



استاندارد ملی ایران

۲۰۶۵۸

چاپ اول

۱۳۹۴



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

INSO

20658

1st.Edition

2016

تعیین آروماتیک‌های کل و ترکیبات اشباع
کل در روغن‌های روان‌ساز پایه‌ذخیره به
روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا
روش آشکارسازی ضریب شکست-
روش آزمون

Determination of total basestocks by high
performance liquid chromatography
(HPLC) with refractive index detection-
test method

ICS: 75.100

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهً صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشتہ طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکترونیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیستمحیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/ یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه-بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیستمحیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسائل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر کارایی آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاه، کالیبراسیون (واسنجی) وسائل سنجش، تعیین عیار فلزات گران‌بها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Métrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« تعیین آروماتیک‌های کل و ترکیبات اشباع کل در روغن‌های روان‌ساز پایه‌ذخیره به روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC) با آشکارسازی ضربی شکست - روش آزمون »

سمت و / یا نمایندگی

هیئت علمی دانشگاه آزاد ماهشهر

رئیس:

علوی‌فاضل، سید علی

(دکترای مهندسی شیمی)

دبیر:

کارشناس شرکت زرگستر روینا

گیلاسی، فهیمه

(فوق لیسانس شیمی)

اعضا: (اسمی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس سرویس‌های صنعتی و استاندارد

احمدی، هدی

محصولات شرکت ملی پخش فرآورده‌های

(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

نفتی منطقه اهواز

کارشناس آزمایشگاه شیمی دانشگاه صنعت

جابری‌راد، مینا

نفت اهواز

(فوق لیسانس شیمی)

مهندس فرآورده شرکت ملی پخش آبادان

جرفی، محمد

(لیسانس شیمی)

هیئت علمی دانشگاه شهید چمران

جواهریان، محمد

(دکترای شیمی)

کارشناس

جولاباف، الهام

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی

چرمزاده، مهرناز

شاپور

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه دانشگاه آزاد اهواز

دارابی، میثم

(لیسانس فیزیک)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

دایی، مینا

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت بهره‌برداری نفت و گاز کارون	سلیمانی، مهدی (فوق لیسانس مهندسی شیمی)
کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان	فتحی‌نیا، مهناز (فوق لیسانس شیمی)
مدیر عامل شرکت ایران کاوه سایپا	مرتضوی، سید محسن (لیسانس مهندسی مکانیک، فوق لیسانس MBA)
مدیر تحقیقات و توسعه(R&D) شرکت دانش بنیان نانو شرق ابزار توس	محمدیان، جواد (فوق لیسانس فیزیک)
کارشناس شرکت زرگستر روبینا	نقدي، تينا (دکتراي شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	مراجع الزامی
۲	اصطلاحات و تعاریف
۳	اصول آزمون
۳	وسایل
۵	مواد و / یا واکنشگرها
۵	نمونه برداری
۵	آماده سازی دستگاه
۱۰	کالیبراسیون
۱۳	روش انجام آزمون
۱۵	کنترل کیفیت
۱۶	محاسبات
۱۶	دقت و انحراف
۱۷	گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد " تعیین آروماتیک‌های کل و ترکیبات اشباع کل در روغن‌های روان‌ساز پایه‌ذخیره به روش کروماتوگرافی مایع با کارابی بالا(HPLC) با آشکارسازی ضریب شکست-روش آزمون " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده است و در هفتاد و پنجمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۲۴ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در موقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 7419: 2013, Standard Test Method for Determination of Total Aromatics and Total Saturates in Lube Basestocks by High Performance Liquid Chromatography (HPLC) with Refractive Index Detection

تعیین آروماتیک‌های کل و ترکیبات اشباع کل در روغن‌های روان‌ساز پایه‌ذخیره به روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا(HPLC) با آشکارسازی ضریب شکست-روش آزمون

هشدار - در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری ترکیبات آروماتیک کل و ترکیبات اشباع کل موجود در روغن روان‌ساز پایه‌ذخیره^۱ بدون مواد افزودنی با استفاده از کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا(HPLC)^۲ مجهز به آشکارساز ضریب شکست(RI)^۳ است.

این استاندارد برای نمونه‌های حاوی آروماتیک‌های کل در گستره غلظتی ۰/۲ درصد جرمی تا ۴۶ درصد جرمی کاربرد دارد.

ترکیبات قطبی در صورت وجود، با آروماتیک‌های کل ترکیب می‌شوند. دقیق تعیین شده برای روغن‌های روان‌ساز پایه‌ذخیره دارای ترکیبات قطبی کمتر از ۱/۰ درصد جرمی تعیین شده است.

اجزای سازنده روغن‌های روان‌ساز اثرات زیادی روی ویژگی‌ها و کاربردهای آن روغن دارد. تعیین ترکیبات اشباع، آروماتیک و قطبی راهنمای آنالیز این اجزا است. مشخصات اجزای سازنده روغن‌های روان‌ساز در تعیین امکان جایگزینی آن‌ها در دیگر مخلوط‌ها مهم است.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

درصورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D 4057, Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-2 ASTM D 4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-3 ASTM D 6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

1 - Lube basestocks

2 - High Performance Liquid Chromatography(HPLC)

3 - Refractive Index(RI)

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

ترکیبات آروماتیک

در کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا، اجزای هیدروکربنی آروماتیک، مواد غیر قطبی هستند که زمان بازداری طولانی‌تری نسبت به ترکیبات اشباع روی ستون‌های قطبی مشخص دارند، اما با شویش معکوس ستون‌ها با هپتان می‌توانند به صورت یک پیک منفرد خارج شوند.

یادآوری- به طور کلی، هیدروکربن‌های آروماتیک مورد آزمون از ۱ تا ۴ حلقه تشکیل شده‌اند.

۲-۳

شویش معکوس

شویش فاز متحرک HPLC در جهت معکوس از ستون سیلیکاژل به سمت ستون سیانو می‌باشد.

یادآوری- در این استاندارد، برای شویش کل ترکیبات آروماتیک و نیز کل ترکیبات قطبی به عنوان یک جزء تیز از شویش معکوس استفاده می‌شود.

۳-۳

شویش مستقیم

شویش فاز متحرک HPLC در جهت مستقیم به سمت جلو

یادآوری- در این استاندارد، به دنبال اولین شویش نمونه در ستون سیانو، نمونه به ستون سیلیکاژل وارد می‌شود.

۴-۳

ترکیبات قطبی

در کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا، اجزایی هستند که ممکن است دارای پیوندهای آلی نیتروژن، اکسیژن و اجزای گوگردی اکسید شده باشند و بسیار بیشتر از هیدروکربن‌های آروماتیک بازداری می‌شوند.

یادآوری- در این روش HPLC، ترکیبات قطبی با ترکیبات آروماتیک شویش معکوس شده و این دو را نمی‌توان از یکدیگر تشخیص داد. به طور کلی این ترکیبات با مقادیر بسیار جزیی، کمتر از ۱ درصد جرمی وجود دارند.

۵-۳

ترکیبات اشباع

اجزای هیدروکربنی که هنگام استفاده از فاز متحرک هپتان توسط ستون‌های قطبی مشخص به خوبی بازداری نمی‌شوند.

یادآوری- به طور کلی، ترکیبات اشباع از پارافین‌ها و سیکلوفارافین‌ها تشکیل شده‌اند.

