbon của trung tâm nghiên cứu nhiệt động học) và ASTM D 2887 đã thay đổi và chúng không còn tương đương nữa. Bảng 2 đại diện cho các giá trị điểm sôi thông thường hiện nay được chấp nhận bởi tiểu ban D 02.04 và được thấy trong tất cả các phương pháp thử thuộc thẩm quyền của tiểu ban D.02.04.0H.

^B ASTM D 2887 thường sử dụng các điểm sôi của n-parafin được làm tròn để hiệu chỉnh. Các điểm sôi được liệt kê trong Bảng 2 được làm tròn theo cả độ Celsius và độ Fahrenheit. Tuy nhiên, nếu chuyển đổi từ đơn vị này đã được làm tròn từ đơn vị này sang đơn vị khác rồi lại được làm tròn số, thì kết quả sẽ không còn chính xác với giá trị của một số hydrocarbon trong bảng. Ví dụ, điểm sôi của n-heptan là 98,425 °C được làm tròn chính xác là 98 °C trong bảng. Tuy nhiên, chuyển đổi 98,425 °C thành 209,165 °F, rồi làm tròn thành 209 °F, trong khi chuyển 98 °C thành 208,4 °F rồi làm tròn thành 208 °F. Số cacbon là 2, 4, 7, 8, 9, 13, 14, 15, 16, 25, 27 và 32 bị ảnh hưởng bằng cách làm tròn.

^C Bảng F.1 liệt kê các điểm sôi hiện nay của các n-parafin được phê duyệt (chấp thuận) bởi API.

Bảng 3 – Phương pháp thử TCVN 11585 (ASTM D 2887) cho gas oil chuẩn số 1 ^A

%	Mê 1		Chênh lệch cho phép		Mê 2		Chênh lệch cho phép	
	°C	°F	°C	°F	°C	°F	°C	°F
IBP	114	238	7,5	13,6	115	240	7,6	13,7
5	143	289	3,6	6,6	151	304	3,8	6,8
10	169	336	4,0	7,3	176	348	4,1	7,4
15	196	384	4,4	8,0	201	393	4,5	8,1
20	221	429	4,8	8,7	224	435	4,9	8,7
25					243	470		
30	258	496	4,7	8,4	259	499	4,7	8,4
35					275	527		
40	287	548	4,3	7,7	289	552	4,3	7,7
45					302	576		
50	312	594	4,3	7,7	312	594	4,3	7,7
55					321	611	4,3	7,7
60	332	629	4,3	7,7	332	629	4,3	7,7
65	343	649	4,3	7,7	343	649	4,3	7,7
70	354	669	4,3	7,7	354	668	4,3	7,7
75	364	688	4,3	7,7	365	690	4,3	7,7
80	376	709	4,3	7,7	378	712	4,3	7,7
85	389	732	4,3	7,7	391	736	4,3	7,7
90	404	759	4,3	7,7	407	764	4,3	7,7
95	425	797	5,0	9,0	428	803	5,0	9,0
FBP	475	887	11,8	21,2	475	888	11,8	21,2

^A Kết quả đồng thuận đối với lô số 2 thu được từ 30 phòng thử nghiệm vào năm 1995 (Dữ liệu hỗ trợ đã được lưu trữ tại trụ sở ASTM Quốc tế và có thể nhận được bằng cách gửi yêu cầu báo cáo nghiên cứu RR: D02-1407).

Bảng 4 – Phương pháp thử TCVN 11585 (ASTM D 2887) cho gas oil số 2 ^A

%	Chênh lệch cho phép		Chênh lệch cho phép	
	°C	°F	°C	°F
IBP	106	223	7,0	12,6
5	173	343	4,1	7,4
10	196	384	4,4	8,0
15	216	420	4,7	8,5
20	233	452	5,0	9,0
25	251	483
30	267	512	4,8	8,6
35	283	541
40	298	568	4,3	7,7
45	310	590
50	321	610	4,3	7,7
55	331	629	4,3	7,7
60	342	647	4,3	7,7
65	350	662	4,3	7,7
70	358	677	4,3	7,7
75	368	694	4,3	7,7
80	378	712	4,3	7,7
85	390	734	4,3	7,7
90	406	763	4,3	7,7
95	431	808	5,0	9,0
FBP	496	925	11,8	21,2

^A Kết quả đồng thuận đối với chuẩn gas oil số 2 thu được từ 32 phòng thử nghiệm vào năm 2009.

8 Lấy mẫu

8.1 Các mẫu được phân tích bằng phương pháp thử này phải được lấy mẫu theo các quy trình nêu trong TCVN 6777 (ASTM D 4057).

8.2 Mẫu thử được phân tích phải đồng nhất, không có bụi hoặc chất không tan.

9 Chuẩn bị thiết bị

9.1 Máy sắc ký – Lắp đặt và đưa vào sử dụng theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Các điều kiện vận hành điển hình được chỉ ra trong Bảng 1.

9.1.1 Khi sử dụng detector ion hóa ngọn lửa (FID), cần thường xuyên loại bỏ cặn tạo thành trong detector do quá trình đốt cháy các sản phẩm phân hủy pha lỏng silicon. Những cặn này sẽ thay đổi đặc tính đáp ứng của detector.

9.1.2 Nếu hệ thống nạp mẫu được gia nhiệt trên 300 °C (572 °F), thì phải tiến hành phân tích một mẫu trắng sau khi vách ngăn mới được lắp để đảm bảo rằng không phát sinh đáp ứng không phù hợp của detector do vách ngăn bị hở. Tại mức độ nhạy thường được sử dụng trong phương pháp thử này, việc điều hoà vách ngăn tại nhiệt độ vận hành của hệ thống nạp mẫu trong vài giờ sẽ giúp giảm thiểu vấn đề này. Phương pháp được khuyến nghị là thay đổi vách ngăn ở giai đoạn cuối của chu trình phân tích hơn là giai đoạn bắt đầu chu trình.

9.2 Chuẩn bị cột

9.2.1 Cột nhồi – Có thể sử dụng bất kỳ phương pháp thích hợp nào mà đảm bảo cột đáp ứng được các yêu cầu trong 9.3.1 và 9.3.3. Thông thường, sử dụng nạp pha lỏng có nồng độ từ 3 % đến 10 %. Luyện cột ở nhiệt độ vận hành tối đa nhằm giảm độ nhiễu đường nền do sự rỉ chất nền cột. Có thể luyện cột rất nhanh và hiệu quả bằng cách sử dụng quy trình sau:

9.2.1.1 Nối cột với đầu vào nhưng để đầu mút sẽ nối với detector tự do.

9.2.1.2 Làm sạch thật kỹ cột ở nhiệt độ môi trường xung quanh bằng khí mang.

9.2.1.3 Ngắt khí mang và để cột giảm áp hoàn toàn.

9.2.1.4 Bịt kín đầu mút hở (đầu sẽ nối với detector) của cột bằng vật liệu phù hợp.

9.2.1.5 Tăng nhiệt độ cột đến nhiệt độ vận hành tối đa.

9.2.1.6 Giữ cột ở nhiệt độ này ít nhất 1 h không có dòng chảy qua cột.

9.2.1.7 Để nguội cột đến nhiệt độ môi trường xung quanh.

9.2.1.8 Tháo nút đậy ra khỏi đầu mút detector của cột và nạp lại khí mang.

9.2.1.9 Lập trình nhiệt độ cột lên đến mức tối đa nhiều lần với lưu lượng khí mang bình thường. Nối đầu mút tự do của cột với detector.

9.2.1.10 Một phương pháp luyện cột khác đã được chứng minh là hiệu quả đối với các cột có nạp ban đầu 10 % pha lỏng. Đó là thổi sạch cột bằng khí mang với lưu lượng bình thường trong khi giữ cột từ 12 h đến 16 h ở nhiệt độ vận hành tối đa đồng thời tháo cột ra khỏi detector.

9.2.2 Cột mao quản – Cột mao quản với pha tĩnh có liên kết chéo sẵn có từ nhiều nhà sản xuất và thường được luyện trước. Những cột này có độ rò rỉ thấp hơn nhiều so với cột nhồi. Việc luyện cột là ít cần thiết với những cột này nhưng đôi khi vẫn cần phải có. Cột có thể được luyện nhanh chóng và hiệu quả bằng cách sử dụng quy trình sau.

9.2.2.1 Khi cột mao quản đã được lắp đặt đúng cách vào máy sắc ký khí và được kiểm tra không bị rò rỉ, cài đặt lưu lượng khí của cột và detector. Trước khi gia nhiệt cột, thổi sạch cột bằng khí mang ở nhiệt độ môi trường xung quanh trong thời gian ít nhất 30 min.

9.2.2.2 Tăng nhiệt độ lò lên khoảng từ 5 °C đến 10 °C mỗi phút cho tới khi đạt đến nhiệt độ vận hành cuối cùng và giữ trong khoảng 30 min.

9.2.2.3 Tiếp tục chu kỳ sắc ký khí nhiều lần thông qua chương trình nhiệt độ của nó cho tới khi đạt được đường nền ổn định.

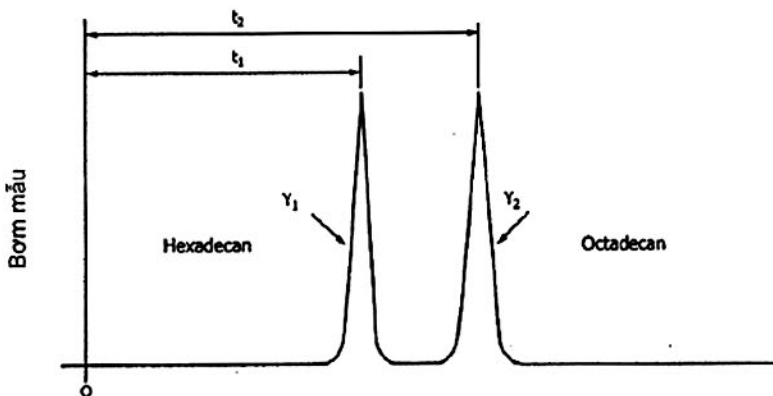
9.3 Yêu cầu kỹ thuật tính năng hệ thống

9.3.1 Độ phân giải cột – Độ phân giải cột, chịu ảnh hưởng từ các thông số vật lý của cột và các điều kiện vận hành của cột, tác động đến việc xác định tổng thể sự phân bố dải sôi. Do đó, độ phân giải được quy định để duy trì sự tương đương giữa các hệ thống khác nhau (các phòng thử nghiệm) sử dụng trong phương pháp này. Độ phân giải được xác định bằng công thức 1 và các parafin C₁₆ và C₁₈ khi phân tích hỗn hợp thử nghiệm độ phân giải cột (xem 7.7 và Điều 10), và được minh họa trong Hình 1. Độ phân giải (*R*) ít nhất nên là ba, bằng cách áp dụng các điều kiện giống nhau sử dụng cho phân tích mẫu:

$$R = 2 (t_2 - t_1) / [1,699 (w_2 + w_1)] \quad (1)$$

trong đó

- R* độ phân giải;
- t*₁ thời gian lưu (s) đến khi đạt đỉnh pic của phân tử n-C₁₆;
- t*₂ thời gian lưu (s) đến khi đạt đỉnh pic của phân tử n-C₁₈;
- w*₁ độ rộng pic (s) được đo ở ½ chiều cao pic của phân tử n-C₁₆; và
- w*₂ độ rộng pic (s) được đo ở ½ chiều cao pic của phân tử n-C₁₈.



Hình 1 – Các thông số độ phân giải của cột

9.3.2 Hiệu chuẩn đáp ứng detector – Phương pháp thử nghiệm này giả định rằng đáp ứng detector đối với các hydrocacbon dầu mỏ là tỷ lệ thuận với khối lượng của từng cấu tử riêng lẻ. Điều này phải

được kiểm tra khi hệ thống hoạt động và mỗi khi có bất kỳ sự thay đổi nào được thực hiện với hệ thống hoặc các thông số vận hành. Phân tích hỗn hợp hiệu chuẩn sử dụng quy trình giống như quy trình phân tích các mẫu (xem Điều 10). Tính hệ số đáp ứng tương đối cho mỗi *n*-parafin (tương đối với *n*-decan) theo ASTM D 4626 và công thức 2:

$$F_n = (M_n/A_n)/(M_{10}/A_{10}) \quad (2)$$

trong đó

- F_n hệ số đáp ứng tương đối,
- M_n khối lượng của *n*-parafin trong hỗn hợp,
- A_n diện tích pic của *n*-parafin trong hỗn hợp,
- M_{10} khối lượng của *n*-decan trong hỗn hợp, và
- A_{10} diện tích pic của *n*-decan trong hỗn hợp,

Hệ số đáp ứng tương đối (F_n) của mỗi *n*-parafin không lệch khỏi kết quả (1) nhiều hơn $\pm 10\%$.

9.3.3 Đặc tính rửa giải của cột – Vật liệu cột, pha tĩnh hoặc các thông số khác có thể ảnh hưởng xấu đến thứ tự rửa giải của các thành phần trong mẫu không phải là parafin, dẫn đến lệch ra khỏi đường tương quan của điểm sôi thực (TBP) so với thời gian lưu. Nếu sử dụng các pha tĩnh khác với các pha được quy định trong 7.3, thì nên phân tích thời gian lưu của một vài loại alkylbenzen (ví dụ, *o*-xilen, *n*-butyl benzen, 1,3,5-triisopropylbenzen, *n*-decylobenzen, và tetradecylbenzen) trên dải sôi để chắc chắn rằng cột đang tách theo thứ tự nhiệt độ sôi (xem Phụ lục A).

10 Lập đường chuẩn và hiệu chuẩn

10.1 Phân tích lần lượt theo trình tự – Định rõ và sử dụng bản kế hoạch đã xác định trước cho phân tích các giai đoạn được thiết kế để đạt được độ tái lập lớn nhất cho các phép xác định này. Bản kế hoạch này sẽ bao gồm làm nguội lò chứa cột tới nhiệt độ khởi động đầu, thời gian cân bằng, nạp mẫu và khởi động hệ thống, phân tích và cuối cùng là thời gian giữ nhiệt độ trên.

10.1.1 Sau khi các điều kiện sắc ký đã được thiết lập đáp ứng các yêu cầu tính năng, sử dụng chương trình nhiệt độ cột lên tới nhiệt độ tối đa và giữ nhiệt độ đó trong thời gian đã lựa chọn. Tiếp theo phân tích lần lượt theo trình tự, làm nguội cột đến nhiệt độ khởi động ban đầu.

10.1.2 Trong thời gian làm lạnh và thời gian cân bằng thì hệ thống máy ghi tích phân và hệ thống máy tính đã sẵn sàng. Nếu thời gian lưu hoặc hiệu chuẩn đáp ứng detector đang được thực hiện, thì sử dụng chế độ phát hiện pic. Để xác định các mẫu và bù đường nền, thì sử dụng chế độ lát cắt diện tích của máy ghi tích phân. Tốc độ cắt lát khuyến nghị của phương pháp này được đưa ra trong 12.1.2. Có thể sử dụng các tốc độ cắt lát khác nếu nằm trong giới hạn từ 0,02 % đến 0,2 % của thời gian lưu của cấu tử hiệu chuẩn cuối (C_{44}). Vì những lý do khác có thể sử dụng các tốc độ cắt lát

lớn hơn, nếu các điều khoản được thực hiện để tích tụ dữ liệu lát cắt nằm trong giới hạn này trước khi xác định sự phân bố dải sôi.

10.1.3 Tại thời gian chính xác đã được lập theo lịch biểu, bơm hoặc hỗn hợp hiệu chuẩn hoặc mẫu vào máy sắc ký, hoặc không thực hiện bơm (đường nền của mẫu trắng). Tại thời điểm bơm, bắt đầu tính chu kỳ thời gian sắc ký và thu thập dữ liệu máy ghi tích phân/máy tính. Tiếp theo phân tích theo trình tự đã lập cho tất cả các phân tích lặp đi lặp lại hoặc các hiệu chuẩn. Khi kết thúc việc phân giải các pic của mẫu không như dự kiến, không thay đổi độ nhạy của detector trong quá trình phân tích.

10.2 Phân tích bổ chính đường nền – Phân tích bổ chính đường nền hoặc đường nền của mẫu trắng được thực hiện chính xác như phân tích mẫu nhưng không bơm mẫu vào. Phân tích mẫu trắng phải được thực hiện ít nhất là một lần một ngày. Phân tích mẫu trắng là rất cần thiết vì đường nền của sắc ký thường xuyên không ổn định và được trừ từ các mẫu phân tích để loại bỏ phần diện tích lát cắt bất kỳ nào không phải của mẫu từ dữ liệu sắc ký. Phân tích mẫu trắng thường được thực hiện trước khi phân tích mẫu và có thể hữu ích nếu được xác định ở giữa các mẫu hoặc ở cuối mẫu kế tiếp nhằm cung cấp các dữ liệu bổ sung liên quan đến vận hành thiết bị hoặc mẫu cặn còn sót lại từ phân tích trước đó. Cần phải chú ý đến tất cả các yếu tố ảnh hưởng tới độ ổn định của đường nền, chẳng hạn như sự rò rỉ cột, sự rò rỉ ở nắp đậy, kiểm soát nhiệt độ detector, tính ổn định của lưu lượng khí mang, sự rò rỉ, độ trôi của thiết bị và v.v... Phân tích đường nền của mẫu trắng cần được thực hiện định kỳ theo sau quy trình phân tích để chỉ độ ổn định của đường nền.

CHÚ THÍCH 6: Nếu sắc ký khí tự động hiệu chỉnh đường nền (xem Chú thích 4) thì không cần phải hiệu chỉnh diện tích lát cắt nữa. Nếu một sự bù trừ điện tử được thêm vào tín hiệu sau khi bù đường nền thì cần hiệu chỉnh diện tích lát cắt bổ sung trừ bù. Tham khảo hướng dẫn thiết bị cụ thể để xác định phần bù lại được áp dụng đối với tín hiệu. Nếu thuật toán sử dụng là không rõ ràng, cần kiểm tra dữ liệu diện tích lát cắt để xác định xem liệu có cần tiếp tục hiệu chỉnh nữa không. Xác định nếu có bất kỳ phần bù được thêm vào để bù đắp tín hiệu bằng cách kiểm tra diện tích lát cắt đã hiệu chỉnh của thời gian cắt trước khi thực hiện rửa giải bất kỳ chất nào không lưu giữ trong sắc ký. Nếu diện tích lát cắt này đã hiệu chỉnh (đại diện đường nền thực) độ lệch là không, thì lấy trung bình của các diện tích lát cắt này đã hiệu chỉnh trừ đi mỗi diện tích lát cắt đã hiệu chỉnh trong các phân tích.