۴ اصول آزمون

جرم معلومی از نمونه در فاز متحرک رقیق شده و حجم ثابتی از این محلول به کروماتوگراف مایع با کارایی بالا تزریق می‌شود. مجموعه ستون جداسازی، تمایل کمی به ترکیبات اشباع دارد در حالی که تمایل ستون نسبت به هیدروکربن‌های آروماتیک و ترکیبات قطبی بیشتر است و بر اساس این اختلاف تمایل ستون، هیدروکربن‌های آروماتیک و ترکیبات قطبی از ترکیبات اشباع جدا می‌شوند. در یک زمان از پیش تعیین شده، بعد از شویش ترکیبات اشباع، ستون با شویش ترکیبات آروماتیک و قطبی به صورت یک نوار تیز منفرد شویش معکوس می‌شود.

مجموعه ستون به یک آشکارساز ضریب شکست جهت آشکارسازی اجزای شسته شده از ستون متصل می‌شود. علامت الکترونیکی حاصل از آشکارساز دائماً توسط پردازش‌گر اطلاعات پایش می‌شود. علامت‌های انگرال‌گیری شده (سطح زیر پیک‌ها) برای ترکیبات اشباع و آروماتیک با استفاده از ضریب پاسخ از پیش تعیین شده تصحیح شده و درصد جرمی ترکیبات اشباع، آروماتیک و قطبی محاسبه می‌شود.

۵ وسایل

۱-۵ کروماتوگراف مایع با کارایی بالا(HPLC)، هر دستگاه HPLC با قابلیت پمپ کردن فاز متحرک با نرخ جریان بین 3 ml/min و 5 ml/min با دقیقت بهتر از 0.5% را می‌توان به کار برد.

۲-۵ سیستم تزریق نمونه HPLC، با قابلیت تزریق $10 \mu\text{l}$ (اسمی) از محلول نمونه با تکرارپذیری 1% یا بهتر.

۳-۵ سیستم ستون، یک مجموعه ستون به کار می‌رود. هر ستون HPLC از جنس فولاد زنگ نزن پرشده با فاز ساکن سیلیکاژل که الزامات ظرفیت و قدرت تفکیک مطابق بند ۳-۸ را برآورده کند، مناسب است. از یک ستون سیلیکای منفرد یا دو ستون سیلیکا متصل شده در مجموعه با طول کل 500 mm ، قطر داخلی 7.5 mm تا 10 mm و پرسده با ذرات ریز با اندازه $5 \mu\text{m}$ استفاده کنید. علاوه بر ستون سیلیکا، یک ستون HPLC پرسده با فاز ساکن سیانو(CN) مورد نیاز است که در مجموعه، در جلوی ستون سیلیکا قرار می‌گیرد. استفاده از یک ستون سیانو با طول 100 mm تا 250 mm ، قطر داخلی 7.7 mm تا 10 mm و پرسده با فاز ساکن با اندازه ذرات $5 \mu\text{m}$ تا $10 \mu\text{m}$ مناسب است. مثال‌هایی از مجموعه ستون‌های به کار رفته در مطالعات مشارکتی در جدول ۱ ارائه شده‌اند.

جدول ۱- مثال‌هایی از شرایط عملیاتی به کار رفته در مطالعات مشارکتی

آزمایشگاه C	آزمایشگاه B	آزمایشگاه A	
Phenomenex, 2 x Si60 mm × ۱۰ mm (با ابعاد ۲۵۰ μm و با اندازه ذرات ۵ μm)	قابل تنظیم، طول ۵۰ cm قطر داخلی ۷/۷، پر شده با Si60	قابل تنظیم، طول ۵۰ cm قطر داخلی ۷/۷، پر شده با ۵ μm با اندازه Si60	ستون سیلیکا
× ۱۰ mm, YMC μm ۱۰۰ mm، اندازه ذرات ۵	Waters/YMC ۱۰۰ mm × ۱۲ mm ذرات ۵ μm	Alltech//YMC ۱۰۰ mm × ۱۰ mm ذرات ۵ μm	ستون سیانو
Shimadzu RID-10A	Hewlett Packard RI, model HP1047A	Agilent 1200	آشکارساز RI
۳/۰	۳/۰	۳/۵	سرعت جریان هپتان (ml/min)
۱۰/۳	۶-۵	۵	قدرت تفکیک
۱۰	۱۰	۱۰	حجم تزریق شده (میکرولیتر)

۴-۵ شیر شویش معکوس، شیر خودکار قطع و وصل جریان^۱ که برای استفاده در سیستم‌های HPLC با قابلیت عملکرد تا فشار حداکثر 2×10^4 kPa در نظر گرفته شده‌اند.

۵-۵ آشکارساز ضریب شکست(RI)، هر آشکارساز ضریب شکستی که قابلیت عملکرد در بیش از محدوده ضریب شکست ۱/۳ تا ۱/۶ یا معادل آن را داشته باشد و الزامات حساسیت و خطی بودن کالیبراسیون مشخص شده در روش را ارائه دهد و دارای یک علامت خروجی مناسب برای اطلاعات سیستم باشد، را می‌توان استفاده کرد. چنانچه آشکارساز ضریب شکست مجهز به تسهیلاتی برای کنترل مستقل دما باشد، پیشنهاد می‌شود در دمای C ۵ بالاتر از دمای آزمایشگاه تنظیم شود.

۱-۵-۵ آشکارساز UV، استفاده از آشکارساز UV اختیاری است، اما آشکارساز UV تنظیم شده در طول موج ۲۵۴ nm ممکن است در مجموعه‌های مجهز به آشکارساز RI برای کمک به تنظیم و پایش زمان شویش معکوس بین ترکیبات اشباع و ترکیبات آромاتیک در نمونه‌های روغن روان‌ساز استفاده شود.

۶-۵ کامپیوتر یا محاسبه‌گر انتگرالی، هر سیستم داده‌ای که سازگار با آشکارساز ضریب شکست باشد، دارای حداقل نرخ نمونه‌برداری Hz ۱ و قادر به اندازه‌گیری زمان بازداری و سطح زیر پیک باشد، می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد. سیستم داده باید حداقل قابلیت‌هایی برای پردازش داده‌ها پس از آنالیز از قبیل تصحیح و استقرار مجدد خط مبنا به صورت دستی یا خودکار را داشته باشد.

۷-۵ بالنهای حجم‌سنگی، درجه B یا بهتر از آن، با ظرفیت ۱۰ ml.

۸-۵ ویال‌های نمونه‌بردار خودکار، ویال‌ها با ظرفیت بیشتر از ۱/۵ ml مناسب هستند.

۹-۵ ترازوی تجزیه‌ای، با درستی $\pm ۰,۰۰۰۱$ g

۶ مواد و / یا واکنشگرها

- ۱-۶ هپتان، با درجه خلوص HPLC، در صورت لزوم حلال را با الکهای مولکولی خشک کرده و قبل از استفاده صاف کنید.
- ۲-۶ دی‌کلرو متان، با درجه خلوص HPLC یا UV، در صورت لزوم حلال را با الکهای مولکولی خشک کرده و قبل از استفاده صاف کنید.
- ۳-۶ اکتادسیل بنزن، با حداقل خلوص ۹۷٪
- ۴-۶ هگزادکان، با حداقل خلوص ۹۸٪

۷ نمونه برداری

برای به دست آوردن یک نمونه آزمایشگاهی نماینده از روغن روان ساز پایه ذخیره، از استانداردهای ASTM D 4057 یا هر استاندارد مشابه استفاده کنید. قبل از نمونه برداری، نمونه را به خوبی مخلوط کنید.