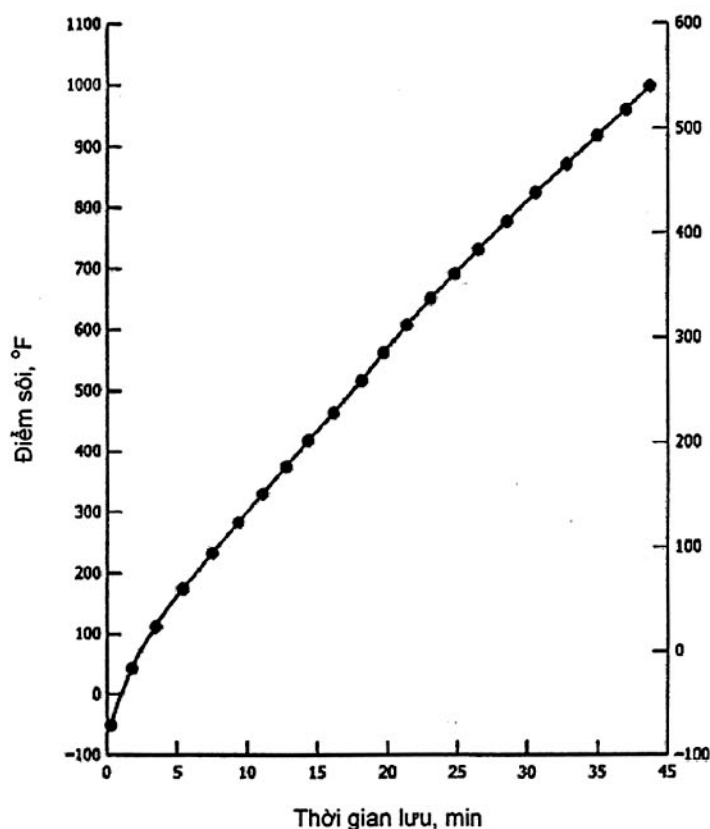
10.3 Đường chuẩn thời gian lưu phụ thuộc vào nhiệt độ sôi – Để phân tích các mẫu, cần lập đường chuẩn thời gian lưu so với điểm sôi. Bơm một phần mẫu thích hợp (0,2 μL đến 2,0 μL) của hỗn hợp hiệu chuẩn (xem 7.8) vào máy sắc ký, sử dụng quy trình phân tích lần lượt. Thu được bản ghi dữ liệu thông thường (phát hiện pic) để xác định thời gian lưu của pic và diện tích pic cho mỗi cấu tử. Thu thập bản ghi thời gian của diện tích lát cắt nếu muốn có một báo cáo về sự phân bố dải sôi.

10.3.1 Quan sát trên sắc ký đồ của hỗn hợp hiệu chuẩn để làm dẫn chứng của độ lệch pic (không sử dụng biểu đồ Gauss). Độ lệch thường là dấu hiệu của sự quá tải dung tích mẫu trong cột sẽ dẫn đến sự dịch chuyển đỉnh pic so với các pic không bị quá tải. Nếu cột bị quá tải thì có khả năng xảy ra sự lệch khi đo thời gian lưu và do đó dẫn đến lỗi trong việc xác định nhiệt độ điểm sôi. Tải trọng (khối lượng) pha lỏng của cột có ảnh hưởng trực tiếp tới cỡ mẫu được chấp nhận. Phân tích lại

hỗn hợp bằng cách sử dụng cỡ mẫu nhỏ hơn hoặc một dung dịch pha loãng hơn để tránh sự biến dạng pic.

10.3.2 Chuẩn bị một bảng hiệu chuẩn dựa trên các kết quả phân tích của hỗn hợp hiệu chuẩn bằng cách ghi lại thời gian tại đỉnh của mỗi pic và nhiệt độ điểm sôi theo °C (hoặc °F) đối với mỗi cấu tử trong hỗn hợp. Nhiệt độ điểm sôi của n-parafin được liệt kê trong Bảng 2.

10.3.3 Vẽ đồ thị thời gian lưu của mỗi pic ứng với nhiệt độ điểm sôi thông thường tương ứng với mỗi cấu tử theo °C (hoặc °F) như chỉ ra trong Hình 2.



Hình 2 – Đường chuẩn điển hình

10.3.4 Đường chuẩn thời gian phụ thuộc vào nhiệt độ sôi lý tưởng nhất sẽ là đường tuyến tính, nhưng trong thực tế vận hành sắc ký không thể thu được một đường như vậy. Các parafin có điểm sôi thấp sẽ lệch khỏi đường tuyến tính nhiều nhất. Chúng được rửa giải từ cột tương đối nhanh và có sự khác biệt lớn nhất ở nhiệt độ điểm sôi. Nói chung, mẫu có điểm sôi đầu (IBP) càng thấp thì nhiệt độ bắt đầu phân tích càng thấp. Mặc dù phép ngoại suy của đường cong ở gần cuối chính xác hơn nhưng các điểm hiệu chuẩn cho dải sôi của mẫu phải được chặn trên và dưới.

10.4 Phân tích gas oil chuẩn – Sử dụng mẫu chuẩn gas oil để kiểm tra cả quá trình sắc ký và quá trình tính toán trong phương pháp này. Thực hiện phân tích gas oil bằng phân tích theo trình tự lần lượt. Thu thập dữ liệu diện tích lát cắt và cung cấp báo cáo sự phân bố điểm sôi như trong Điều 12 và Điều 13.

10.4.1 Các kết quả phân tích chuẩn này phải đồng-nhất với các giá trị đưa ra trong Bảng 3 nằm trong phạm vi tái lập của phương pháp thử (xem 14.1.2). Nếu nó không đáp ứng các tiêu chí trong Bảng 3, cần kiểm tra tất cả phần cứng đang hoạt động có phù hợp và tất cả thiết bị được cài đặt theo khuyến cáo của nhà sản xuất hay chưa. Chạy lại hiệu chuẩn điểm sôi theo thời gian lưu như mô tả trong 10.3.

10.4.2 Thực hiện kiểm tra xác nhận chuẩn gas oil này ít nhất một lần mỗi ngày hoặc thường xuyên theo yêu cầu để chắc chắn phép phân tích phù hợp với 10.4.1.

11 Cách tiến hành

11.1 Chuẩn bị mẫu

11.1.1 Lượng mẫu bơm vào phải không được quá tải cho pha tĩnh của cột và không vượt quá khoảng tuyến tính của detector. Mẫu có dải sôi hẹp sẽ yêu cầu lượng mẫu được bơm vào nhỏ hơn mẫu có dải sôi rộng hơn.

11.1.1.1 Để xác định khoảng tuyến tính của detector, tham khảo trong ASTM E 594 về các detector ion hóa ngọn lửa hoặc trong ASTM E 516 về các detector dẫn nhiệt.

11.1.1.2 Dung tích pha tĩnh của cột có thể được tính toán từ sắc ký đồ của hỗn hợp hiệu chuẩn (xem 9.3.2). Thể tích khác nhau của mẫu chuẩn hiệu chuẩn được bơm vào để tìm lượng lớn nhất của một cấu tử mà pha tĩnh có thể chịu đựng không dẫn đến quá tải (xem 10.3.1). Lưu ý tới chiều cao pic đối với lượng mẫu này. Cường độ tín hiệu mẫu lớn nhất không vượt quá chiều cao pic này.

11.1.2 Các mẫu mà có độ nhớt đủ thấp là mẫu được lấy vào xilanh ở nhiệt độ môi trường xung quanh có thể được bơm vào không cần pha (nguyên chất). Loại mẫu này cũng có thể được pha loãng với CS₂ để kiểm soát lượng mẫu được bơm phù hợp với 11.1.1.

11.1.3 Các mẫu quá nhớt hoặc mẫu sáp được pha loãng với CS₂ trước khi lấy vào xilanh.

11.1.4 Các thể tích mẫu bơm điển hình được liệt kê bên dưới:

Cột nhồi	
Tải trọng pha tĩnh, %	Thể tích mẫu nguyên chất, μL
10	1,0
5	0,5
Cột mao quản	
Độ dày màng phim, μ	Thể tích mẫu nguyên chất, μL
0,8 đến 1,5	0,1 đến 0,2
1,8 đến 3,0	0,1 đến 0,5
3,0 đến 5,0	0,2 đến 1,0

11.2 Phân tích mẫu – Phân tích lần lượt theo trình tự, bơm một phần mẫu nhỏ vào máy sắc ký khí. Thu thập ghi lại thời gian liên quan đến diện tích lát cắt của toàn bộ phép phân tích.

12 Tính kết quả

12.1 Những yêu cầu tốc độ thu nhận

12.1.1 Số lượng các lát cắt yêu cầu ở giai đoạn đầu của việc thu thập dữ liệu phụ thuộc vào sự thay đổi sắc ký như lưu lượng cột, độ dày màng phim của cột và nhiệt độ ban đầu của cột cũng như chiều dài cột. Ngoài ra mức tín hiệu detector thu được càng thấp càng tốt ở nhiệt độ ban đầu của sự phân tích. Mức tín hiệu detector cho cả tín hiệu mẫu và tín hiệu mẫu trắng tại thời điểm bắt đầu chạy cần phải là tương tự nhau để có thể đưa về mức tín hiệu không.

12.1.2 Tần suất lấy mẫu phải được điều chỉnh sao cho ít nhất một số lượng lát cắt đáng kể được thu thập trước khi bắt đầu rửa giải mẫu hoặc của dung môi. Ví dụ, nếu thời gian để bắt đầu rửa giải mẫu là 0,06 min (3,6 s), tốc độ lấy mẫu là 5 Hz sẽ thu được 18 lát cắt. Tuy nhiên tốc độ ở 1 Hz sẽ chỉ thu được 3,6 lát cắt sẽ không đủ để đưa tín hiệu về không. Thay vì quy định số lát cắt cụ thể, điều quan trọng là chọn được khoảng thời gian đầu, là một hoặc hai giây. Đảm bảo rằng số lát cắt nhỏ nhất là năm hoặc lớn hơn.

12.1.3 Kiểm tra độ rộng lát cắt được sử dụng để thu thập sắc ký đồ của mẫu là giống như sử dụng để thu thập sắc ký đồ khi chạy mẫu trắng.

12.2 Sự bù đắp sắc ký đồ của mẫu và mẫu trắng – Thực hiện bù lát cắt cho sắc ký đồ của mẫu và sắc ký đồ của mẫu trắng. Đây là thao tác cần thiết để tín hiệu được hiệu chỉnh do dịch chuyển của nó so với tín hiệu thực. Điều này đạt được bằng cách xác định độ bù trung bình của các lát cắt được tích lũy trong khoảng đầu (đó là giây đầu tiên) và thực hiện tính độ lệch chuẩn của N lát cắt đầu tiên được tích lũy. Điều này được thực hiện cho cả hai tín hiệu mẫu và tín hiệu đường nền.

12.2.1 Độ bù mẫu

12.2.1.1 Tính độ bù trung bình lát cắt của sắc ký đồ mẫu bằng cách sử dụng giây đầu tiên của các lát cắt được thu nhận. Bảo đảm rằng không có mẫu được rửa giải trong suốt thời gian này và số lát cắt thu nhận được ít nhất là 5. Loại bỏ bất kỳ lát cắt N đầu tiên được chọn mà không nằm trong độ lệch chuẩn trung bình và tính lại mức trung bình. Điều này loại bỏ bất kỳ diện tích nào do đường nền có thể bị đẩy lên từ quá trình bơm mẫu.

12.2.1.2 Trừ đi độ bù lát cắt trung bình từ tất cả các lát cắt sắc ký đồ của mẫu. Đặt các lát cắt âm đến không. Đó là điểm không của sắc ký đồ.

12.2.2 Độ bù mẫu trắng

CHÚ THÍCH 7: Nếu bạn đang sử dụng quá trình bổ chính đường nền điện tử ở 12.4. Khuyến nghị đưa ra là phương pháp độ bù sử dụng các lát cắt thu được bằng cách chạy một mẫu trắng có hoặc không có dung môi

phù hợp với cách chuẩn bị mẫu. Sử dụng những lát cắt của mẫu trắng thu thập được cho việc tính độ bù hoặc bằng không.

12.2.2.1 Lặp lại 12.2.1 sử dụng bảng chạy mẫu trắng.

12.3 Độ bù trên sắc ký đồ mẫu với sắc ký đồ của mẫu trắng – Lấy mỗi lát cắt trong bảng sắc ký đồ của mẫu trừ đi các lát cắt tương ứng của nó trong bảng sắc ký đồ của chạy mẫu trắng. Đặt các lát cắt âm đến không.

12.4 Xác định thời gian mẫu bắt đầu rửa giải

12.4.1 Tính tổng diện tích – Cộng tất cả các lát cắt đã hiệu đính trong bảng. Nếu mẫu được phân tích có một pic của dung môi, bắt đầu đếm diện tích từ điểm mà tại đó pic của dung môi đã được rửa giải hoàn toàn. Nếu không, bắt đầu tại lát cắt đã hiệu đính đầu tiên.

12.4.2 Tính tỷ lệ thay đổi giữa hai lát cắt diện tích liên tiếp – Khi kết thúc quá trình sắc ký 12.4.1, thực hiện việc chạy ngược lại. Tỷ lệ thay đổi được tính bằng cách lấy diện tích lát cắt liền kề trước trừ đi diện tích của lát cắt chia cho độ rộng của lát cắt. Thời gian ở tỷ lệ thay đổi đầu tiên vượt quá 0,0001 % mỗi giây của tổng diện tích (xem 12.4.1) được định nghĩa là bắt đầu của thời gian rửa giải mẫu. Để giảm nhiễu hoặc tín hiệu điện từ tăng vọt bất thường lúc bắt đầu thời gian rửa giải mẫu cần sử dụng trung bình một lát cắt 1 s thay cho lát cắt. Đối với đường nền bị nhiễu thì có thể cần trung bình lát cắt lớn hơn 1 s.

12.5 Xác định thời gian mẫu kết thúc rửa giải

12.5.1 Tính tỷ lệ thay đổi giữa hai lát cắt diện tích liên tiếp – Khi kết thúc quá trình sắc ký, thực hiện việc chạy ngược lại. Tỷ lệ thay đổi thu được bằng cách lấy diện tích lát cắt trừ đi diện tích của lát cắt liền kề chia cho độ rộng của lát cắt. Thời gian ở đó tỷ lệ thay đổi đầu tiên vượt quá 0,0001 % mỗi giây của tổng diện tích (xem 12.4.1) được định nghĩa là thời gian kết thúc rửa giải mẫu. Để giảm nhiễu hoặc sai số điện từ tăng vọt ở lúc bắt đầu thời gian rửa giải mẫu cần sử dụng một lát cắt trung bình 1 s thay cho lát cắt đơn. Đối với đường nền bị nhiễu thì một lát cắt trung bình có thể lớn hơn 1 s.

12.6 Tính tổng diện tích mẫu – Cộng tất cả các lát cắt từ lát cắt tương ứng với thời gian bắt đầu mẫu được rửa giải cho tới lát cắt tương ứng với thời gian kết thúc mẫu rửa giải.

12.7 Chuẩn hóa phần trăm diện tích – Chia mỗi lát cắt trong bảng sắc ký đồ của mẫu với tổng diện tích (xem 12.6) và nhân với 100.

12.8 Tính bảng phân bố điểm sôi

12.8.1 Điểm sôi đầu – Cộng các lát cắt trong sắc ký đồ của mẫu cho đến khi tổng lớn hơn hoặc bằng 0,5 %. Nếu tổng lớn hơn 0,5 %, nội suy (tham khảo thuật toán trong 12.9.1) để xác định thời gian mà sẽ tạo ra chính xác 0,5 % diện tích. Sử dụng bảng hiệu chuẩn để tính nhiệt độ điểm sôi tương ứng với thời gian của lát cắt này. Sử dụng phép nội suy khi cần (tham khảo thuật toán trong 12.9.2).

12.8.2 Điểm sôi cuối – Cộng các lát cắt trong sắc ký đồ của mẫu cho đến khi tổng lớn hơn hoặc bằng 99,5 %. Nếu tổng lớn hơn 99,5 %, nội suy (tham khảo thuật toán trong 12.9.1) để xác định thời gian mà sẽ tạo ra chính xác 99,5 % diện tích. Sử dụng bảng hiệu chuẩn để tính nhiệt độ điểm sôi tương ứng với thời gian của lát cắt này. Sử dụng phép nội suy khi cần (tham khảo thuật toán trong 12.9.1).

12.8.3 Điểm sôi trung gian – Đối với mỗi điểm nằm trong khoảng từ 1 % đến 99 %, tìm ra thời gian mà tại đó tổng tích lũy lớn hơn hoặc bằng phần trăm diện tích được phân tích. Như trong 12.8.1 và 12.8.2, sử dụng phép nội suy khi tổng tích lũy vượt quá phần trăm diện tích được tính (tham khảo thuật toán trong 12.9.2). Sử dụng bảng hiệu chuẩn để suy ra điểm sôi.

12.9 Các thuật toán tính toán

12.9.1 Tính toán xác định điểm chính xác trong thời gian tạo ra phần trăm X của tổng diện tích, trong đó $X = 0,5; 1; 2; \dots; 99,5$ %.

12.9.1.1 Ghi lại thời gian của lát cắt ngay trước khi lát cắt đó tạo ra diện tích lát cắt tích lũy lớn hơn so với phần trăm X của tổng diện tích. Gọi thời gian này là T_s và diện tích tích lũy tại điểm này là A_c .

12.9.1.2 Tính phần lát cắt cần thiết để tạo ra chính xác phần trăm X trên tổng diện tích:

$$A_x = \frac{X - A_c}{A_{c+1} - A_c} \quad (3)$$

trong đó

- A_x phần lát cắt mà sẽ cho phần trăm hiệu suất chính xác,
- A_c phần trăm tích lũy tới lát cắt ngay trước X ,
- A_{c+1} phần trăm tích lũy tới lát cắt ngay sau X , và
- X phần trăm tích lũy mong muốn.

12.9.1.3 Tính thời gian cần thiết để tạo ra phần diện tích A_x :

$$T_t = A_x \times W \quad (4)$$

trong đó

- W độ rộng lát cắt,
- A_x phần lát cắt mà sẽ cho phần trăm chính xác,
- T_t phần thời gian mà sẽ cho A_x .

12.9.1.4 Ghi lại thời gian chính xác trong đó diện tích tích lũy bằng phần trăm X của tổng diện tích:

$$T_t = T_s + T_t \quad (5)$$

trong đó

- T_s phần lát cắt cho phần trăm tích lũy tới lát cắt trước X ,

T_f phần thời gian mà sẽ cho A_x , và

T_1 thời gian trong đó diện tích tích lũy bằng phần trăm tổng diện tích X .

12.9.2 Phép nội suy để xác định điểm sôi chính xác cho thời gian lưu tương ứng với diện tích lát cắt tích lũy.

12.9.2.1 So sánh thời gian đã cho đối với mỗi thời gian lưu trong bảng hiệu chuẩn. Chọn chuẩn gần nhất có thời gian lưu bằng hoặc lớn hơn thời gian nội suy. (Cảnh báo – Bảng thời gian lưu sẽ được sắp xếp theo thứ tự tăng dần).

12.9.2.2 Nếu thời gian nội suy bằng thời gian lưu của chuẩn, ghi lại điểm sôi tương ứng.

12.9.2.3 Nếu thời gian nội suy không bằng thời gian lưu của các chuẩn (xem 9.3), nội suy nhiệt độ điểm sôi như sau:

12.9.2.4 Nếu thời gian nội suy ít hơn so với thời gian lưu đầu trong bảng hiệu chuẩn, thì sau đó ngoại suy bằng cách sử dụng hai cấu tử đầu tiên trong bảng:

$$BP_x = m_1 \times (RT_x - RT_1) + BP_1 \quad (6)$$

trong đó

$$m_1 = (BP_2 - BP_1) / (RT_2 - RT_1)$$

BP_x điểm sôi ngoại suy,

RT_x thời gian lưu được ngoại suy,

RT_1 thời gian lưu của cấu tử đầu tiên trong bảng hiệu chuẩn,

BP_1 điểm sôi của cấu tử đầu tiên trong bảng hiệu chuẩn,

RT_2 thời gian lưu của cấu tử thứ hai trong bảng hiệu chuẩn, và

BP_2 điểm sôi của cấu tử thứ hai trong bảng hiệu chuẩn.

12.9.2.5 Nếu thời gian nội suy ở giữa hai thời gian lưu trong bảng hiệu chuẩn, thì nội suy sử dụng các cấu tử chuẩn trên và chuẩn dưới:

$$BP_x = m_u \times (RT_x - RT_1) + BP_1 \quad (7)$$

trong đó

$$m_u = (BP_u - BP_1) / (RT_u - RT_1)$$

BP_x điểm sôi ngoại suy,

RT_x thời gian lưu được ngoại suy,

RT_1 thời gian lưu của cấu tử giới hạn thấp hơn trong bảng hiệu chuẩn,

BP_1 điểm sôi của cấu tử giới hạn thấp hơn trong bảng hiệu chuẩn,

RT_u thời gian lưu của cấu tử giới hạn trên trong bảng hiệu chuẩn, và

BP_u điểm sôi của cấu tử giới hạn trên trong bảng hiệu chuẩn.

12.9.2.6 Nếu thời gian nội suy lớn hơn so với thời gian lưu cuối cùng trong bảng hiệu chuẩn, thì sau đó ngoại suy bằng cách sử dụng hai cấu tử chuẩn cuối trong bảng:

$$BP_x = m_n \times (RT_x - RT_{n-1}) + BP_{n-1} \tag{8}$$

trong đó

$$m_n = (BP_n - BP_{n-1}) / (RT_n - RT_{n-1})$$

BP_x điểm sôi ngoại suy,

RT_x thời gian lưu được ngoại suy,

RT_{n-1} thời gian lưu của cấu tử chuẩn vừa giải trước cấu tử cuối trong bảng hiệu chuẩn,

BP_{n-1} điểm sôi điểm của cấu tử chuẩn vừa giải trước cấu tử cuối trong bảng hiệu chuẩn,

RT_n thời gian lưu của cấu tử cuối trong bảng hiệu chuẩn, và

BP_n điểm sôi của cấu tử chuẩn trong bảng hiệu chuẩn,

13 Báo cáo

13.1 Báo cáo nhiệt độ chính xác đến 0,5 °C (1 °F) ở mức 1 % nằm trong khoảng từ 1 % đến 99 % và tại điểm sôi đầu (IBP) (0,5 %) đến điểm sôi cuối FBP (99,5 %). Sử dụng mẫu báo cáo khác phụ thuộc vào yêu cầu của người sử dụng.

CHÚ THÍCH 8: Nếu cần có đồ thị đường cong phân bố điểm sôi thì sử dụng một bảng mở rộng với sự chia nhỏ đồng đều và để trục ngang là thời gian lưu hoặc nhiệt độ. Trục dọc sẽ đại diện cho sự phân bố dải sôi (0 % đến 100 %). Chấm mỗi nhiệt độ sôi ứng với số phần trăm tương ứng của nó. Vẽ một đường cong liền để nối các điểm.

14 Độ chụm và độ chệch

14.1 Độ chụm – Độ chụm của phương pháp thử này được xác định bằng cách kiểm tra thống kê các kết quả thử nghiệm liên phòng như sau:

14.1.1 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 5).

Bảng 5 – Độ lặp lại

%	Độ lặp lại	
	° C	° F
IBP	0,011 x	0,011 (y - 32)
5%	0,0032 (x + 100)	0,0032 (y + 148)
10 %–20 %	0,8	1,4
30%	0,8	1,4
40%	0,8	1,4
50 %–90 %	1,0	1,8
95%	1,2	2,2
FBP	3,2	5,8

CHÚ THÍCH 1: x là trung bình của hai kết quả, tính bằng °C và y là trung bình của hai kết quả tính bằng °F.

14.1.2 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 6).

Bảng 6 – Độ tái lập

%	Độ tái lập	
	° C	° F
IBP	0,066 x	0,066 (y - 32)
5%	0,015 (x + 100)	0,015 (y + 148)
10 % – 20 %	0,015 (x + 100)	0,015 (y + 148)
30 %	0,013 (x + 100)	0,013 (y + 148)
40%	4,3	7,7
50 % – 90 %	4,3	7,7
95%	5,0	9,0
FBP	11,8	21,2

CHÚ THÍCH 1: x là trung bình của hai kết quả, tính bằng °C và y là trung bình của hai kết quả tính bằng °F.

CHÚ THÍCH 9: Tính độ chụm này dựa trên sự phân tích của 9 mẫu tại 19 phòng thử nghiệm sử dụng cả hai loại cột, cột nhồi và cột mao quản. Dải các kết quả được tìm thấy trong so sánh liên phòng, được liệt kê trong Bảng 7.

Bảng 7 – Dải nhiệt độ của các kết quả liên phòng

%	Dải các kết quả, °C	Dải các kết quả, °F
IBP	112 đến 213	234 đến 415
5 %	133 đến 286	271 đến 547
10 %	139 đến 312	282 đến 594
20 %	151 đến 341	304 đến 646
30 %	161 đến 358	322 đến 676
40 %	171 đến 370	340 đến 698
50 %	182 đến 381	360 đến 718
60 %	196 đến 390	385 đến 734
70 %	206 đến 401	403 đến 754
80 %	219 đến 412	426 đến 774
90 %	233 đến 426	451 đến 799
95 %	241 đến 437	466 đến 819
FBP	274 đến 475	525 đến 887

14.2 Độ chệch – Quy trình xác định sự phân bố dải sôi của các phân đoạn dầu mỏ bằng sắc ký khí trong TCVN 11585 (ASTM D 2887) chưa có độ chệch bởi vì sự phân bố dải sôi chỉ được định nghĩa trong thuật ngữ của phương pháp thử.

14.2.1 Khó có thể đưa ra một định nghĩa chặt chẽ về lý thuyết phân bố dải sôi của các phân đoạn dầu mỏ do hỗn hợp có thành phần phức tạp cũng như sự tương tác giữa các cấu tử (ví dụ: như trạng thái đẳng phí). Cần áp dụng quá trình vật lý cho các thiết bị khác để xác định sự phân bố, chẳng hạn như chưng cất thông thường hoặc đặc tính của sắc ký khí. Do đó điều này sẽ dẫn đến định nghĩa phụ thuộc vào từng phương pháp và sẽ không tiếp tục có giá trị chính xác để từ đó có thể tính được độ chụm.

Quy trình B, Phương pháp tăng tốc

15 Lời giới thiệu

15.1 Quy trình B được xây dựng để thực hiện phương pháp thử TCVN 11585 (ASTM D 2887) theo chế độ tăng tốc. Bằng cách thay đổi các biến số như lưu lượng khí mang, gia nhiệt lò và loại cột, thời gian phân tích có thể giảm đáng kể. Thuật ngữ tăng tốc được sử dụng ở đây để phân biệt kỹ thuật này với sắc ký siêu tốc, mà chỉ cần gia nhiệt trực tiếp cột. Ngoài ra, nghiên cứu độ chụm liên quan đến các hỗn hợp điêzen và nhiên liệu sinh học gốc B100 có hàm lượng lưu huỳnh cực thấp. Không bắt buộc sử dụng dung môi để pha loãng mẫu.

15.2 Quy trình B yêu cầu chỉ sử dụng detector ion hóa ngọn lửa. Những điều chung cho cả hai quy trình được viện dẫn trong quy trình B.

16 Thiết bị, dụng cụ

16.1 Máy sắc ký – Máy sắc ký khí được sử dụng nên có các đặc tính tính năng sau:

16.1.1 Detector – Sử dụng detector ion hóa ngọn lửa. Detector phải có lượng phát hiện tối thiểu là 2,0 pg cacbon/s cho cấu tử n-C13 hoặc tốt hơn. Detector cần có độ nhạy cacbon là 0,005 C/g đến 0,01 C/g. Khi vận hành ở độ nhạy này thì độ ổn định detector phải được duy trì có độ lệch đường nền không nhiều hơn từ 10^{-12} đến 10^{-13} A/h (Pico Amps/giờ). Độ lệch này được đo như là sự thay đổi dòng điện electron trên mỗi đơn vị thời gian. Detector phải có khả năng hoạt động liên tục tại nhiệt độ tương đương với nhiệt độ cột tối đa được sử dụng (xem Bảng 8). Cột được kết nối với detector để không tồn tại nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ cột. Nên sử dụng ống phun lửa có miệng lỗ với đường kính là $0,5 \text{ mm} \pm 0,08 \text{ mm}$ để tránh việc giảm ngọn lửa sớm do sự tích lũy của chất thoát ra từ cột.

**Bảng 8 – Các thông số vận hành điển hình của quy trình B
[Phương pháp tăng tốc TCVN 11585 (ASTM D 2887)]**

Thông số vận hành	Cột 1	Cột 2	Cột 3
Chiều dài cột (m)	10	5	7,5
Đường kính trong cột (ID), mm	0,53	0,53	0,53
Chiều dày pha tĩnh (μm) [^]	0,88	2,65	1,5
Khí mang	He	He	He
Tốc độ lưu lượng khí mang (mL/min)	26	35	37
Nhiệt độ đầu cột (°C)	60	40	40 (0,5 min)
Nhiệt độ cuối cột (°C)	360	350	360
Tốc độ nâng nhiệt lập trình lò cột (°C/min)	35	35	35
Detector	FID	FID	FID
Nhiệt độ detector (°C)	360	360	360
Bơm	PTV	PTV	Làm lạnh cột
Nhiệt độ nạp mẫu đầu (°C)	100	100	100 (0,5 min)
Tốc độ nâng nhiệt lập trình bơm (°C/min)	35	35	35
Nhiệt độ nạp mẫu cuối (°C)	360	350	350
Cỡ mẫu (μL)	0,1	0,1	0,1
Nồng độ pha loãng	Nguyên chất	Nguyên chất	Nguyên chất
Thời gian phân tích (min)	8	7,8	8

[^] Pha tĩnh trong tất cả các cột chứa polydimethylsiloxan.

16.1.2 Lập trình nhiệt độ lò – Máy sắc ký khí cần phải vận hành ở nhiệt độ đã được lập trình tuyến tính tại tốc độ 35 °C/min trên toàn bộ phạm vi của các điều kiện trong Bảng 8.

CHÚ THÍCH 10: Một số nhà sản xuất thiết bị có thể yêu cầu dòng điện áp khác nhau để gia nhiệt lò nhanh.

16.1.3 Hệ thống nạp mẫu – Cửa nạp mẫu có hệ thống lập trình nhiệt độ hoặc làm nguội các cửa nạp của cột nên được ưu tiên sử dụng trong phương pháp này. Cửa nạp mẫu có hệ thống lập trình nhiệt độ đầu vào (PTV) là chuyển mẫu trực tiếp vào cột mà không cần thải ra không trung một phần mẫu và thường chứa một lớp đệm. Làm nguội các đầu vào trên cột không chứa các lớp đệm. Không khuyến khích đầu vào hoạt động đẳng nhiệt trong phương pháp thử này.

16.1.4 Vách ngăn đầu vào – Điều quan trọng là lựa chọn được vách ngăn cung cấp sự ổn định lớn nhất tại nhiệt độ vận hành đầu vào cao nhất. Vách ngăn nên được thay thế định kỳ sau 50 lần chạy. Các hạt của vách ngăn trong đầu vào là nguyên nhân sinh ra các pic không có thực của mẫu trắng.

16.1.5 Kiểm soát khí nén điện tử – Máy sắc ký khí phải được trang bị bộ kiểm soát lưu lượng điện tử có khả năng duy trì lưu lượng khí mang không đổi đến $\pm 1\%$ hoặc nhỏ hơn trên toàn bộ phạm vi nhiệt độ vận hành của cột. Kiểm soát lưu lượng nên được thực hiện bằng các cảm biến lưu lượng hơn là lập trình tính áp suất để duy trì lưu lượng không đổi. Áp suất cấp khí mang phải có chênh lệch ít nhất là 135 kPa (20 psi) giữa áp suất của cột ở 350 °C và áp suất cấp khí.

16.1.6 Bơm mẫu tự động – Sử dụng thiết bị bơm mẫu tự động bằng một micro xy lanh có khả năng cấp 0,1 μ L là cần thiết đối với độ tái lập của thời gian lưu.

16.2 Cột – Sử dụng một trong ba cột được liệt kê trong Bảng 8. Pha lỏng của các cột chứa polydimethyl-siloxan (PDMS). Những cột này rửa giải các hydrocacbon n-parafin theo điểm sôi.

16.3 Hệ thống thu thập dữ liệu:

16.3.1 Máy tính – Máy tính với phần mềm thu thập dữ liệu là cần thiết để kiểm soát thiết bị, thực hiện bơm mẫu, rửa xy lanh, hút mẫu, bơm mẫu và tín hiệu số hóa và thu thập. Phần mềm thu thập dữ liệu được vận hành ở chế độ xử lý pic hoặc chế độ lát cắt.

16.3.2 Những tính toán chung cần mô phỏng được thực hiện bởi phần mềm phù hợp với thuật toán quy định tại Điều 12.

17 Thuộc thử và vật liệu

17.1 Hỗn hợp hiệu chuẩn – Cân chính xác hỗn hợp n-hydrocacbon có khối lượng bằng nhau hòa tan trong cacbon disulfua (CS₂). (**Cảnh báo** – Cacbon disulfua là chất bay hơi mạnh, dễ cháy và độc). Hỗn hợp bao gồm dải sôi từ n-C₅ đến n-C₄₄, nhưng không cần bao gồm tất cả số cacbon (xem Chú thích 5, quy trình A, 7.8.1.1).

Tổng nồng độ các hydrocacbon phải xấp xỉ 1 % khối lượng.

17.1.1 Hỗn hợp hiệu chuẩn chứa các parafin thông thường với số cacbon là 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 14, 15, 16, 17, 18, 20, 24, 28, 32, 36, 40 và 44.

17.1.2 Nếu các mẫu chứa các hydrocacbon rửa giải trước khi rửa giải cấu tử C5, điều này cần thiết cho hỗn hợp hiệu chuẩn chứa parafin với điểm sôi thấp hơn điểm sôi đầu (IBP) của mẫu. Propan hoặc butan có thể được thêm vào hỗn hợp hiệu chuẩn, không định lượng bằng cách sử dụng bơm khí (xylanh khí) thổi bột các hợp chất khí vào hỗn hợp hiệu chuẩn trong bình kín có nắp đậy.

17.1.3 Hỗn hợp hiệu chuẩn có nồng độ các parafin giới hạn với tổng là 1 %. Điều này cần thiết để duy trì độ lệch của các pic sắc ký. CS₂ thường được sử dụng làm dung môi. Cyclohexan cũng được sử dụng làm dung môi. Có rất nhiều công ty cung cấp sắc ký có những hỗn hợp hiệu chuẩn này.

17.2 Những khí được dùng cho vận hành máy sắc ký khí được mô tả trong quy trình A từ 7.4 đến 7.6.

17.2.1 Làm lạnh không khí là cần thiết đối với các cửa nạp có lập trình nhiệt độ. Không khí được cung cấp bởi một đường riêng biệt để sử dụng trong vận hành detector ion hóa ngọn lửa (FID). Yêu cầu độ tinh khiết của nguồn khí này là không chứa dầu và độ ẩm.

17.3 Chuẩn gas oil số 1 mẽ 2 – Sử dụng để kiểm tra toàn bộ hệ thống. Vật liệu này được lấy từ nhà cung cấp sắc ký. Những người sử dụng cũng có thể sử dụng mẽ số 1 nếu có.

17.4 Bộ lọc hydrocacbon và bẫy tách oxy – Đây là những yêu cầu nhằm thu được tín hiệu nền tốt và bảo vệ cột. Bẫy tách oxy được cung cấp với bộ chỉ thị nhìn thấy để xác định sự có mặt của oxy trong hệ thống. Những bẫy tách oxy đã qua sử dụng phải được thay thế.

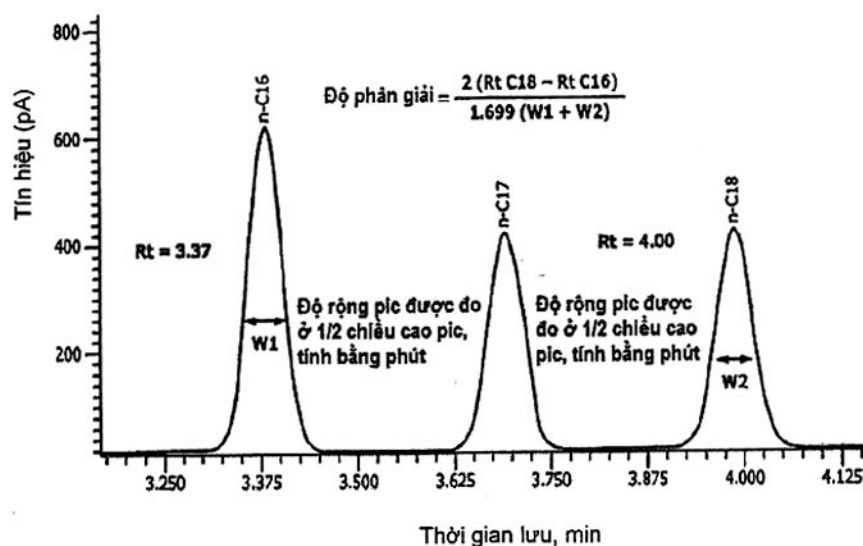
17.5 CS₂ – Có thể sử dụng để rửa xy lanh bơm mẫu tự động giữa các lần bơm. (Cảnh báo – CS₂ là hóa chất độc hại, rất dễ cháy).