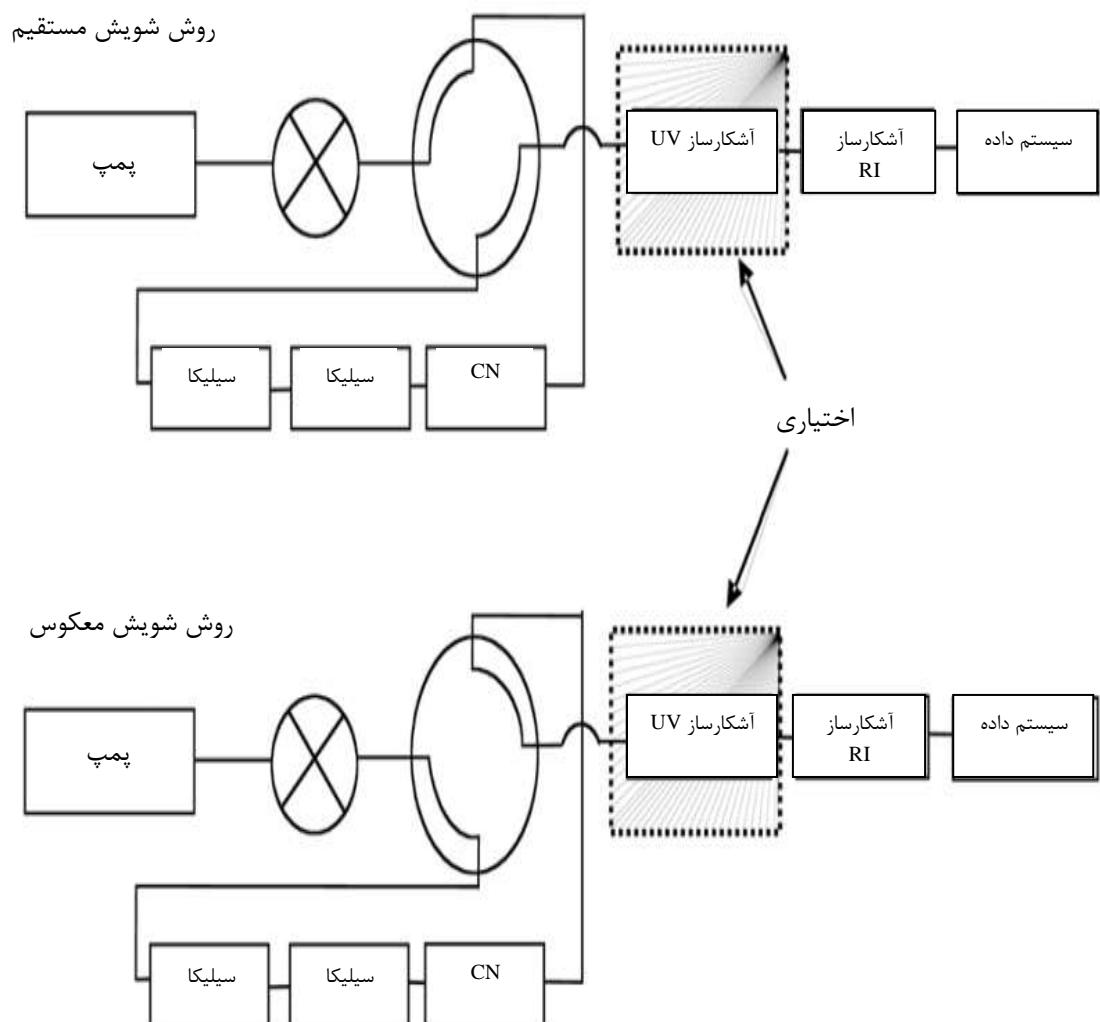
۸ آماده سازی دستگاه

- ۱-۸ کروماتوگراف مایع، سیستم تزریق، ستون‌ها، شیر شویش معکوس، گرمخانه ستون (اختیاری)، آشکارساز UV (اختیاری)، آشکارساز ضریب شکست و محاسبه گر انتگرالی مطابق دستورالعمل سازنده و شکل ۱ نصب کنید. شیر شویش معکوس را به گونه‌ای تعییه کنید که آشکارساز همیشه در مسیر جریان عبوری از ستون قرار گیرد (شکل ۱ را ببینید). شیر تزریق نمونه را در همان دمای محلول نمونه که در بسیاری از موارد همان دمای اتاق است، نگه دارید. برای به حداقل رسیدن انحرافات در علامت، مطمئن شوید که دمای محیط در طول آنالیز و کالیبراسیون نسبتاً ثابت است.

- ۲-۸ ستون‌های تجاری جدید ممکن است در آب / متanol یا سایر حلال‌های قطبی پر شده باشند. قبل از ادامه عملیات، می‌توان این ستون‌ها را با دی‌کلرو متان و سپس با هپتان شستشو داد. می‌توان از حلال‌های مناسب دیگری، که تفکیک موردنیاز را ایجاد می‌کنند، استفاده کرد. چنانچه الزامات تفکیک ارائه نشده باشد، ممکن است ستون به روش شستشو با دی‌کلرومتان اضافی مجدداً فعال شود. اگر تفکیک مناسب حاصل نشود، ممکن است لازم شود ستون تعویض شود یا یک ستون مناسب از فروشنده دیگر خریداری شود. سیلیکاژل Si60 وقتی که به خوبی تثبیت شرایط شده باشد دارای تفکیک و عملکرد قابل قبولی است. هنگامی که نمونه‌ها آنالیز نمی‌شوند، می‌توان ستون را با جریان کمی مثلاً ۰/۱ ml/min از هپتان شستشو داد.
- ۳-۸ نرخ جریان فاز متحرک را در مقدار ثابت ۳/۰ ml/min تا ۳/۵ ml/min تنظیم کرده و اطمینان حاصل کنید سل مرجع آشکارساز ضریب شکست از فاز متحرک پر شده است. سل مرجع را مطابق دستورالعمل سازنده پر کنید.

- ۴-۲-۸ برای به حداقل رساندن انحراف، ضروری است که از پر بودن سل مرجع آشکارساز RI از حلال اطمینان حاصل کنید. بهترین روش‌ها برای انجام این کار عبارتند از: ۱) شویش سل مرجع با فاز متحرک بلا فاصله قبل از آنالیز (سپس سل مرجع را برای جلوگیری از تبخیر حلال ایزوله کنید) یا ۲) جبران مداوم

تبخیر حلال با تأمین جریان مستقل ثابت و پایا از درون سل مرجع. جریان جبرانی به گونه‌ای بهینه شده است، که عدم مطابقت سل تجزیه‌ای و سل مرجع به علت خشک شدن، گرادیان دما یا فشار به حداقل برسد. این عمل را معمولاً می‌توان با تنظیم جریان جبران‌کننده به میزان ۰/۱ از جریان تجزیه‌ای انجام داد.