18 Chuẩn bị thiết bị

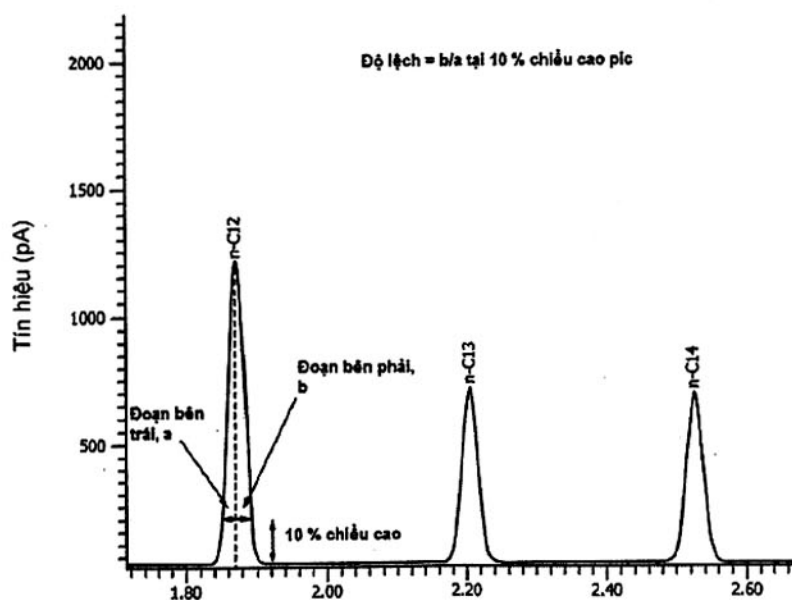
18.1 Lắp cột mao quản theo hướng dẫn của nhà sản xuất về cửa nạp mẫu được sử dụng. Lắp cột ở cuối detector.

18.2 Luyên cột trong khoảng nhiệt độ là 50 °C cho cả đầu vào và lò sắc ký khí (GC). Tín hiệu sẽ tăng lên sau đó giảm dần. Khi tín hiệu đã giảm xuống còn một nửa giá trị của nó thì tăng cả đầu vào và lò sắc ký (GC) đến khoảng nhiệt độ 50 °C. Lặp lại quá trình này cho tới khi đạt đến nhiệt độ cuối của cột được sử dụng (xem Bảng 8). Nếu trong bất kỳ khoảng nhiệt độ này đường nền không giảm đến một giá trị thấp hơn, thì dừng quá trình ngay lập tức và để nhiệt độ lò về 40 °C. Kiểm tra sự rò rỉ trong hệ thống. Ngoài ra, bạn có thể lập trình lò từ 40 °C đến nhiệt độ cuối của cột với tốc độ 5 °C/min. Giữ nhiệt độ này trong vòng 4 h cho đến khi tín hiệu đường nền không còn giảm. Nếu kỹ thuật sau cùng được lựa chọn thì hệ thống phải được kiểm tra chặt chẽ sự rò rỉ.

18.3 Sau khi cột đã được luyện, bơm mẫu hiệu chuẩn có chứa các parafin với thời gian lưu đã biết. Sử dụng các điều kiện của Bảng 8. Xác định độ phân giải cột và độ lệch như chỉ ra trong Hình 3 và Hình 4. Độ phân giải cột được xác định trong nghiên cứu độ chụm nằm trong khoảng từ 4 đến 11. Độ lệch pic của tất cả các pic được xác định trong nghiên cứu liên phòng nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,3 như chỉ ra trong Bảng 9. Một ví dụ điển hình tính độ lệch pic được chỉ ra trong Hình 4. Đồ thị điển hình của thời gian lưu theo điểm sôi được chỉ ra trong Hình 6, thu được từ việc sử dụng các cột và các điều kiện trong Bảng 8.



Hình 3 – Xác định độ phân giải cột



Hình 4 – Xác định độ lệch của pic

Bảng 9 – Độ lệch điển hình thu được từ sắc ký đồ hiệu chuẩn (quy trình B)

Cấu tử	Độ lệch
n-C5	... ^A
n-C6	1,00
n-C7	1,00
n-C8	1,00
n-C9	1,04
n-C10	0,97
n-C11	1,00
n-C12	1,00
n-C13	1,00
n-C14	0,97
n-C15	1,03
n-C16	0,97
n-C17	1,03
n-C18	1,05
n-C19	1,08
n-C20	1,00
n-C24	0,94
n-C28	1,02
n-C32	1,02
n-C36	1,19
n-C40	0,89
n-C44	0,83

^A Độ lệch của cấu tử n -C5 đã được loại bỏ (xem 18.3).

18.3.1 Khi thiết bị được đặt mua thì hãy kiểm tra các hệ số đáp ứng tương đối của các parafin trong mẫu hiệu chuẩn là thống nhất như mô tả trong 9.3.2. Một trong những thử nghiệm được thực hiện khi các giá trị chuẩn gas oil không đáp ứng yêu cầu là để thu được hệ số đáp ứng tương đối. Xác định hệ số đáp ứng tương đối có thể thu được đồng thời với hiệu chuẩn thời gian lưu, nếu nồng độ các hydrocarbon đã biết và nếu một mẫu trắng được sử dụng để thu được diện tích thực của các hydrocarbon. Ví dụ được chỉ ra trong Bảng 10.

Bảng 10 – Xác định hệ số đáp ứng tương đối ^A

% Khối lượng	Cn	Hệ số đáp ứng	% Độ lệch
0,186	C5	1,008	1
0,089	C6	1,003	0,3
0,0589	C7	1,087	8,7
0,0648	C8	1,049	4,9
0,0547	C9	1,016	1,6
0,0557	C10	1,000	0,0
0,0562	C11	0,997	-0,3
0,0937	C12	0,983	-1,7
0,0574	C13	0,984	-1,6
0,0579	C14	0,986	-1,4
0,0416	C15	0,978	-2,2
0,0352	C16	0,980	-2,0
0,0236	C17	0,982	-1,8
0,0247	C18	0,979	-2,1
0,0257	C19	0,979	-2,1
0,0393	C20	0,974	-2,6
0,0126	C24	0,983	-1,7
0,0129	C28	0,981	-1,9
0,013	C32	0,974	-2,6
0,0138	C36	1,006	0,6
0,0126	C40	1,050	5,0
0,0129	C44	1,021	2,1

^AĐược tính bằng công thức 2.

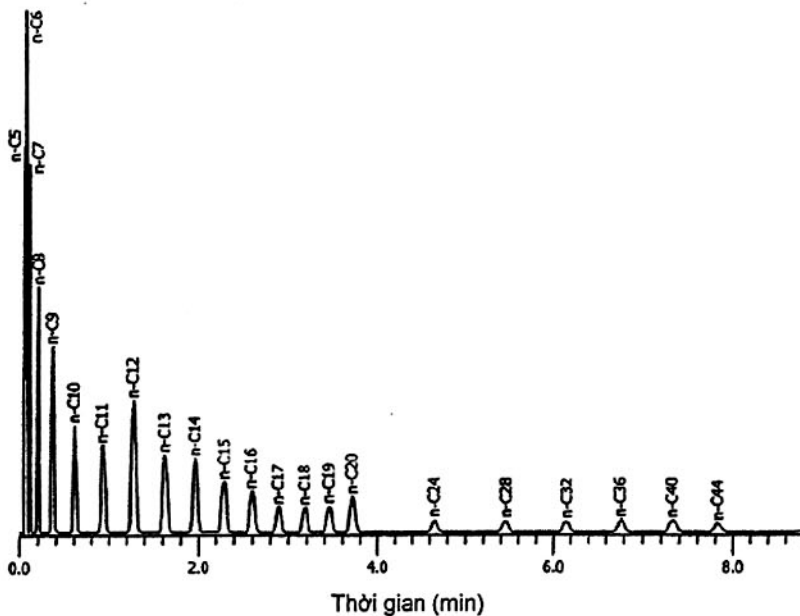
18.4 Một mẫu trắng cần cho phân tích chuẩn gas oil và cho các mẫu. Vì không dùng chất pha loãng trong phương pháp này, nên mẫu trắng ở sắc ký đồ không bơm vào. Các mẫu trắng được chấp nhận sẽ không hiển thị các pic nhiễu và tín hiệu ở cuối kỳ chạy không cao hơn về độ lớn so với các phản tương đương của tín hiệu mẫu. Nếu mẫu trắng ở phần đẳng nhiệt hiển thị độ dốc dương thì hiệu chỉnh hệ thống để tránh rò rỉ. Phần bổ chính cột có thể cũng được sử dụng, mặc dù đây không phải kỹ thuật mong muốn (xem 12.2.2, Chú thích 7).

19 Hiệu chuẩn

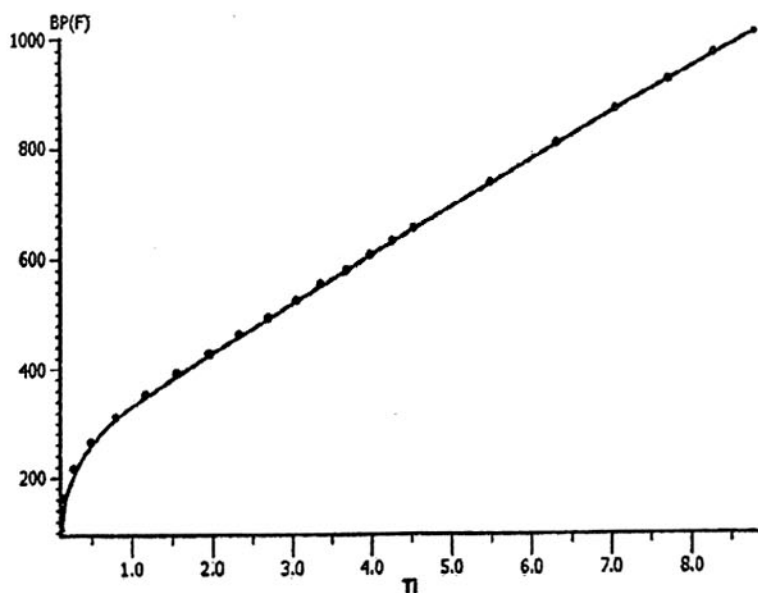
19.1 Bơm chất chuẩn hiệu chuẩn đã biết thời gian lưu (xem Hình 5). Xác minh rằng đồ thị điểm sôi của các parafin ứng với thời gian lưu có hình dạng như chỉ ra trong Hình 6. Các điểm sôi của các parafin được đưa ra trong Bảng 2. Hiệu chuẩn có phần phi tuyến tính đối với bốn parafin đầu tiên của hỗn hợp hiệu chuẩn. Phần thứ hai của đường cong là một đường thẳng kéo dài từ C9 đến C44. Các điều kiện sắc ký để thu được đường cong hiệu chuẩn chi tiết trong Bảng 8.

19.2 Thời gian lưu và diện tích pic của các dữ liệu đường cong hiệu chuẩn được thu thập trong chế độ xử lý pic. Kiểm tra rằng chất chuẩn hiệu chuẩn mang lại độ phân giải cột, các giá trị độ lệch pic cho tất cả các cấu tử trong hỗn hợp như mô tả trong 18.3.

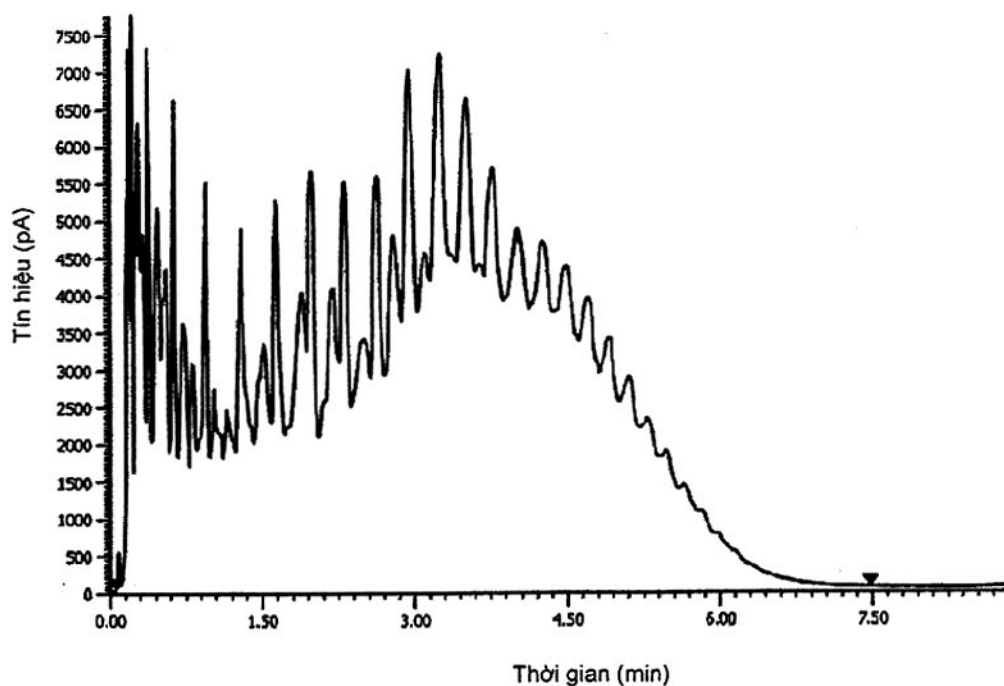
19.3 Bơm chuẩn gas oil với các điều kiện được thiết lập trong 18.3. Sau đó chạy mẫu trắng mà không cần bơm mẫu hoặc sử dụng mẫu trắng trong 18.4. Phủ sắc ký đồ của chuẩn gas oil bằng mẫu trắng. Kiểm tra mẫu trắng không cất sắc ký đồ của chuẩn gas oil đặc biệt là ở phần cuối quá trình chạy. Ngoài ra, kiểm tra mẫu trắng không có các pic xuất hiện. Nếu một trong hai hoặc cả hai điều xảy ra, kiểm tra hoặc thay thế vách ngăn, lớp kính đệm (vách kính) hoặc kiểm tra bộ lọc oxy để đảm bảo rằng không có mặt oxy lọt vào hệ thống sắc ký. Cũng có thể cần luyện cột. Sắc ký đồ điển hình đối với chuẩn gas oil mẻ số 2 được chỉ ra trong Hình 7 và Hình 8 thu được với các cột từ 1 đến 3 được mô tả trong Bảng 8.



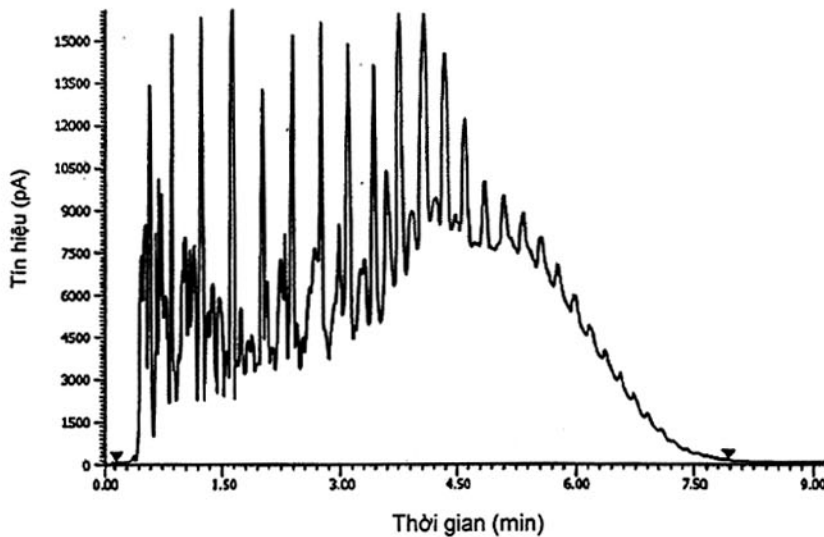
Hình 5 – Hiệu chuẩn thời gian lưu điển hình (Cột 1–3, Bảng 8).



Hình 6 – Thời gian lưu ứng với hiệu chuẩn nhiệt độ thu được dưới các điều kiện của Bảng 8

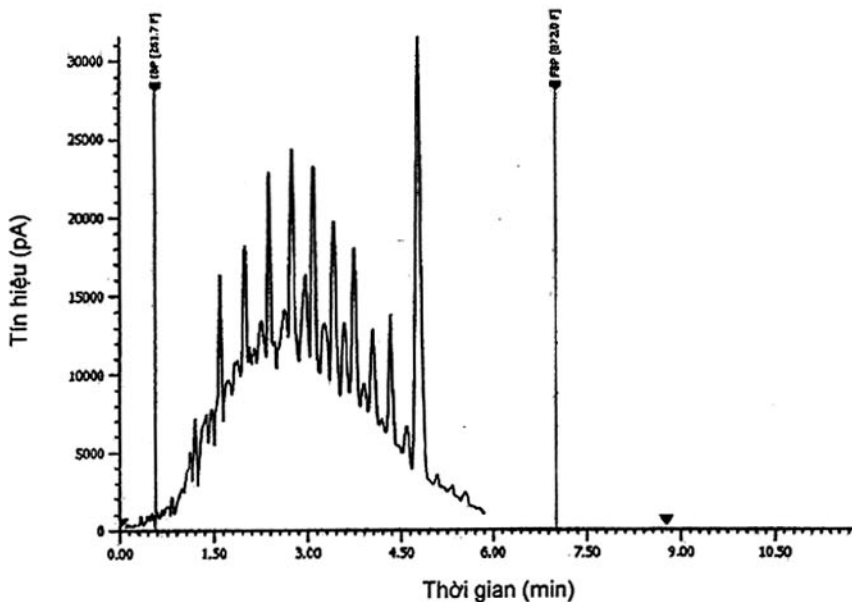


Hình 7 – Phân tích chuẩn gas 01 dưới các điều kiện tăng tốc (Cột 2)



Hình 8 – Phân tích chuẩn gas oil dưới các điều kiện tăng tốc (Cột 1)

19.4 Nếu các hỗn hợp diesel sinh học (B5, B10 và B20) được phân tích, sắc ký đồ sẽ hiển thị một pic cao nổi bật ở phần cuối của phép phân tích như được chỉ ra trong Hình 9. Có một pic lớn là do sự rửa giải của axit béo methyl este.



Hình 9 – Sắc ký đồ của hỗn hợp diesel sinh học (B10)

19.5 Thu được sự phân bố điểm sôi đối với chuẩn gas oil theo tính toán quy định trong Điều 12 quy trình A. Báo cáo sự phân bố điểm sôi. So sánh các giá trị với những giá trị trong Bảng 11. Nếu các giá trị này không đồng nhất với độ tái lập được báo cáo trong Bảng 11, thì tham khảo đến

những vấn đề có thể xảy ra được báo cáo trong 19.3. Nếu các giá trị của chuẩn gas oil được so sánh với những giá trị trong Bảng 3, áp dụng các phương trình độ chệch chỉ ra trong Bảng 15.

Bảng 11 – Các giá trị độ chụm đạt được đối với chuẩn gas oil ASTM số 1[^] (quy trình B)

M, %	T, °C	T, °F	r, °C	r, °F	R, °C	R, °F
IBP	113,3	235,9	2,94	5,29	7,97	14,35
0,05	150,0	302,0	0,56	1,00	2,92	5,25
0,10	174,6	346,3	0,58	1,04	3,03	5,45
0,20	223,9	435,0	0,62	1,12	3,25	5,85
0,30	259,7	499,5	0,65	1,17	3,41	6,14
0,40	289,4	552,9	0,68	1,22	3,87	6,96
0,50	312,4	594,3	0,70	1,25	3,65	6,57
0,60	331,8	629,2	0,71	1,28	3,73	6,72
0,70	354,1	663,4	0,73	1,32	3,83	6,90
0,80	378,5	713,3	0,75	1,36	3,94	7,10
0,90	407,7	765,9	0,78	1,40	4,08	7,34
0,95	429,8	805,6	0,80	1,43	4,17	7,51
FBP	480,8	897,4	3,30	5,94	7,63	13,73

[^] Các giá trị thu được từ nghiên cứu liên phòng (báo cáo nghiên cứu RR:D02-1760).

19.6 Cho phép dùng vật liệu chuẩn được lựa chọn có đặc điểm sôi tương tự như các mẫu được phân tích. Tuy nhiên, chuẩn chính là chuẩn gas oil ASTM và tính hiệu lực của chuẩn thứ cấp là chuẩn được xác định sau khi phù hợp với phân tích chuẩn gas oil.

20 Phân tích mẫu

20.1 Chuẩn bị mẫu

20.1.1 Nạp đầy lọ mẫu tự động tới thể tích mà để lại một khoảng trống nhỏ. Đối với các mẫu có độ nhớt cao có hai lựa chọn:

- 1) Điều chỉnh tốc độ lấy mẫu tự động dùng nạp đầy xy lanh với tốc độ chậm để không tạo ra chân không (bọt khí), dẫn đến kết quả các thể tích không lặp lại.
- 2) Thêm 2 giọt cacbon disulfua (CS₂) vào lọ mẫu tự động.

20.1.2 Đối với việc bơm chuẩn gas oil, nên dùng lọ mẫu tự động giảm thể tích hoặc dùng lọ chèn giảm thể tích. Chuẩn gas oil là một vật liệu chuẩn có giá trị khi cung cấp các mẫu sẵn có bị hạn chế và nó cần được lưu giữ.

20.1.3 Nếu không sử dụng CS₂ để rửa các lọ mẫu tự động thì điều chỉnh mẫu tự động để rửa xy lanh bằng một lượng mẫu tương ứng.

20.1.4 Nếu máy sắc ký khí không hoạt động trong khoảng hơn 2 h thì nên chạy một mẫu trắng để làm sạch vết tạp chất trên vách ngăn, khí mang không tinh khiết và các chất còn lại khác ở nhiệt độ cổng nạp khí mang thấp hơn khi máy ở trạng thái chờ cũng như các tạp chất khác ở lõi vào của cột. Quá trình chạy này không được coi như là mẫu trắng để kiểm tra hiệu chuẩn thiết bị.

20.2 Trình tự tiến hành

20.2.1 Nếu đây là lần đầu tiên thực hiện phân tích, trình tự chuẩn bị bao gồm chuẩn hiệu chuẩn thời gian lưu, chuẩn gas oil và mẫu trắng là cần thiết để tính sự phân bố dải sôi của chuẩn gas oil cũng như để phân tích các mẫu tiếp theo. Hiệu chuẩn phải được thực hiện hàng tuần khi thiết bị được sử dụng hoặc bất cứ khi nào thực hiện bảo dưỡng và tuân theo các nguyên tắc độ chính xác của phòng thử nghiệm hoặc cách thức kiểm soát chất lượng.

20.2.2 Điều chỉnh mẫu tự động để bơm một lượng được quy định trong Bảng 8. Không vượt quá thể tích được liệt kê trong Bảng 8.

20.2.3 Không để lọ hiệu chuẩn thời gian lưu tiếp xúc với nhiệt độ môi trường xung quanh vì sự bay hơi sẽ làm thay đổi các nồng độ tương đối của các parafin trong hỗn hợp mà có khả năng (nguy cơ) dẫn đến sai độ lệch pic và nhận dạng sai các n-parafin.

20.2.4 Định kỳ chèn các mẫu trắng trong trình tự phân tích mẫu. Có thể xác định trạng thái đường nền bằng cách kiểm tra mẫu và chòng phủ đường nền trong hệ thống dữ liệu.

20.3 Phân tích dữ liệu

20.3.1 Chuẩn gas oil – Sau khi tiến hành theo trình tự được mô tả trong 20.2.1, kiểm tra độ tuyến tính của hiệu chuẩn thời gian lưu và kiểm tra sự phân bố điểm sôi của chuẩn gas oil (RGO). Nếu các giá trị nằm trong các giá trị độ tái lập thu được từ nghiên cứu thử nghiệm liên phòng thì bắt đầu quá trình phân tích mẫu. Định kỳ phân tích chuẩn gas oil để kiểm tra độ chính xác của hệ thống. Chuẩn gas oil (RGO) cần được giữ lại khi nguồn cung cấp bị hạn chế. Ngoài ra, một hệ thống sắc ký được coi là đạt thử nghiệm của chuẩn gas oil (RGO) khi một chuẩn thứ cấp được sử dụng.

20.3.2 Nếu sự phân bố điểm sôi của chuẩn gas oil (RGO) không nằm trong các giá trị ở Bảng 11, kiểm tra tất cả các khuyến nghị trong Điều 18 và Điều 19. Sau đó thực hiện hiệu chuẩn lại. Nếu vẫn không thành công thì cần kiểm tra các thành phần của thiết bị theo hướng dẫn, khuyến nghị của nhà sản xuất thiết bị.

21 Tính kết quả

21.1 Các thuật toán và cách tính để thu được sự phân bố điểm sôi được mô tả trong Điều 12 của quy trình A. Tham khảo cách tính bổ sung TCVN 2698 (ASTM D 86) trong Phụ lục D.

22 Báo cáo

22.1 Báo cáo sự phân bố điểm sôi chính xác đến 0,5 °C (1 °F) ở mức 1 % nằm trong khoảng từ điểm sôi đầu (IBP) (0,5 %) đến điểm sôi cuối FBP (99,5 %). Chọn khoảng % theo yêu cầu bản chất của mẫu.

23 Độ chụm và độ chệch

23.1 Độ chụm được xác định bởi nghiên cứu phòng thử nghiệm liên phòng (ILS 158). Nghiên cứu bao gồm 10 mẫu (10 phòng thử nghiệm) trong đó gồm 3 hỗn hợp chứa 5 %, 10 % và 20 % các este FAME của nhiên liệu điêzen sinh học với hàm lượng lưu huỳnh cực thấp (B5, B10, B20). Chuẩn gas oil gồm các chất không biết có trong mẫu. Từ dữ liệu này các giá trị được chấp nhận của chuẩn gas oil được xác định như trong Bảng 11. Cần lưu ý rằng các giá trị thì hầu hết là bằng với các giá trị được liệt kê trong Bảng 3 của quy trình A.

23.2 Độ chụm – Độ chụm của phương pháp này được xác định bởi báo cáo nghiên cứu RR: D02 -1761 như sau. Các giá trị độ chụm chỉ được sử dụng trong dải nhiệt độ của Bảng 12.

Bảng 12 – Dải nhiệt độ thu được trong nghiên cứu liên phòng

%	Dải nhiệt độ, °C	Dải nhiệt độ, °F
IBP	110 đến 131	230 đến 268
5	138 đến 201	280 đến 394
10	144 đến 282	291 đến 540
20	159 đến 322	318 đến 612
30	170 đến 340	338 đến 644
40	184 đến 350	363 đến 662
50	196 đến 360	385 đến 680
60	208 đến 370	406 đến 698
70	221 đến 384	430 đến 723
80	236 đến 396	457 đến 745
90	259 đến 423	498 đến 793
95	268 đến 439	514 đến 822
FBP	288 đến 534	550 đến 993

23.2.1 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. Các giá trị thu được từ nghiên cứu độ chụm được chỉ ra trong Bảng 13.

Bảng 13 – Độ lặp lại và độ tái lập, quy trình B [TCVN 11585 (ASTM D 2887) phương pháp tăng tốc]^{A,B}

Khối lượng, %	Độ lặp lại, r (°C)	Độ lặp lại, r (°F)	Độ tái lập, R (°C)	Độ tái lập, R (°F)
IBP	2,94	5,29	7,97	9,52
5 % đến 95 %	$0,000857(X + 500)$	$0,000857(X + 868)$	$0,00449(X + 500)$	$0,00449(X + 868)$
FBP	3,32	6	7,63	10,8

^A Phần lớn % khối lượng không đáp ứng được yêu cầu DF (mức độ không ràng buộc) > 30 như đã nêu bởi ASTM D 6300-06, Điều 6.4.3 Chú thích 1. Như vậy những câu sau được bổ sung "Khuyến nghị nên chuẩn hóa tiếp".

^B Các giá trị độ chụm chỉ được sử dụng khoảng nhiệt độ của Bảng 12.

23.2.2 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. Các kết quả của nghiên cứu độ chụm trong độ tái lập chỉ ra trong Bảng 13.

23.2.3 Ví dụ tính toán độ chụm được trình bày trong Bảng 14.

Bảng 14 – Tính độ lặp lại và độ tái lập ở nhiệt độ được lựa chọn^A

Khối lượng %	Cao °C	Cao °F	Thấp °C	Thấp °F	Trung gian, °C	Trung gian, °F	r, °C	R, °C	r, °F	R, °F
IBP	127	260,6	111	231,8	122	251,6	2,94	7,97	5,3	14,3
T5	193	379,4	139	282,2	174	345,2	0,58	3,03	1,0	5,5
T10	214	417,2	145	293	201	393,8	0,6	3,15	1,1	5,7
T20	239	462,2	160	320	221	429,8	0,62	3,24	1,1	5,8
T30	260	500	172	341,6	243	469,4	0,64	3,34	1,2	6,0
T40	289	552,2	184	363,2	254	489,2	0,65	3,39	1,2	6,1
T50	312	593,6	197	386,6	271	519,8	0,66	3,46	1,2	6,2
T60	369	696,2	209	408,2	290	554	0,68	3,55	1,2	6,4
T70	382	719,6	223	433,4	308	586,4	0,69	3,63	1,2	6,5
T80	397	746,6	236	456,8	332	629,6	0,71	3,74	1,3	6,7
T90	419	786,2	354	669,2	354	669,2	0,73	3,83	1,3	6,9
T95	438	820,4	266	510,8	364	687,2	0,74	3,88	1,3	7,0
FBP	497	926,6	289	552,2	406	762,8	2,32	7,63	4,2	13,7

^A Các giá trị chọn lọc thu được từ nghiên cứu độ chụm.

23.3 Độ chênh – Nghiên cứu thử nghiệm liên phòng (ILS) được thực hiện nhằm xác định độ chênh giữa quy trình A trong TCVN 11585 (ASTM D 2887–A) (quy trình chuẩn) và quy trình B trong TCVN 11585 (ASTM D 2887–B). Dữ liệu thu được được mô tả trong báo cáo nghiên cứu RR: D 02–1803. Nghiên cứu dữ liệu bằng phương pháp ASTM D 6708 được trình bày trong Bảng 15.

Bảng 15 – Đánh giá kết quả của ASTM D 6708: Quy trình A (chuẩn) so với quy trình B

% khối lượng	Chấp nhận cải thiện hiệu chỉnh độ chênh không?	Độ chênh được hiệu chỉnh B = Dự kiến A	Độ chênh mẫu cụ thể	“Thực tế” tương đương sau khi hiệu chỉnh không?	Khoảng trung bình của mẫu trong nghiên cứu liên phòng °C	Khoảng trung bình của mẫu trong nghiên cứu liên phòng °F
IBP	N	= B °C hoặc °F	N	Y	103 đến 329	217,4 đến 608
10 %	Y	= B -1,207 °C	N	Y	161,3 đến 369,4	322,3 đến 696,9
10 %	Y	= B -2,173 °F				
30 %	Y	= B -1,508 °C	N	Y	185,2 đến 390,6	365,4 đến 735,1
30 %	Y	= B -2,714 °F				
50 %	Y	= 0,991B + 0,671 °C	N	Y	208,4 đến 408,7	407,1 đến 767,7
50 %	Y	= 0,991B + 1,208 °F				
70 %	Y	= B -1,99 °C	N	Y	232,1 đến 426,8	449,8 đến 800,2
70 %	Y	= B -3,58 °F				
90 %	Y	= B -1,732 °C	N	Y	259,4 đến 451,8	499 đến 845,2
90 %	Y	= B -3,118 °F				
FBP	N	= B °C hoặc °F	N	Y	291,5 đến 501,5	556,7 đến 934,7
Y: có						
N: không						

23.3.1 Báo cáo độ chênh trong 14.2.1 cũng áp dụng cho quy trình B.

23.3.2 Các kết luận sau đây được rút ra từ Bảng 15.

23.3.2.1 Đối với điểm sôi đầu (IBP), điểm sôi cuối (FBP) – Hiệu chỉnh độ chênh không được xem xét trong ASTM D 6708 để cải thiện sự thống nhất giữa các kết quả của quy trình A và

quy trình B đối với các vật liệu được nghiên cứu. Áp dụng quy trình B như là một thay thế cho quy trình A. Các kết quả từ quy trình B có thể được coi là tương đương với các kết quả từ quy trình A, cho các loại mẫu có cùng phạm vi đặc tính được nghiên cứu. Đối với các vật liệu được nghiên cứu, không có độ chệch cho các mẫu cụ thể như được định nghĩa trong ASTM D 6708.

23.3.2.2 Đối với thành phần cát phân đoạn T10, T30, T50, T70 và T90 – Mức độ thống nhất giữa các kết quả của quy trình A và quy trình B có thể được cải thiện tốt hơn bằng cách áp dụng phương trình hiệu chỉnh như được liệt kê trong Bảng 15. Áp dụng quy trình B như là một thay thế cho quy trình A. Các kết quả độ chệch được hiệu chỉnh từ quy trình B theo phương trình hiệu chỉnh trong Bảng 15 có thể được coi là tương đương với các kết quả từ quy trình A, đối với các loại mẫu có cùng phạm vi đặc tính được nghiên cứu (xem báo cáo nghiên cứu RR: D02–1803). Sau khi hiệu chỉnh độ chệch đối với các vật liệu được nghiên cứu, không có độ chệch cho các mẫu cụ thể như được định nghĩa trong ASTM D 6708.

23.4 Độ tái lập giữa các quy trình (R_{XY}) – Chênh lệch giữa các kết quả độ chệch đã được hiệu chỉnh từ quy trình B và quy trình A đối với các loại mẫu có cùng phạm vi đặc tính được nghiên cứu được dự kiến sẽ vượt quá độ tái lập giữa các phương pháp khoảng 5 % thời gian, được định nghĩa trong ASTM D 6708.

$$R_{XY} = [0,5 (R_X)^2 + 0,5 (R_Y)^2]^{1/2} \quad (9)$$

trong đó

R_X độ tái lập của quy trình B (tính bằng °C hoặc °F) được trình bày trong Bảng 13, và

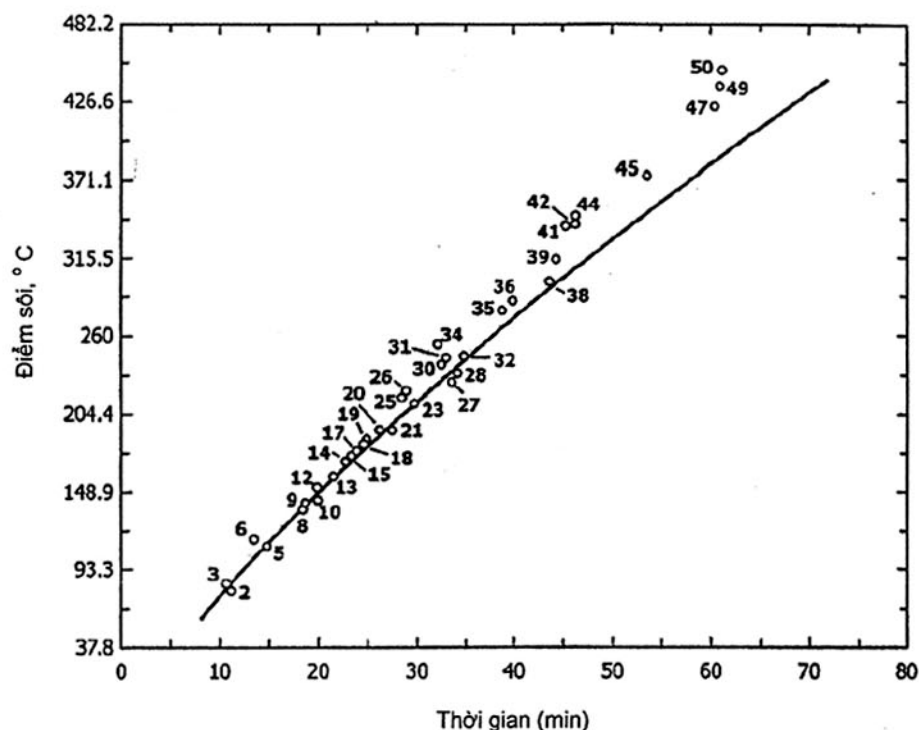
R_Y độ tái lập của quy trình A (tính bằng °C hoặc °F) được trình bày trong Bảng 6,

Phụ lục A

(Tham khảo)

Điểm sôi của các hydrocacbon không chứa parafin (quy trình A và quy trình B)

A.1 Có một sự khác biệt rõ ràng trong điểm sôi của các hợp chất loại nhiều (đa) vòng. Khi thời gian lưu của các hợp chất này được so sánh với điểm sôi tương đương ở áp suất khí quyển của n-parafin. Các hợp chất loại vòng này xuất hiện sớm khi rửa giải từ cột cao su metyl silicon. Đồ thị hiển thị 36 hợp chất thay vì các parafin được vẽ dọc theo đường cong hiệu chuẩn đối với các parafin riêng lẻ được trình bày trong Hình A.1. Số điểm được xác định trong Bảng A.1. Trong hình này, các điểm sôi ở áp suất khí quyển được chấm với thời gian lưu quan sát được. Nếu sử dụng cột có chứa số phần trăm pha tĩnh khác nhau hoặc tốc độ chương trình nhiệt độ khác nhau, thì độ dốc và độ cong của đường cong các n-parafin (nét liền) sẽ thay đổi, nhưng các mối quan hệ tương đối về cơ bản sẽ vẫn giống nhau. Độ lệch của các điểm sôi mô phỏng được tính từ đường cong, các điểm sôi thực của một số hợp chất được trình bày trong Bảng A.2. Độ lệch thu được bằng cách vẽ các điểm sôi ở áp suất 10 mmHg thay vì ở áp suất 760 mmHg cũng được lập bảng. Rõ ràng là độ lệch thấp ở áp suất 10 mmHg. Điều này chỉ ra rằng dữ liệu chưng cất được thực hiện bằng phương pháp sắc ký khí xấp xỉ bằng với dữ liệu thu được trong chưng cất giảm áp (chưng cất chân không). Do đường cong của nhiệt độ – áp suất hơi của các hợp chất loại nhiều (đa) vòng không có cùng độ dốc hoặc cùng độ cong như đường cong của các n-parafin, nên sẽ tồn tại một khác biệt rõ ràng khi sử dụng các điểm sôi của n-parafin ở áp suất khí quyển.