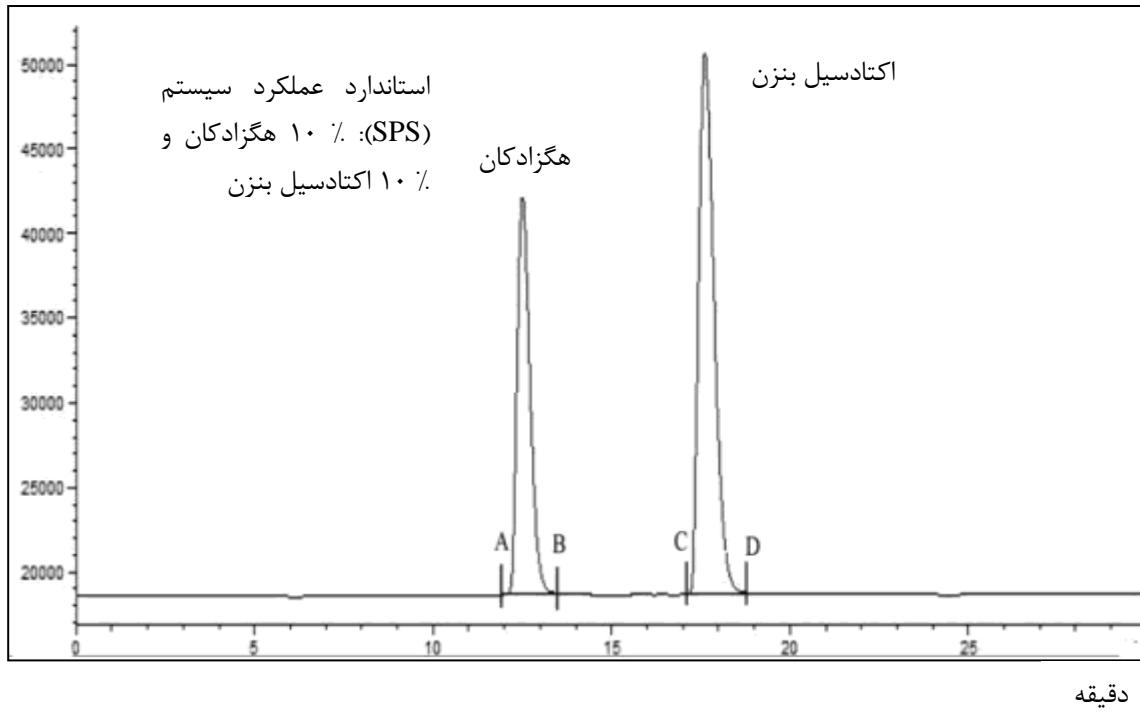
شکل ۱- ارائه دیاگرامی از کروماتوگراف مایع

۳-۸ قدرت تفکیک ستون و ضریب ظرفیت

۱-۳-۸ برای تهیه یک استاندارد عملکرد سیستم (SPS)، $g(0,10 \pm 0,10)$ هگزادکان و $g(0,10 \pm 0,10)$ اکتادسیل بنزن را درون یک بالن حجم‌سنجی 10 ml وزن کرده و تا خط نشانه با هپتان به حجم برسانید. برای آماده‌سازی استانداردها، از همان منبع هپتانی استفاده کنید که برای تهیه فاز متحرک به کار بردید. از انحلال کامل اکتادسیل بنزن در مخلوط با استفاده از یک حمام فراصوت یا وسایل مشابه اطمینان حاصل کنید.

۲-۳-۸ هنگامی که شرایط عملیاتی به صورت نشان داده شده با یک خط مبنای افقی پایدار آشکارساز RI،

پایا هستند، $1\text{ }\mu\text{l}$ از SPS را در حالت شویش مستقیم(شیر شویش معکوس بسته است) تزریق کرده و کروماتوگرام را با استفاده از سیستم داده ثبت کنید. شکل ۲ مثالی از کروماتوگرام مخلوط SPS را ارائه می‌دهد.



شکل ۲- کروماتوگرام استاندارد عملکرد سیستم در حالت شویش مستقیم برای تعیین قدرت تفکیک، ضریب ظرفیت و زمان شویش معکوس

۳-۳-۸ اطمینان حاصل کنید که قدرت تفکیک بین هگزادکان و اکتادسیل بنزن طبق رابطه ۱، پنج یا بزرگتر می‌باشد. قدرت تفکیک بین هگزادکان و اکتادسیل بنزن را از رابطه ۱ به دست آورید:

$$(1) \quad \text{قدرت تفکیک} = \frac{2 \times (t_2 - t_1)}{3 \times (y_1 + y_2)}$$

که در آن:

زمان بازداری پیک هگزادکان بر حسب دقیقه؛ t_1

زمان بازداری پیک اکتادسیل بنزن بر حسب دقیقه؛ t_2

پهنهای پیک هگزادکان در نصف ارتفاع بر حسب دقیقه؛ y_1

پهنهای پیک اکتادسیل بنزن در نصف ارتفاع بر حسب دقیقه است. y_2

چنانچه قدرت تفکیک کمتر از پنج باشد، تصدیق کنید که تمام اجزای سیستم به درستی در حال کار هستند و حجم مرده کرومتوگرافی با استفاده از اتصالات، لوله‌ها و غیره دارای حجم مرده کم، به حداقل رسیده است. اطمینان حاصل کنید که فاز متحرک، دارای کیفیت به حد کافی بالا است. در نهایت، در صورت لزوم ستون را تعویض یا احیا کنید. ستون را می‌توان با شویش با دی‌کلرومتان و سپس هپتان تا زمانی که علامت آشکارساز RI نسبتاً ثابت شود، احیا کرد. چنانچه بعد از احیای ستون‌های سیلیکا، قدرت تفکیک هنوز کمتر از پنج باشد، ستون‌های سیلیکا را تعویض کنید. Si60 یک سیلیکاژل مؤثر با تثبیت شرایط مناسب است. برای یک آنالیز درست، حداقل قدرت تفکیک پنج مورد نیاز است.

یادآوری- در صورت عدم استفاده از فاز متحرک هپتان با مقدار آب کم، قدرت تفکیک ممکن است با گذشت زمان کاهش یابد. از هپتان مشخص شده در این روش استفاده کنید. در صورت لزوم، هپتان را با افرودن الکهای مولکولی فعال مانند MS 5A خشک کنید و سپس قبل از استفاده با صافی HPLC با منافذ حداقل $0.45 \mu\text{m}$ صاف کنید.

۴-۳-۸ ضریب ظرفیت، k ، برای اکتادسیل بنزن حاصل از بند ۲-۳-۸ را از رابطه ۲ به دست آورید.

$$k = \frac{(t_2 - t_1)}{(t_1)} \quad (2)$$

که در آن:

t_1 زمان بازداری پیک هگزادکان بر حسب دقیقه؛

t_2 زمان بازداری پیک اکتادسیل بنزن بر حسب دقیقه است.

طمئن شوید که ضریب ظرفیت بیشتر از ۰.۴ است.

۵-۳-۸ زمان تقریبی شویش معکوس شیر اتصال، B ، را بر حسب ثانیه با استفاده از زمان‌های بازداری تعیین شده پیک‌های هگزادکان و اکتادسیل بنزن در بند ۲-۳-۸ و رابطه ۳ محاسبه کنید.

$$B = t_1 + 0.1 \times (t_2 - t_1) \quad (3)$$

که در آن:

t_1 زمان بازداری پیک هگزادکان بر حسب دقیقه؛

t_2 زمان بازداری پیک اکتادسیل بنزن بر حسب دقیقه است.