Hình A.1 – Mối quan hệ giữa thời gian lưu và điểm sôi của các hợp chất loại đa vòng có nhiều điểm sôi cao (xem Bảng A.1)

Bảng A.1 – Định dạng hợp chất, các chấm được đánh số (xem Hình A.1)

Số	Điểm sôi, °C (°F)	Hợp chất	Số	Điểm sôi, °C (°F)	Hợp chất
2	80 (176)	benzen	27	227 (441)	di-n-amylsulfua
3	84 (183)	thiophen	28	234 (453)	tri-isopropylbenzen
5	111 (231)	toluen	30	241 (466)	2-metylnaphtalen
6	116 (240)	pyridin	31	295 (473)	1-metylnaphtalen
8	136 (277)	2,5-dimetylthiophen			
9	139 (282)	p-xylene	34	254 (489)	indole
10	143 (289)	di-n-propylsulfua	35	279 (534)	acenaphten
12	152 (306)	cumen			
13	159 (319)	1-hexahydroindan	38	298 (568)	n - decylbenzen
14	171 (339)	1-decen	39	314 (598)	1 -octadecen
15	173 (344)	sec-butylbenzen			
17	178 (352)	2,3-dihydroinden	41	339 (642)	phenanthren

Bảng A.1 (kết thúc)

Số	Điểm sôi, °C (°F)	Hợp chất	Số	Điểm sôi, °C (°F)	Hợp chất
18	183 (361)	n-butylbenzen	42	342 (647)	anthracen
19	186 (366)	trans-decalin			
20	194 (382)	cis-decalin	44	346 (655)	acridin
21	195 (383)	di-n-propyldisulfua	45	395 (743)	pyren
23	213 (416)	1 -dodecen	47	404 (796)	triphenylen
25	218 (424)	naphtalen	49	438 (820)	naphtacen
26	221 (430)	2,3-benzothiophen	50	447 (837)	chrysen

Bảng A.2 – Độ lệch của các điểm sôi chưng cất mô phỏng khỏi các điểm sôi thực

Hợp chất	Điểm sôi, °C (°F) (760 mm Hg)	Độ lệch khỏi điểm sôi thực, °C (°F)	
		(760 mm Hg)	(10 mm Hg)
Benzen	80 (176)	+3 (+6)	-2 (-4)
Thiophen	84 (183)	+4(+7)	+1 (+2)
Toluen	111 (231)	+2 (+3)	-1 (-2)
p-Xylen	139 (282)	0 (0)	+2 (+4)
1-Dodecen	213 (416)	0 (0)	0 (0)
Naphtalen	218 (424)	-11 (-20)	-4 (-8)
2,3-Benzothiophen	221 (430)	-13 (-23)	0 (0)
2-Metylnaphtalen	241 (466)	-12 (-21)	-2 (-3)
1-Metylnaphtalen	245 (473)	-12 (-21)	-1 (-1)
Dibenzothiophen	332 (630)	-32 (-58)	-6 (-10)
Phenanthren	339 (642)	-35 (-63)	-9 (-16)
Anthracen	342 (647)	-36 (-64)	-8 (-15)
Pyren	395 (743)	-48 (-87)	-16 (-29)
Chrysen	447 (837)	-60 (-108)	... ^A

^A Không có dữ liệu của chrysen ở áp suất 10 mm Hg

A.2 Tuy nhiên, sự khác biệt không dẫn đến bất kỳ lỗi đáng kể nào nếu so sánh với chưng cất phòng thử nghiệm vì áp suất giảm trong quy trình đó khi nhiệt độ trên đạt đến không quá 260 °C (500 °F) để ngăn chặn phản ứng cracking của mẫu. Do đó, dữ liệu chưng cất thực tế có cùng độ lệch với chưng

cất mô phỏng bằng phương pháp sắc ký khí. So sánh dữ liệu thu được từ chưng cất điểm sôi thực (TBP) với số liệu thu được từ chưng cất mô phỏng của ba phân đoạn dầu mỏ có nhiệt độ sôi cao được trình bày trong Bảng A.3. Chưng cất điểm sôi thực được thực hiện trên cột 100 đĩa lý thuyết ở áp suất 1 mmHg.

Bảng A.3 – Chưng cất phân đoạn gas oil nặng (HGO)

% khối lượng ^A	Phân đoạn gas oil thô		Gas oil có hàm lượng lưu huỳnh cao tạo cốc		Dầu tách	
	TBP ^A °C (°F)	SD ^B °C (°F)	TBP °C (°F)	SD °C (°F)	TBP °C (°F)	SD °C (°F)
IBP ^C	230 (446)	215 (419)	223 (433)	209 (409)	190 (374)	176 (348)
10	269 (517)	265 (506)	274 (526)	259 (498)	318 (605)	302 (575)
20	304 (580)	294 (562)	296 (565)	284 (544)	341 (645)	338 (640)
30	328 (622)	321 (610)	316 (600)	312 (593)	357 (675)	358 (676)
40	343 (650)	348 (659)	336 (636)	344 (651)	377 (710)	375 (707)
50	367 (693)	373 (704)	356 (672)	364 (688)	390 (734)	391 (736)
60	394 (742)	409 (749)	377 (710)	386 (727)	410 (770)	409 (768)
70	417 (783)	424 (795)	399 (751)	410 (770)	425 (797)	425 (797)
80	447 (836)	451 (844)	421 (800)	434 (814)	445 (833)	443 (830)
90	...	488 (910)	462 (863)	467 (872)	...	469 (876)
95	...	511 (951)	482 (900)	494 (922)	...	492 (918)
100	...	543 (1009)	...	542 (1007)	...	542 (1007)

^A TBP là điểm sôi thực.
^B SD là điểm sôi chưng cất mô phỏng.
^C IBP là điểm sôi đầu.

A.3 Dầu tách cần được quan tâm đặc biệt bởi vì nó chứa lượng lớn các hợp chất thơm đa vòng và phân đoạn gas oil với lưu huỳnh cao tạo cốc thì chứa các hợp chất lưu huỳnh loại vòng và các loại phức olefin.

Phụ lục B

(Tham khảo)

Sự thống nhất bằng chưng cất thường (quy trình A và quy trình B)

B.1 ASTM D 2892 là tiêu chuẩn cho các sản phẩm dầu mỏ chưng cất thông thường.

B.2 Tiêu chuẩn này được so sánh với ASTM D 2892 trên cùng mẫu thử bởi một số phòng thử nghiệm (1–3). Trong mọi trường hợp, sự thống nhất giữa hai phương pháp thử là rất tốt cho các sản phẩm dầu mỏ và các phân đoạn dầu mỏ nằm trong phạm vi áp dụng của phương pháp này.

B.3 Thời gian cần để phân tích theo phương pháp này thì bằng một phần mười thời gian cần để phân tích theo phương pháp ASTM D 2892, và phương pháp ASTM D 2892 gặp khó khăn trong việc thiết lập chính xác điểm sôi đầu (IBP) và điểm sôi cuối (FBP).

* Các con số in đậm trong ngoặc liên quan tới danh sách các tài liệu tham khảo ở phần cuối của tiêu chuẩn này.

Phụ lục C

(Tham khảo)

Mối tương quan dữ liệu tính theo phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) với dữ liệu tính theo phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887) (chỉ áp dụng cho quy trình A)

C.1 Mối tương quan

C.1.1 Kết quả dữ liệu thu được từ việc thực hiện phân tích theo phương pháp ASTM D 2887 được sử dụng để có được dữ liệu của phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) thông qua mối tương quan. Sử dụng các mối tương quan để chuyển đổi chọn lựa các điểm chưng cất của phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887) (như phần trăm) với các điểm chưng cất của phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) (như phần trăm) bằng các phương trình toán học.

C.2 Mối tương quan xuất bản kỹ thuật đặc biệt 577 (STP 577)

C.2.1 Mối tương quan đó đã được sử dụng cho một số năm được gọi là tương quan đại tây dương Richfield, được công bố trong xuất bản kỹ thuật đặc biệt của ASTM (STP 577) (4). Xem Bảng C.1.

Bảng C.1 – Mối tương quan STP 577

D 86 – IBP	$46,566 + 0,58289 (D\ 2887\ 10\ \%) + 0,34795 (D\ 2887\ IBP)$
D 86 – 10 %	$33,308 + 0,61562 (D\ 2887\ 10\ \%) + 0,35110 (D\ 2887\ 20\ \%)$
D 86 – 20 %	$22,411 + 0,48903 (D\ 2887\ 30\ \%) + 0,27528 (D\ 2887\ 20\ \%) + 0,21713 (D\ 2887\ 10\ \%)$
D 86 – 30 %	$14,311 + 0,47035 (D\ 2887\ 30\ \%) + 0,28369 (D\ 2887\ 20\ \%) + 0,22784 (D\ 2887\ 50\ \%)$
D 86 – 50 %	$4,876 + 0,97597 (D\ 2887\ 50\ \%)$
D 86 – 70 %	$0,911 + 0,51975 (D\ 2887\ 80\ \%) + 0,33260 (D\ 2887\ 70\ \%) + 0,10159 (D\ 2887\ 30\ \%)$
D 86 – 80 %	$0,279 + 0,75936 (D\ 2887\ 80\ \%) + 0,28333 (D\ 2887\ 95\ \%) - 0,09975 (D\ 2887\ FBP)$
D 86 – 90 %	$-1,973 + 0,61459 (D\ 2887\ 90\ \%) + 0,31909 (D\ 2887\ 95\ \%)$
D 86 – FBP	$34,179 + 1,14826 (D\ 2887\ 95\ \%) - 0,59208 (D\ 2887\ 90\ \%) + 0,31542 (D\ 2887\ FBP)$

C.2.2 Ứng dụng của mối tương quan này cũng đã được công bố bởi Kennard (5). Trong đó cho thấy làm thế nào các mối tương quan có thể được tối ưu hóa cho loại mẫu đặc biệt.

C.2.3 Mối tương quan không phụ thuộc vào xử lý về mặt thống kê ASTM gần đây vì nguồn gốc của nó có trước các phương pháp luận về thống kê mới. Tuy nhiên, một số hạn chế khi so sánh việc sử dụng các mối tương quan được trình bày trong tài liệu tham khảo (4).

C.3 Mối tương quan API

C.3.1 Mối tương quan thứ hai được sử dụng là quy trình API 3A3.2 (xem tài liệu tham khảo (6)).

Phụ lục D

(Tham khảo)

**Mối tương quan của nhiên liệu phân lục và nhiên liệu điêzen
(quy trình A và quy trình B)**

D.1 Kết quả dữ liệu thu được từ việc thực hiện phân tích theo phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887) được sử dụng để có được dữ liệu của phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) thông qua mối tương quan. Sử dụng các mối tương quan để chuyển đổi chọn lựa các điểm chưng cất của phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887) (như phần trăm) với các điểm chưng cất của phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) (như phần trăm) bằng các phương trình toán học.

D.2 Một mô hình tương quan được trình bày ở đây để tính dữ liệu tương quan của phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) từ phân tích sự phân bố dải sôi bằng sắc ký khí theo phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887). Mô hình tương quan này chỉ có giá trị đối với nhiên liệu điêzen và nhiên liệu phân lục, không bao gồm (trừ) điêzen sinh học.

D.3 Mô hình tương quan này được xác nhận bởi quy trình phân tích quy định trong ASTM D 6708.

D.4 Ý nghĩa và sử dụng

D.4.1 Dữ liệu chuẩn (hợp lệ) để chuyển đổi dữ liệu tương quan cho phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) có thể thu được bằng phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887). Mô hình chỉ có giá trị cho nhiên liệu điêzen hoặc nhiên liệu phân lục và các mẫu phải đáp ứng các yêu cầu kỹ thuật được đưa ra trong TCVN 11585 (ASTM D 2887).

D.5 Tóm tắt quy trình

D.5.1 Dữ liệu tương quan của phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) được tính từ dữ liệu của phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887) bằng công thức D.1 và các hệ số quy định trong Bảng D.1.

$$t_n = a_0 + a_1 \times T_{n-1} + a_2 \times T_n + a_3 \times T_{n+1} \quad (D.1)$$

trong đó

t_n nhiệt độ điểm sôi thứ n của phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) tương quan,

a_i hệ số thứ i từ Bảng D.1, và

T_n nhiệt độ điểm sôi thứ n của phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887).

Bảng D.1 – Hệ số tương quan

t_n °C	a_0	a_1	a_2	a_3	T_{n-1}	T_n °C	T_{n+1}
IBP	25,351	0,32216	0,71187	-0,04221	T_{IBP}	T_5	T_{10}
5 %	18,822	0,06602	0,15803	0,77898	T_{IBP}	T_5	T_{10}
10 %	15,173	0,20149	0,30606	0,48227	T_5	T_{10}	T_{20}
20 %	13,141	0,22677	0,29042	0,46023	T_{10}	T_{20}	T_{30}
30 %	5,7766	0,37218	0,30313	0,31118	T_{20}	T_{30}	T_{50}
50 %	6,3753	0,07763	0,68984	0,18302	T_{30}	T_{50}	T_{70}
70 %	-2,8437	0,16366	0,42102	0,38252	T_{50}	T_{70}	T_{80}
80 %	-0,21536	0,25614	0,40925	0,27995	T_{70}	T_{80}	T_{90}
90 %	0,09966	0,24335	0,32051	0,37357	T_{80}	T_{90}	T_{95}
95 %	0,89880	-0,09790	1,03816	-0,00894	T_{90}	T_{95}	T_{FBP}
FBP	19,444	-0,38161	1,08571	0,17729	T_{90}	T_{95}	T_{FBP}

D.6 Nguyên tắc

D.6.1 Mô hình tương quan này dựa trên dữ liệu của 46 mẫu nhiên liệu phản lực và 39 mẫu nhiên liệu điêzen được phân tích theo cả hai phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) và phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887). Từ những kết quả này, mô hình tương quan được xác định bằng hồi quy, quy định cụ thể các hệ số cho mỗi sự thu hồi. Một mô hình độ chụm còn lại được xác định khi sử dụng phương pháp ASTM D 6708 trên tập hợp số liệu từ chương trình kiểm tra chéo ASTM thử nghiệm liên phòng của năm nhiên liệu phản lực và sáu nhiên liệu điêzen được phân tích bởi 38 phòng thử nghiệm theo phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887) và 201 phòng thử nghiệm theo phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86).

D.6.2 Mô hình hiệu chỉnh độ chệch được sử dụng để hiệu chỉnh các kết quả từ mô hình tương quan, kết quả là một tương quan mới được đưa ra trong Bảng D.1.

D.6.3 Dựa trên (vào) các thử nghiệm thống kê chính, không thu được độ chệch của mẫu cụ thể trong tập hợp dữ liệu dùng để hiệu chỉnh độ chệch.

D.6.4 Độ chụm đã được xác định bởi cả hai phương pháp để phân biệt giữa các mẫu.

D.6.5 Độ chụm và độ chệch – Sau khi chuyển đổi dữ liệu của phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887) thành dữ liệu của phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) thì có được độ tái lập tương đương với độ tái lập của phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887).

D.6.6 Sau khi chuyển đổi dữ liệu của phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887) thành dữ liệu hiệu chỉnh của phương pháp TCVN 2698 (ASTM D 86) thì độ tái lập của phương pháp chéo được đưa ra trong Bảng D.2.

Bảng D.2 – Độ tái lập của phương pháp chéo

	IBP	5 %	10 %	20 %	30 %	50 %	70 %	80 %	90 %	95 %	FBP
R, °C	13,71	11,80	10,73	8,83	7,39	6,96	7,03	7,62	8,85	17,32	12,94

Phụ lục E

(Tham khảo)

Khí mang hydro và khí mang nitơ

CHÚ THÍCH E.1: Tại thời điểm này, vì các thông tin phương pháp thử tính năng độ chụm và độ chệch dùng các khí mang thay thế và các điều kiện được liệt kê trong Phụ lục này không được nghiên cứu theo quá trình (quy trình) nghiên cứu liên phòng (ILS), của ASTM thích hợp, phụ lục này chỉ gồm các mục đích về thông tin. Các kết quả thu được theo các điều kiện mô tả trong phụ lục này không được coi là các kết quả có giá trị (hợp lệ) của ASTM D 2887 và không được trình bày. (Cảnh báo – Thận trọng khi dùng hydro làm khí mang. Khuyến nghị nên dùng cảm biến hydro trong lò sắc ký khí (GC) để tắt nguồn hydro trong trường hợp nồng độ hydro tích tụ vượt quá giới hạn nổ).