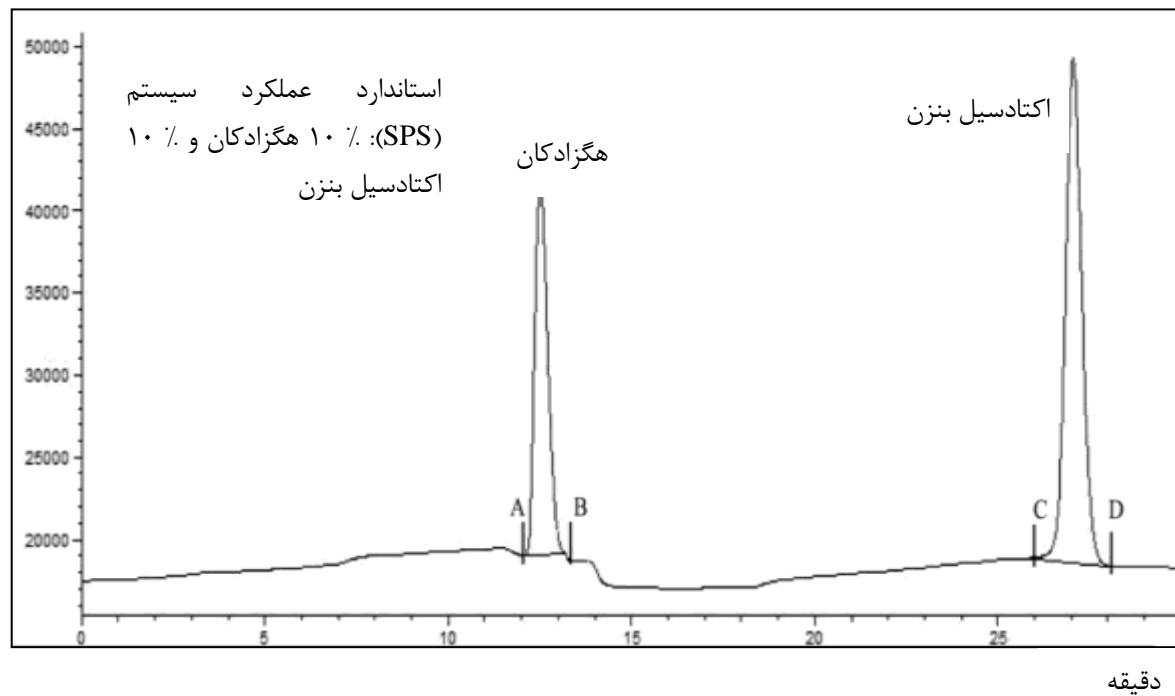
۴-۸ هنگامی که زمان شویش معکوس تعیین شد، مجدداً مخلوط SPS با شویش معکوس را در محل تزریق کنید و اطمینان حاصل کنید که زمان شویش معکوس مشاهده شده به صورت یک نشانگر علامت روی کروماتوگرام بر اساس پیک اشباع شویش شده رخ می‌دهد. بازگشت به خط مبدا باید مطابق نقطه B نشان داده شده در شکل ۳، نمایش داده شود. این مشاهده همچنین باید برای تمام نمونه‌های واقعی روغن روان‌ساز مورد آنالیز، انجام شود. در صورت نیاز به بهینه‌سازی، مجدداً قدرت تفکیک و ضریب ظرفیت را تأیید کرده و زمان شویش معکوس را بررسی کنید. استفاده از آشکارساز UV اختیاری، بهینه‌سازی زمان شویش معکوس را ساده‌تر خواهد کرد.

۵-۸ دقیق سیستم را مطابق بند ۱۱-۳ بررسی کنید.

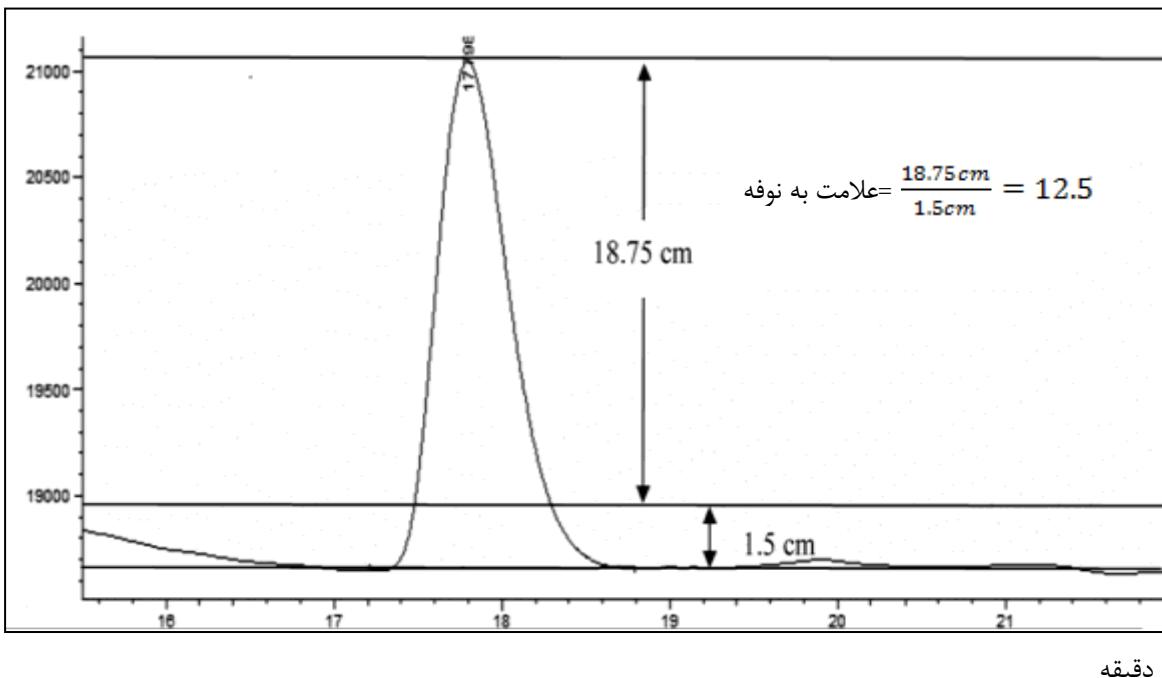
یادآوری- چنانچه دقیق سطح زیر پیک ضعیف است، تصدیق کنید که سیستم تزریق به صورت بهینه در حال کار است و خط مبدأ پایدار (حداقل انحراف) و بدون نوفه است.

۶-۸ استاندارد حد آشکارسازی (DLS)^۱ را با توزین 0.1 g اکتادسیل بنزن درون یک ویال و افزودن 0.500 g هگزادکان تهیه کنید. غلظت استاندارد آروماتیک‌های به دست آمده 0.2% جرمی می‌باشد.

۱-۶-۸ DLS را در حالت شویش معکوس تزریق کنید و اطمینان حاصل کنید که اکتادسیل بنزن در نسبت علامت/نوفه (S/N) حداقل ۸ آشکارسازی شده است. شکل ۴ چگونگی محاسبه علامت/نوفه را نشان می‌دهد.