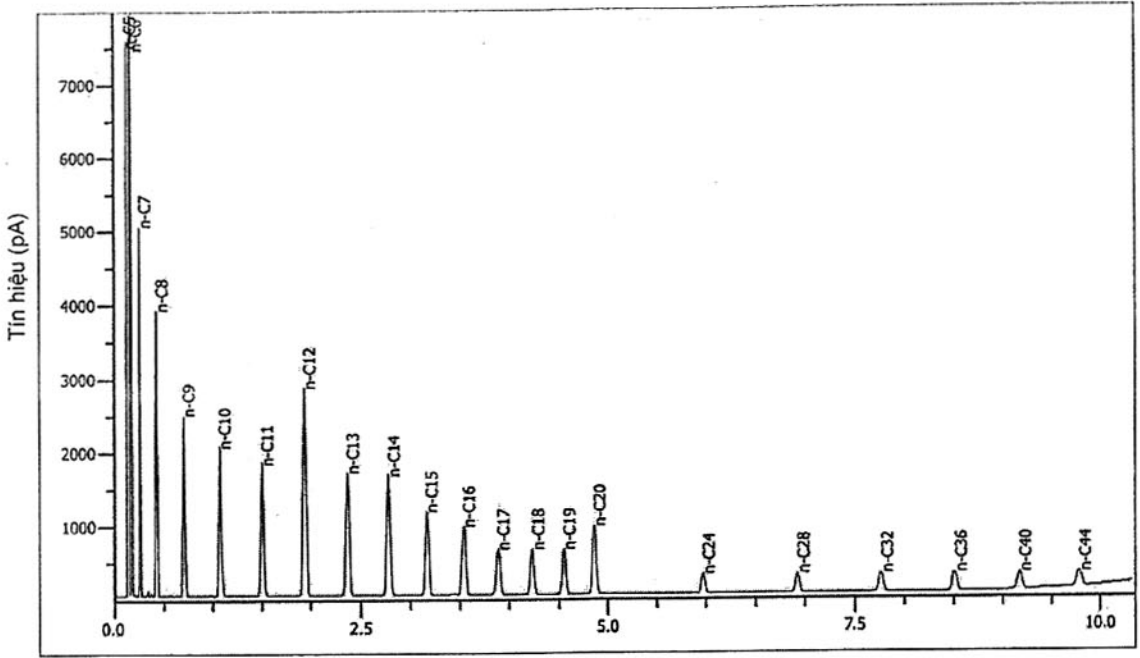
E.1 Phần này liệt kê các điều kiện của TCVN 11585 (ASTM D 2887) quy trình A và TCVN 11585 (ASTM D 2887) quy trình B sử dụng hydro và nitơ làm khí mang. Nó được chia thành các điều: Điều E.4 cho khí mang hydro và Điều E.5 cho khí mang nitơ. Trong cả hai điều đều mô tả các điều kiện vận hành của cả hai phương pháp TCVN 11585 (ASTM D 2887) – quy trình A và TCVN 11585 (ASTM D 2887) – quy trình B. Độ tinh khiết của khí mang được nêu trong 7.4 và 7.5 của phương pháp này.

E.2 Hiện thị các sắc ký đồ hiệu chuẩn và các sắc ký đồ chuẩn gas oil theo ASTM đối với mỗi loại khí mang. Sự phân bố điểm sôi của chuẩn gas oil cũng được trình bày theo các giá trị chuẩn chấp nhận.

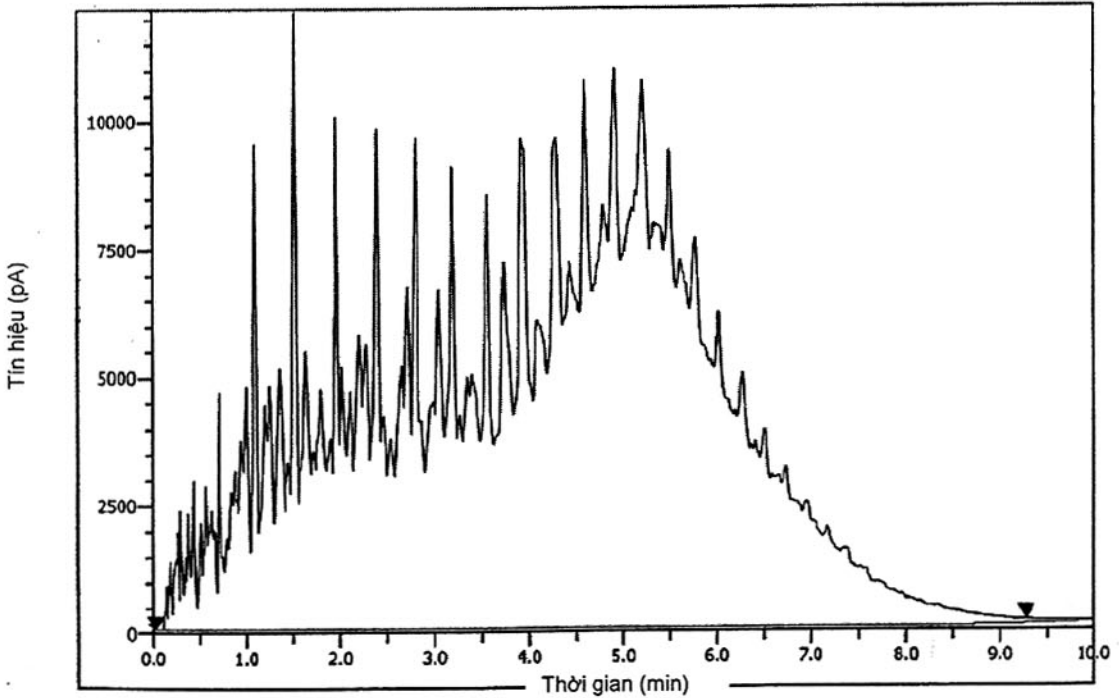
E.3 Các điều kiện và sắc ký đồ được cung cấp bởi người sử dụng các phương pháp.

E.4 Khí mang hydro

E.4.1 Sắc ký đồ điển hình thu được với khí mang hydro đối với các hiệu chuẩn được trình bày trong Hình E.1 và Hình E.2, sử dụng khí mang hydro cho (trong) quy trình B [TCVN 11585 (ASTM D 2887)].



Hình E.1 – Sắc ký đồ hiệu chuẩn sử dụng khí mang hydro trong quy trình B [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]



Hình E.2 – Sắc ký đồ của chuẩn gas oil số 2 sử dụng khí mang hydro trong quy trình B [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]

Bảng E.1 – Các điều kiện sắc ký khí sử dụng khí mang hydro

	Khí mang hydro sử dụng trong quy trình A [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]	Khí mang hydro sử dụng trong quy trình B [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]
Cột	Chiều dài cột 10 m, đường kính trong 0,53 mm, Pha lỏng của cột chứa polydimethyl-siloxan (PDMS) với độ dày 0,88 μm .	Chiều dài cột 10 m, đường kính trong 0,53 mm, Pha lỏng của cột chứa polydimethyl-siloxan (PDMS) với độ dày 0,88 μm .
Khí mang	Lưu lượng khí mang là 10 mL/min	Lưu lượng khí mang là 10 mL/min
Lập trình nhiệt độ lò	40 °C đến 350 °C tại tốc độ 15 °C/min, giữ 17 min	40 °C đến 350 °C tại tốc độ 35 °C/min, giữ 0 min
Cửa nạp (đầu vào)	làm nguội trên cột từ 100 °C đến 350 °C tại tốc độ 15 °C/min	lập trình đầu vào PTV từ 100 °C đến 350 °C tại tốc độ 30 °C/min
Nhiệt độ FID	360 °C	355 °C
Mẫu	0,1 μL , nồng độ từ 10 % đến 20 % khối lượng trong CS_2 .	0,1 μL , nguyên chất.

Bảng E.2 – Các giá trị điểm sôi thu được của chuẩn gas oil số 2 theo [TCVN 11585 (ASTM D 2887)] sử dụng khí mang hydro trong quy trình B

Khí mang hydro trong quy trình B [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]				
Chuẩn gas oil ASTM số 2				
%	BP (°C)	QC (°C)	(-)	Giới hạn
IBP	110,2	106,1	4,1	7
5	174,2	172,8	1,4	4,1
10	196,9	195,6	1,3	4,4
15	216,9	215,6	1,3	4,7
20	234,5	233,3	1,2	5
25	251,5			
30	267,8	266,7	1,1	4,8
35	283,6			
40	298,4	297,8	0,6	4,3

Bảng E.2 (kết thúc)

Khí mang hydro trong quy trình B [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]				
Chuẩn gas oil ASTM số 2				
%	BP (°C)	QC (°C)	(-)	Giới hạn
45	310,7			
50	321,5	321,1	0,4	4,3
55	332,1			
60	342,5	341,7	0,8	4,3
65	351,3	350	1,3	4,3
70	359,7	358,3	1,4	4,3
75	369,2	367,8	1,4	4,3
80	379,1	377,8	1,3	4,3
85	391,4	390	1,4	4,3
90	407,2	406,1	1,1	4,3
95	431,7	431,1	0,6	5
FBP	493,1	496,1	-3,1	11,8

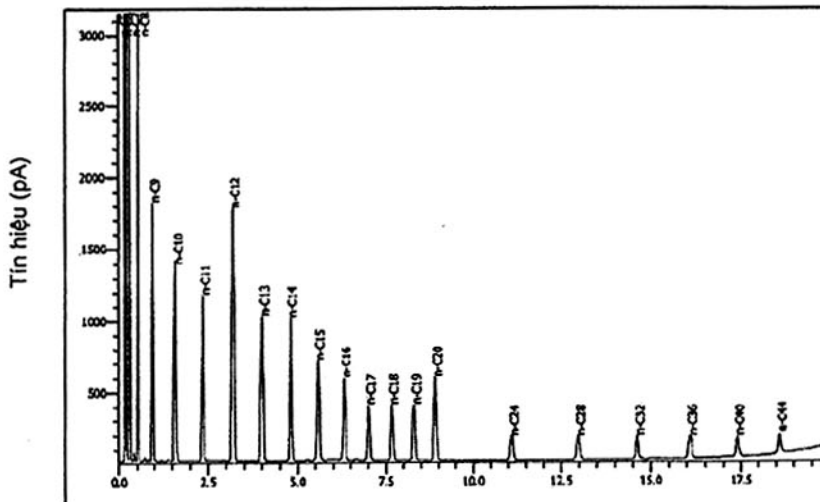
Bảng E.3 – Bản sao các giá trị điểm sôi thu được của chuẩn gas oil số 2 theo [TCVN 11585 (ASTM D 2887)] sử dụng khí mang hydro trong quy trình A

Khí mang hydro					Khí mang hydro				
Chuẩn gas oil số 2					Chuẩn gas oil số 2				
%	BP (°C)	QC (°C)	(-)	Giới hạn	%	BP (°C)	QC (°C)	(-)	Giới hạn
IBP	107,4	106,1	1,3	7	IBP	108	106,1	1,9	7
5	173,9	172,8	1,1	4,1	5	173,9	172,8	1,1	4,1
10	196,5	195,6	1	4,4	10	196,6	195,6	1	4,4
15	216,6	215,6	1	4,7	15	216,6	215,6	1,1	4,7
20	233,6	233,3	0,2	5	20	233,6	233,3	0,3	5
25	250,6				25	250,6			
30	266,8	266,7	0,1	4,8	30	266,9	266,7	0,2	4,8
35	282,8				35	282,8			
40	297,5	297,8	-0,2	4,3	40	297,6	297,8	-0,2	4,3

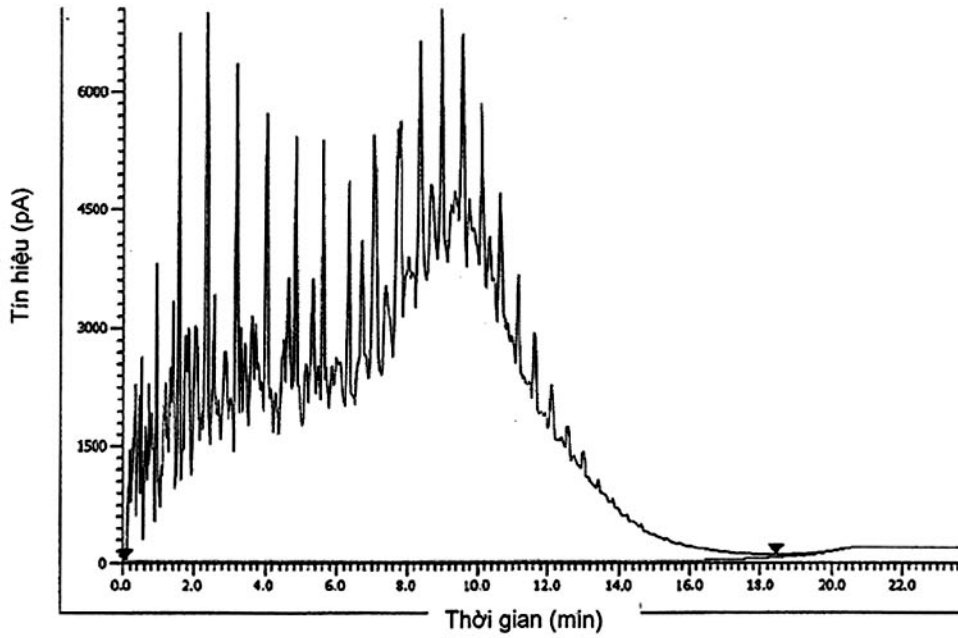
Bảng E.3 (kết thúc)

Khí mang hydro					Khí mang hydro				
Chuẩn gas oil số 2					Chuẩn gas oil số 2				
%	BP (°C)	QC (°C)	(-)	Giới hạn	%	BP (°C)	QC (°C)	(-)	Giới hạn
45	309,8				45	309,8			
50	320,2	321,1	-0,9	4,3	50	320,3	321,1	-0,8	4,3
55	331				55	331			
60	340,8	341,7	-0,9	4,3	60	340,8	341,7	-0,9	4,3
65	349,7	350	-0,3	4,3	65	349,7	350	-0,3	4,3
70	358	358,3	-0,3	4,3	70	358,1	358,3	-0,3	4,3
75	367,4	367,8	-0,4	4,3	75	367,4	367,8	-0,3	4,3
80	377,3	377,8	-0,5	4,3	80	377,3	377,8	-0,5	4,3
85	389,6	390	-0,4	4,3	85	389,7	390	-0,3	4,3
90	405,7	406,1	-0,4	4,3	90	405,7	406,1	-0,4	4,3
95	430,7	431,1	-0,5	5	95	430,7	431,1	-0,4	5
FBP	495,6	496,1	-0,5	11,8	FBP	496,3	496,1	0,2	11,8

E.4.2 Sắc ký đồ dẫn ra ở Hình E.3 và Hình E.4 nhận được khi sử dụng khí mang hydro theo quy trình A [TCVN 11585 (ASTM D 2887)].



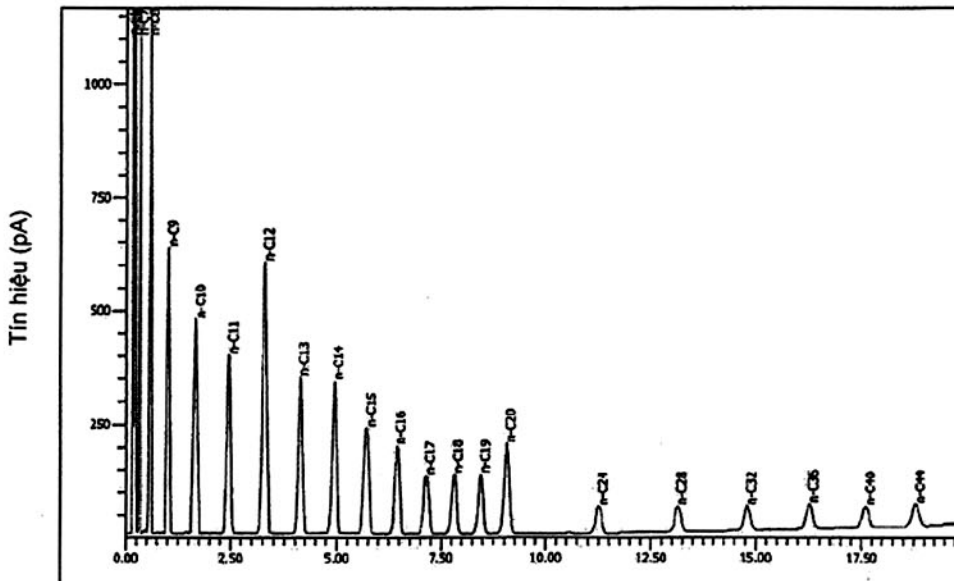
Hình E.3 – Sắc ký đồ hiệu chuẩn thu được sử dụng khí mang hydro trong quy trình A [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]



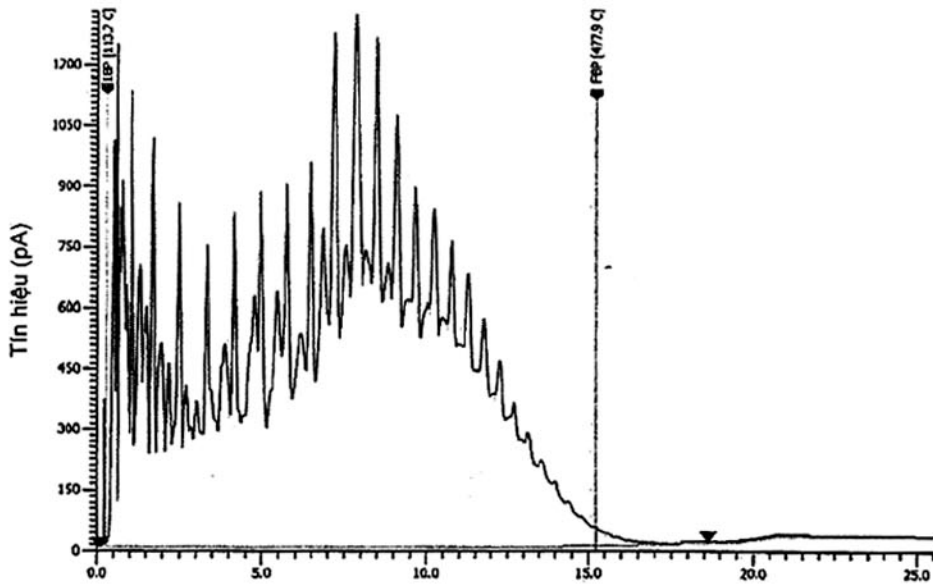
Hình E.4 – Sắc ký đồ của chuẩn gas oil số 2 thu được khi sử dụng khí mang hydro trong quy trình A [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]

E.5 Khí mang nitơ

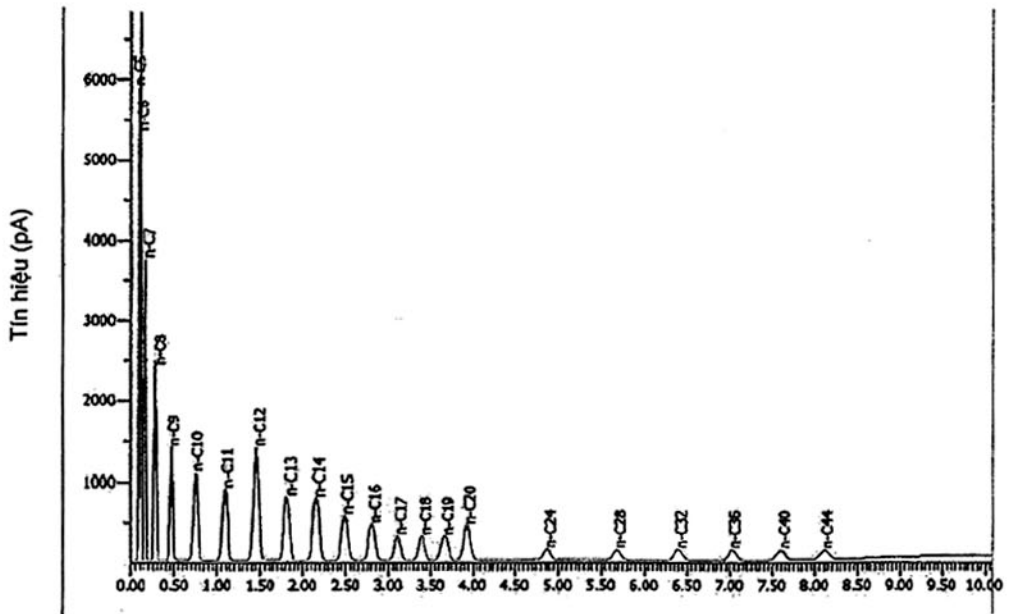
E.5.1 Điều này liệt kê các điều kiện của [TCVN 11585 (ASTM D 2887)] quy trình A và [TCVN 11585 (ASTM D 2887)] quy trình B sử dụng nitơ làm khí mang.