شکل ۳- کروماتوگرام استاندارد عملکرد سیستم در حالت شویش معکوس

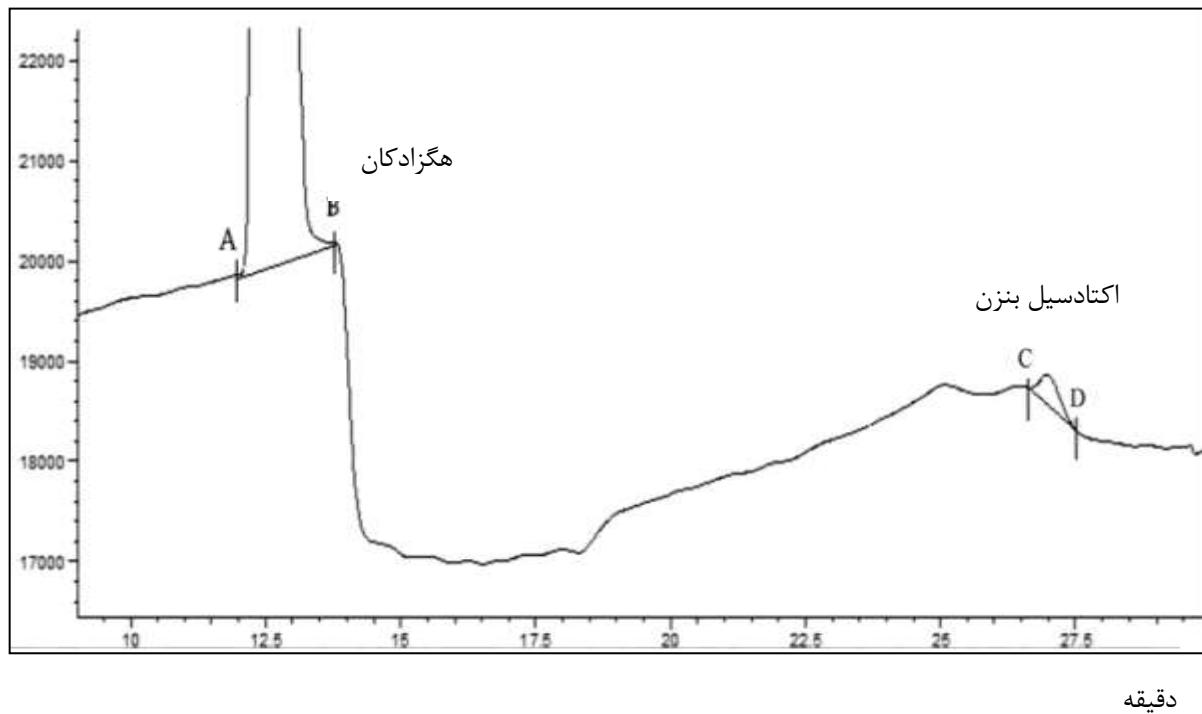


دقیقه

شکل ۴- محاسبه نسبت علامت / نوفه برای اکتادسیل بنزن $\frac{1}{2} \times 10\%$ جرمی در هگزادکان، پیک نشان می دهد که اکتادسیل بنزن در حالت شویش مستقیم به دست آمده است (پیک اشباع نشان داده نشده است)

۱-۱-۶-۸ چنانچه اکتادسیل بنزن آشکارسازی نشد، تجهیزات را مجددا بررسی کنید و مطمئن شوید که آشکارساز RI مشخصات حساسیت سازنده را برآورده می کند. در صورت لزوم، حجم تزریق را به $20 \mu\text{l}$ افزایش داده و تمام مراحل بند ۸ را تکرار کنید. چنانچه تزریق $20 \mu\text{l}$ در برآورده کردن کل مشخصات این روش آزمون موفق بود، برای تمام آنالیزها $20 \mu\text{l}$ تزریق کنید. در مطالعات مشارکتی، برای تمام آزمایشگاهها، تزریق $10 \mu\text{l}$ کافی بود.

- ۷-۸ برای انجام مرحله زیر ضروری است که ابتدا سیستم را مطابق بند ۱-۹ کالیبره کنید. تصدیق کنید که یک پاسخ حداقل در غلظت‌های کم مطابق زیر به دست می‌آیند:
- ۱-۷-۸ مخلوطی از اکتادسیل بنزن در هگزادکان با غلظت 0.1% جرمی را با توزین $g\ 1.00$ اکتادسیل بنزن در $g\ 1.00$ هگزادکان تهیه کنید و آن را به عنوان یک نمونه در حالت شویش معکوس با استفاده از زمان قطع^۱ تعیین شده در بند ۳-۸-۵ آنالیز کنید.
- ۲-۷-۸ شکل ۵ مثالی از پاسخ کروماتوگرام را ارائه می‌دهد.
- ۳-۷-۸ درصد جرمی اکتادسیل بنزن را مطابق بند ۱۲ محاسبه کرده و اطمینان حاصل کنید که نتایج کمتر از 15% جرمی هستند.



شکل ۵- کروماتوگرام اکتادسیل بنزن 0.1% جرمی در آزمون پاسخ حداقل هگزادکان (بند ۷-۸) در حالت شویش معکوس

۹ کالیبراسیون

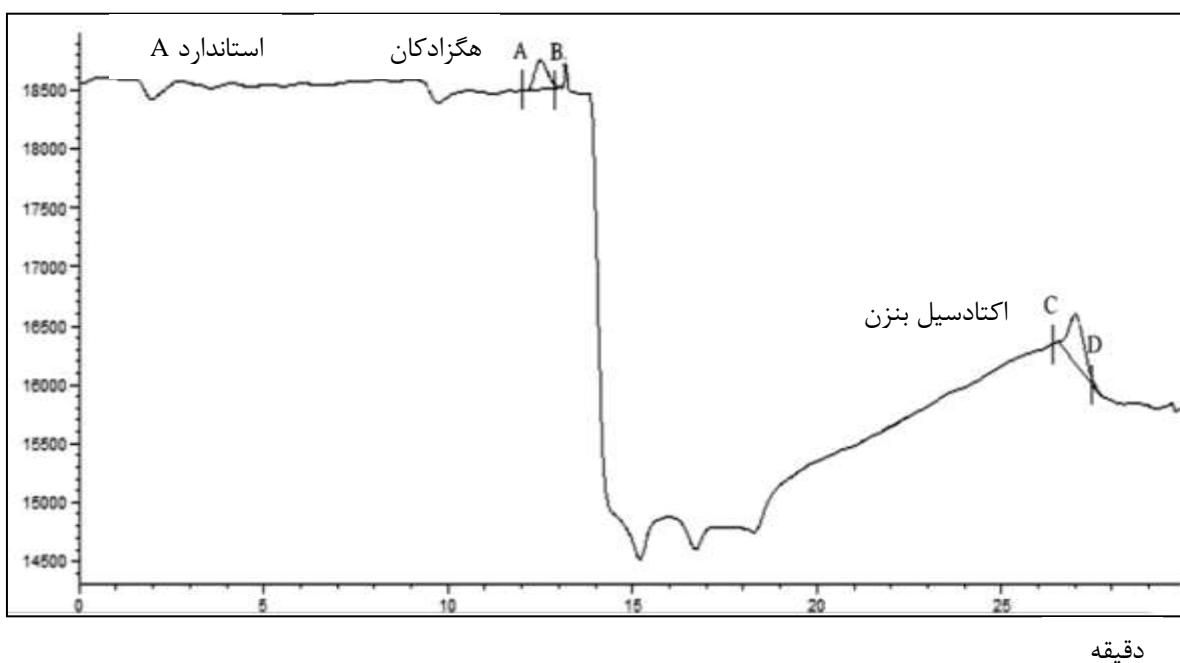
- ۱-۹ برای تهیه پنج استاندارد کالیبراسیون(A، B، C، D و E) با غلظت‌های ارائه شده در جدول ۲، مواد مناسب با تقریب $g\ 1.0000$ را در بالنهای حجم‌سنجی $ml\ 10$ وزن کرده و با هپتان تا خط نشانه، به حجم برسانید.

جدول ۲- غلظت‌های ترکیبات کالیبراسیون

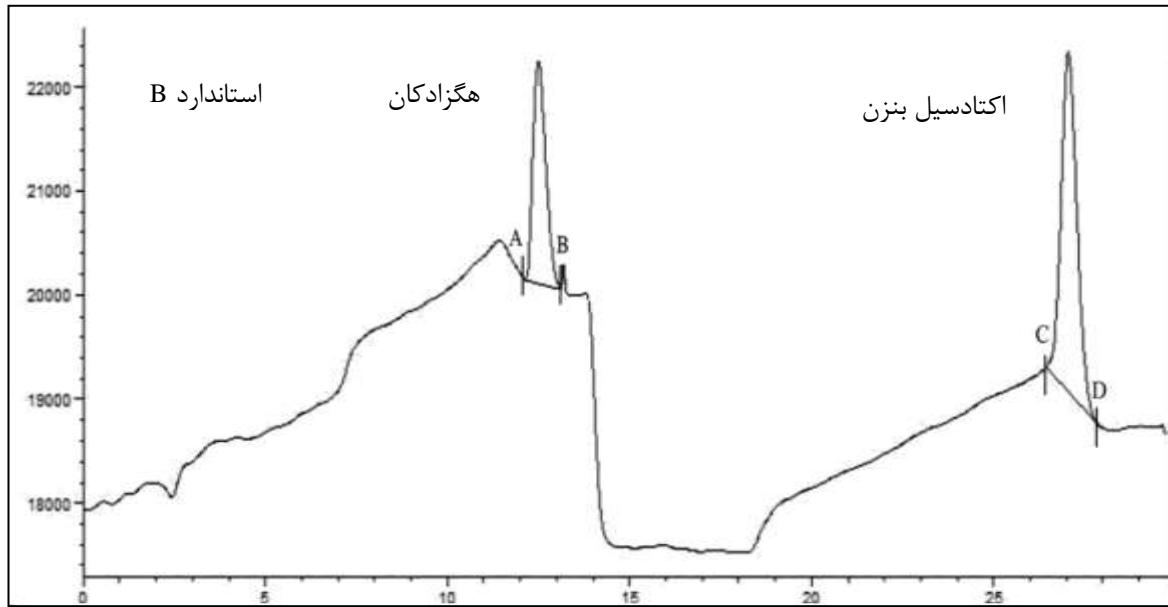
استاندارد کالیبراسیون (g/10 ml)	اکتادسیل بنزن، (g/10 ml)	هگزادکان، (g/10 ml)	
۰/۰۱		۰/۰۱	A
۰/۱		۰/۱	B
۰/۵		۱	C
۱		۲	D
۳		۵	E

۲-۹ هنگامی که شرایط عملیاتی پایا هستند، به صورت نشان داده شده با یک خط مبنای افقی پایدار، μl استاندارد کالیبراسیون A را تزریق کنید. استفاده از حالت شویش معکوس، برای کالیبراسیون ضروری است. کروماتوگرام را ثبت کرده و سطح زیر پیک‌ها برای هگزادکان و اکتادسیل بنزن را تعیین کنید.

۳-۹ بند ۲-۹ را با استفاده از استانداردهای کالیبراسیون B، C، D و E تکرار کنید. برای غلظت‌های کم، چنانچه خط مبنای مقداری انحراف نشان می‌دهد ممکن است رسم خطوط مبنای زیر پیک‌ها به صورت دستی ضروری باشد. شکل‌های ۶ تا ۸ را ببینید.

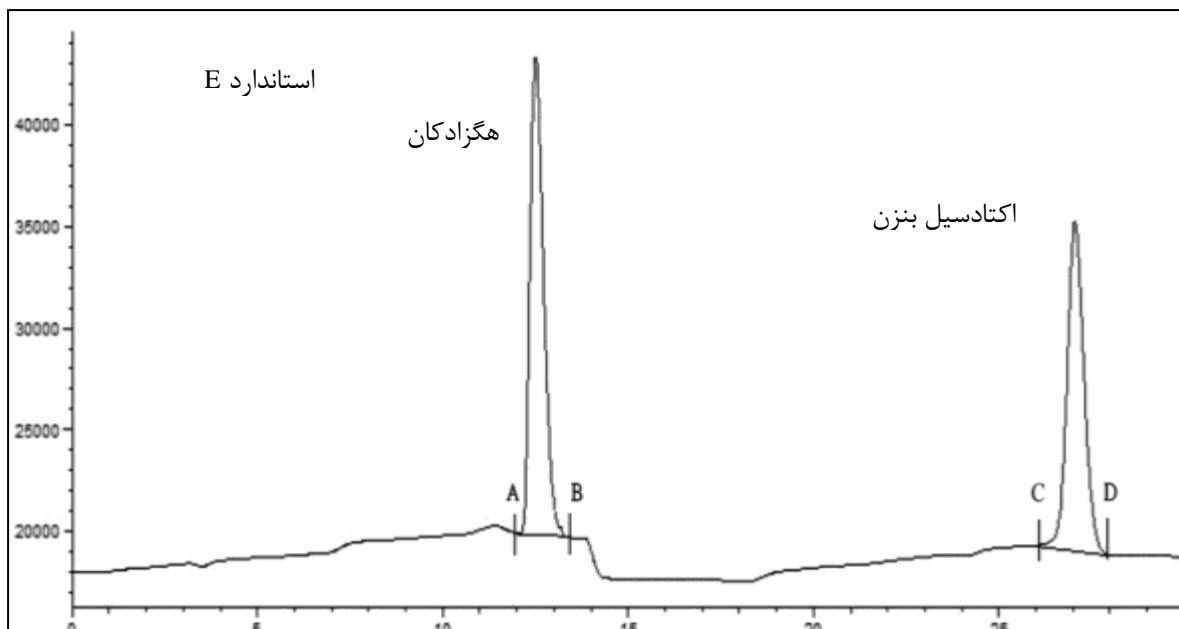


شکل ۶- کروماتوگرام استاندارد A در حالت شویش معکوس



دقیقه

شکل ۷- کروماتوگرام استاندارد B در حالت شویش معکوس

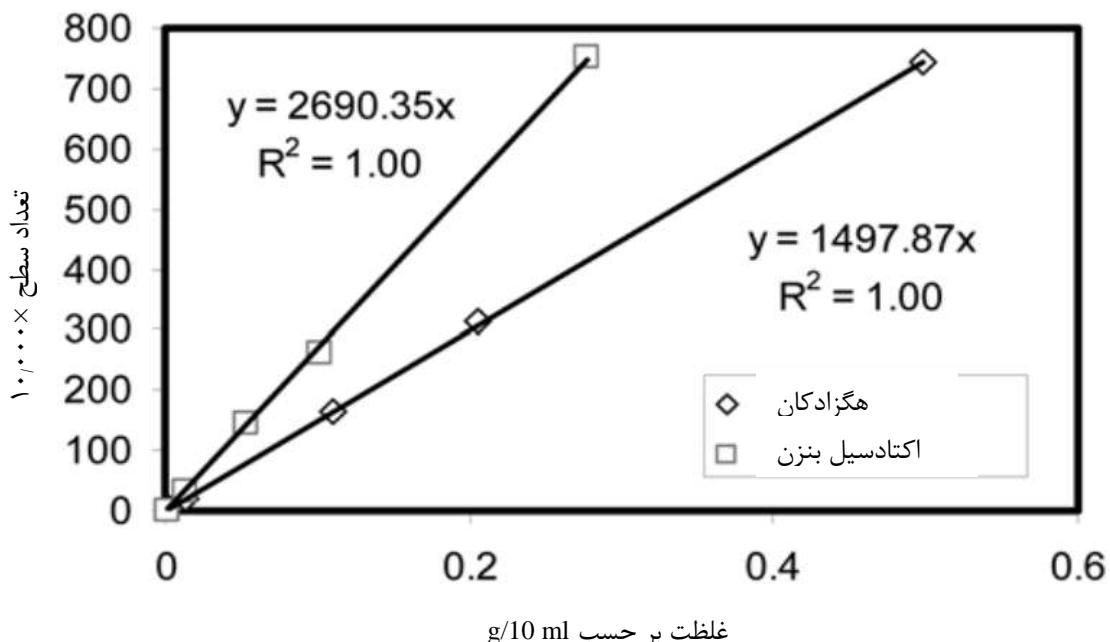


دقیقه

شکل ۸- کروماتوگرام استاندارد E در حالت شویش معکوس

۴-۹ منحنی غلظت بر حسب $\text{g}/10\text{ ml}$ را در مقابل تعداد سطح زیر پیک‌های هگزادکان و اکتادسیل بنزن رسم کنید. منحنی‌های کالیبراسیون باید خطی، دارای عرض از مبدأ صفر با یک ضریب همبستگی (r^2) بیشتر از ۰,۹۹۹ باشند. شیب‌های کالیبراسیون مورد استفاده در اندازه‌گیری ضرایب پاسخ مطابق بند ۱۲ شرح داده می‌شوند. از نرمافزار کامپیوتری از قبیل Excel یا یک سیستم داده می‌توان برای رسم منحنی کالیبراسیون استفاده کرد. شکل ۹ مثالی از منحنی‌های کالیبراسیون را ارائه می‌دهد. ضریب پاسخ ۱,۶۷ تا