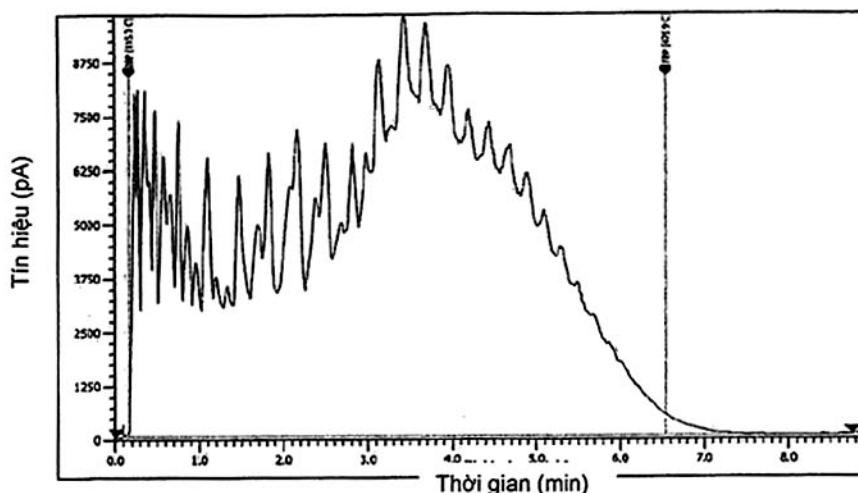
Hình E.5 – Sắc ký đồ hiệu chuẩn thu được khi sử dụng khí mang nitơ trong quy trình A [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]



Hình E.6 – Sắc ký đồ của chuẩn gas oil số 1 mà 2 sử dụng khí mang nitơ trong quy trình A
[TCVN 11585 (ASTM D 2887)]



Hình E.7 – Sắc ký đồ hiệu chuẩn sử dụng khí mang nitơ trong quy trình B
[TCVN 11585 (ASTM D 2887)]



Hình E.8 – Sắc ký đồ của chuẩn gas oil số 1 mê 2 sử dụng nitơ làm khí mang trong quy trình B [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]

Bảng E.4 – Các điều kiện sắc ký khí sử dụng khí mang nitơ

	Khí mang nitơ sử dụng trong quy trình A [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]	Khí mang nitơ sử dụng trong quy trình B [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]
Cột	Chiều dài cột 7,5 m, đường kính trong 0,53 mm, Pha lỏng của cột chứa polydimetyl-siloxan (PDMS) với độ dày 1,5 μm .	Chiều dài cột 7,5 m, đường kính trong 0,53 mm, Pha lỏng của cột chứa polydimetyl-siloxan (PDMS) với độ dày 1,5 μm .
Khí mang	Lưu lượng khí mang là 30 mL/min	Lưu lượng khí mang không đổi là 35 mL/min.
Lập trình nhiệt độ lò	40 °C đến 340 °C tại tốc độ 10 °C/min, giữ 17 min.	40 °C đến 350 °C tại tốc độ 35 °C/min, giữ 0 min.
Cửa nạp (đầu vào)	Nhiệt độ 340 °C	làm nguội trên cột từ 100 °C đến 350 °C tại tốc độ 35 °C/min
Nhiệt độ FID	350 °C	365 °C
Mẫu	0,1 μL , nồng độ 25 % khối lượng trong CS_2 .	0,1 μL , nguyên chất

Bảng E.5 – Các giá trị chuẩn gas oil sử dụng khí mang nitơ trong quy trình A
[TCVN 11585 (ASTM D 2887)]

%	BP (°C)	QC (°C)	(-)	Giới hạn
IBP	113,7	115,6	-1,9	7,6
5	151,4	151,1	0,2	3,8
10	176	175,6	0,5	4,1
15	201,5	200,6	1	4,5
20	225,1	223,9	1,2	4,8
25	244,2			
30	260,2	259,4	0,8	4,7
35	275			
40	289,3	288,9	0,4	4,3
45	301,8			
50	311,4	312,2	-0,8	4,3
55	319,9			
60	330,2	331,7	-1,4	4,3
65	341,3	342,8	-1,5	4,3
70	352,3	353,3	-1,1	4,3
75	364,2	365,6	-1,4	4,3
80	376,6	377,8	-1,2	4,3
85	390,2	391,1	-0,9	4,3
90	405,6	406,7	-1,1	4,3
95	427,5	428,3	-0,8	5
FBP	475,9	475,6	0,3	11,8

Bảng E.6 – Kết quả thử hai lần lặp lại của phép xác định sự phân bố điểm sôi của chuẩn gas oil số 1 mà 2 sử dụng nitơ làm khí mang trong quy trình B [TCVN 11585 (ASTM D 2887)]

%	BP (°C)	QC (°C)	(-)	Giới hạn	%	BP (°C)	QC (°C)	(-)	Giới hạn
IBP	114,1	115,6	-1,5	7,6	IBP	115,3	115,6	-0,3	7,6
5	151,2	151,1	0,1	3,8	5	151,5	151,1	0,4	3,8
10	175,8	175,6	0,2	4,1	10	175,9	175,6	0,3	4,1
15	200,6	200,6	0,1	4,5	15	200,5	200,6	-0,1	4,5
20	224,1	223,9	0,2	4,8	20	223,8	223,9	-0,1	4,8
25	243,3				25	243	0	0	0
30	259,5	259,4	0,1	4,7	30	259,5	259,4	0,1	4,7
35	274,8				35	275,7	0	0	0
40	289,7	288,9	0,8	4,3	40	291,3	288,9	2,5	4,3
45	302,3				45	303,8	0	0	0
50	312,2	312,2	0	4,3	50	314,3	312,2	2,1	4,3
55	321,1				55	323,6	0	0	0
60	331,5	331,7	-0,2	4,3	60	333,3	331,7	1,7	4,3
65	342,4	342,8	-0,4	4,3	65	344,1	342,8	1,3	4,3
70	353,4	353,3	0,1	4,3	70	354,9	353,3	1,6	4,3
75	365,5	365,6	-0,1	4,3	75	366,6	365,6	1,1	4,3
80	377,9	377,8	0,1	4,3	80	378,8	377,8	1	4,3
85	391,4	391,1	0,2	4,3	85	392	391,1	0,9	4,3
90	406,7	406,7	0	4,3	90	407,4	406,7	0,7	4,3
95	428,2	428,3	-0,2	5	95	428,7	428,3	0,4	5
FBP	475,4	475,6	-0,1	11,8	FBP	475,9	475,6	0,4	11,8

Bảng E.7 – Độ lặp lại đo được của mẫu gas oil thử nghiệm liên phòng theo [TCVN 11585 (ASTM D 2887)] sử dụng các điều kiện sắc ký khí (Bảng E.4) trong quy trình B với khí mang nitơ

Tốc độ lưu lượng khí mang nitơ là 30 mL/min														
Liên phòng gas oil ASTM														
Nhiệt độ lò 40 °C, (0,5 min) 35 °C/min, 360 (5 min)														
Gas oil 1111 °C					Gas oil 1011 °C					Gas oil 1107 °C				
%	Kết quả/ khí mang nitơ	Giá trị trung bình liên phòng	Độ lệch chuẩn RR	Z zone	%	Kết quả/ khí mang nitơ	Giá trị trung bình liên phòng	Độ lệch chuẩn RR	Z zone	%	Kết quả/ khí mang nitơ	Giá trị trung bình liên phòng	Độ lệch chuẩn RR	Z zone
IBP	331,7	336,5	4,79	-1,0	IBP	226,7	225,6	2,23	0,5	IBP	197,8	195,7	5,44	0,4
5	371,1	375,7	3,74	-1,2	5	286,1	284,4	1,95	0,9	5	287,2	283,9	2,95	1,1
10	383,9	389,7	4,01	-1,5	10	306,1	304,4	1,77	0,9	10	314,4	310,5	2,78	1,4
20	403,9	407,5	3,7	-1,0	20	328,3	326,7	1,89	0,9	20	345,6	341,9	2,67	1,4
30	416,1	420,3	3,33	-1,3	30	343,9	342,8	1,88	0,6	30	368,3	364,6	2,94	1,3
40	426,7	431,4	3,27	-1,4	40	357,2	356,1	1,99	0,6	40	387,8	384,1	3,39	1,1
50	437,8	441,9	2,99	-1,4	50	368,9	368,3	2,16	0,3	50	407,2	403,5	2,71	1,4
60	450,2	452,9	2,82	-0,9	60	381,1	380,0	2,05	0,5	60	426,7	422,5	3,42	1,2
70	461,1	465,2	2,56	-1,6	70	393,9	392,8	1,94	0,6	70	446,1	442,4	3,98	0,9
80	476,7	480,0	2,41	-1,4	80	409,4	407,8	1,96	0,9	80	470,0	466,4	4,04	0,9
90	497,8	500,8	2,64	-1,2	90	430,0	428,3	2,04	0,8	90	502,8	498,3	4,39	1,0
95	514,4	517,9	4,2	-0,8	95	446,1	444,4	2,26	0,7	95	526,7	521,1	4,91	1,1
FB	558,9	559,3	10,6	0,0	FB	491,1	487,8	4,96	0,7	FB	579,4	570,2	7,5	1,2

Phụ lục F
(Tham khảo)

Điểm sôi API TDB thông thường của n-parafin tái bản lần thứ 9

F.1 Mục đích của Phụ lục này (được hỗ trợ bởi ASTM D 02.04 ở Điều H và Điều K) là bắt đầu chuyển đến Sách các thông số kỹ thuật API mới thời gian tái bản lần thứ 9, các điểm sôi của các n-parafin từ Viện nghiên cứu AIChE về tính chất vật lý (DIPPR) thành tất cả các tiêu chuẩn của phương pháp chưng cất mô phỏng theo ASTM.

Bảng F.1 – Điểm sôi API TDB thông thường của n-parafin tái bản lần thứ 9

Số cacbon	Điểm sôi, °C	Điểm sôi, °F	Số cacbon	Điểm sôi, °C	Điểm sôi, °F
1	-161,48	-258,66	23	380,99	717,78
2	-88,58	-127,44	24	392,21	737,97
3	-42,11	-43,80	25	402,98	757,36
4	-0,49	31,12	26	413,33	776,00
5	36,06	96,91	27	423,29	793,92
6	68,71	155,68	28	432,88	811,18
7	98,38	209,08	29	442,11	827,80
8	125,62	258,12	30	451,01	843,83
9	150,76	303,37	31	459,60	859,28
10	174,12	345,42	32	467,89	874,21
11	195,90	384,62	33	475,90	888,62
12	216,30	421,34	34	483,64	902,55
13	235,48	455,86	35	491,12	916,01
14	253,58	488,44	36	498,36	929,04
15	270,70	519,26	37	505,36	941,65
16	286,93	548,47	38	512,15	953,86
17	302,34	576,21	39	518,72	965,69
18	317,00	602,61	40	525,09	977,16
19	330,98	627,77	41	531,26	988,27
20	344,33	651,79	42	537,25	999,05
21	357,08	674,75	43	543,06	1009,51
22	369,29	696,72	44	548,70	1019,67

F.1.2 Hiện nay, mọi người đều biết rằng nguồn gốc “đáng tin cậy” của các điểm sôi của các n-parafin thông thường trình bày trong Bảng 2 của TCVN 11585 (ASTM D 2887) không phải là từ dự án API 44, ngày 31 tháng 10 năm 1972. Ngoài ra, các bất thường về điểm sôi được ghi chú trong các khác biệt về các điểm sôi trong Bảng 3 của ASTM D 7169 phiên bản hiện tại.

F.1.3 Một nỗ lực chung được khởi xướng giữa ASTM, API, AIChE và DIPPR để giải quyết sự khác biệt này. Tại cuộc họp ASTM của tiểu ban D02.04 vào mùa hè năm 2012. Giám đốc DIPPR, Tiến sĩ Neil Giles đã tổ chức hội thảo về “Hàng số vật lý của các hydrocacbon, đặc biệt là các điểm sôi của các n-parafin”.

F.1.4 Các mối tương quan, hiệu chuẩn, dầu chuẩn ...v.v tất cả sẽ cần để kiểm tra/điều chỉnh cho các điểm sôi mới thông thường của n-parafin. Quy trình kỹ thuật, lập trình mô phỏng...v.v tất cả nên được tận dụng.

Phụ lục G

(Tham khảo)

Những thay đổi trước đó

G.1 Tiểu ban D.02.04 đã xác định các thay đổi của tiêu chuẩn này so với lần ban hành cuối cùng (ASTM D 2887– 01a) mà có thể ảnh hưởng đến việc sử dụng tiêu chuẩn.

G.1.1 Thay đổi:

- 1) Hiệu chỉnh các giá trị điểm sôi Fahrenheit được lựa chọn trong Bảng 2 và bổ sung chú giải về nguồn gốc các giá trị được hiệu chỉnh.
- 2) Hiệu đính lời Chú thích A ở cuối Bảng 2.
- 3) Bỏ yêu cầu độ phân giải cột.
- 4) Bổ sung Phụ lục C. bổ sung thuật toán tính toán.
- 5) Hiệu chỉnh tỷ lệ thay đổi tín hiệu của sắc ký khí trong Chú thích 8.
- 6) Thay đổi đoạn 6.1.5 về vấn đề áp suất đầu vào của cột mao quản.

G.2 Tiểu ban D.02.04 đã xác định các thay đổi của tiêu chuẩn này so với lần ban hành cuối cùng (ASTM D 2887– 08) mà có thể ảnh hưởng đến việc sử dụng tiêu chuẩn.

G.2.1 Thay đổi:

- 1) Sửa đổi Điều 12 và Điều 13.
- 2) Xóa nguồn gốc Phụ lục C.

G.3 Tiểu ban D.02.04.0H đã xác định các thay đổi của tiêu chuẩn này so với lần ban hành cuối cùng (ASTM D 2887– 12) mà có thể ảnh hưởng đến việc sử dụng tiêu chuẩn.

G.3.1 Thay đổi:

- 1) Hiệu chỉnh các giá trị điểm sôi Fahrenheit được lựa chọn trong Bảng 2 và bổ sung chú giải về nguồn gốc các giá trị được hiệu chỉnh.
- 2) Hiệu đính lời Chú thích A ở cuối Bảng 2.
- 3) Bỏ yêu cầu độ phân giải cột.
- 4) Bổ sung Phụ lục C bổ sung thuật toán tính toán.
- 5) Hiệu chỉnh tỷ lệ thay đổi tín hiệu của sắc ký khí trong Chú thích 8.
- 6) Thay đổi đoạn 6.1.5 về vấn đề áp suất đầu vào của cột mao quản.
- 7) Sửa đổi 7.9.

- 8) Sửa đổi 10.4
- 9) Bổ sung Bảng 4 và Bảng 11.
- 10) Sửa đổi Bảng 3.
- 11) Sửa đổi Bảng 6.

G.4 Tiểu ban D.02.04.0H đã xác định các thay đổi của tiêu chuẩn này so với lần ban hành cuối cùng (ASTM D 2887– 13) mà có thể ảnh hưởng đến việc sử dụng tiêu chuẩn.

- 1) Bổ sung Phụ lục E.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Green. L. E., Schumauch. L. J., and Worman. J. C., *Analytical Chemistry*, Vol 32, 1960, p. 904 (Phân tích hóa học).
- [2] Hickerson. J. F., *ASTM STP 577M*, ASTM International, 1973, p. 71 (ASTM quốc tế).
- [3] Green. L. E., *Chromatograph Gives Boiling Point*, *Hydrocarbon Processing*, May, 1976 (Xác định điểm sôi của hydrocacbon bằng phương pháp sắc ký).
- [4] Ford. D. C., Miller. W. H., Thren. R. C., and Wetzler. R., "Correlation of ASTM D2887-73 Boiling Range Distribution Data with ASTM Method D86-67D86 Distillation Data" In "Calculation of Physical Properties of Petroleum Products From Gas Chromatographic Analyses." Ed. by L. E. Green and D. K. Albert. *ASTM STP 577*, ASTM International, 1975, pp. 20-30 [(Mối tương quan giữa dữ liệu phân bố dải sôi của ASTM D 2887-73 với dữ liệu chưng cất trong phương pháp ASTM D 86 - 67D86) trong (Xác định tính chất vật lý của các sản phẩm dầu mỏ bằng phân tích sắc ký khí)].
- [5] Kennard. C., "Correlated ASTM Distillation Distribution Based on Simulated Distillation (ASTM D2887) Data." *Hewlett Packard*, Avondale, PA, *Application Note AN230-5*, April 1979 (Mối tương quan của chưng cất phân đoạn dựa trên dữ liệu chưng cất mô phỏng (ASTM D 2887)).
- [6] *API Technical Data Book for Petroleum Refining*, Chapter 3, *Petroleum Fraction Distillation Interconversions*, 1999 (Sổ tay dữ liệu API kỹ thuật của lọc dầu, Chương 3, Sự chuyển đổi chưng cất phân đoạn dầu mỏ).
-