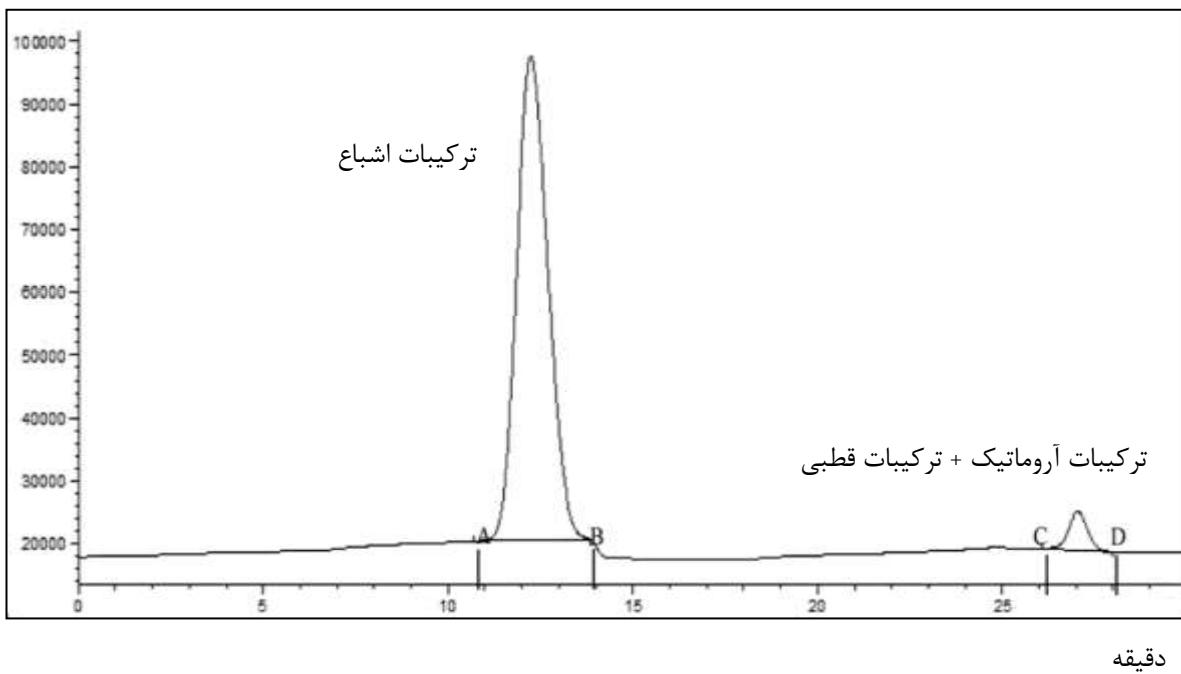
۱۸۰ مشاهده و توصیه می‌شود. ضریب پاسخ دقیق ممکن است از یک سیستم به سیستم دیگر متفاوت باشد.



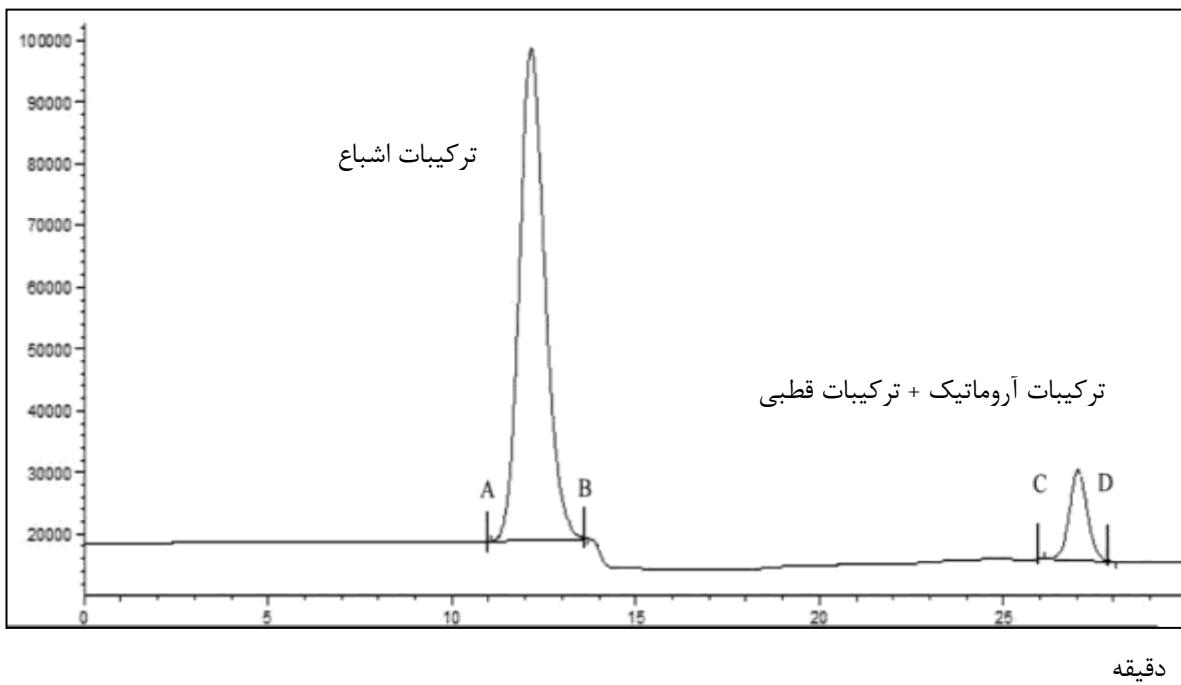
شکل ۹- مثالی از منحنی کالیبراسیون برای ضرایب پاسخ

۱۰ روش انجام آزمون

- ۱-۱۰ برای تعیین مجموع مقدار ترکیبات آромاتیک کل و ترکیبات قطبی کل، نمونه‌ها را آنالیز کنید.
- ۲-۱۰ ۰.۵ g نمونه را درون یک ویال نمونه‌بردار خودکار ۱/۵ ml وزن کرده و ۰.۵ ml هپتان اضافه کنید. ویال را به خوبی تکان دهید تا محتویات کاملاً مخلوط شوند. در صورت تمایل، به مقدار بیشتر، مثلاً ۲ g نمونه می‌توان آن را در یک ظرف بزرگ‌تر با نسبت مشابه نمونه/حلال تهیه کرد و سپس یک قسمت خوب مخلوط شده را می‌توان به ویال نمونه‌بردار خودکار یا معادل آن منتقل کرد.
- ۳-۱۰ برای نمونه‌هایی که در آن‌ها غلظت هیدروکربن‌های آромاتیک یا غیر آромاتیک خارج از محدوده کالیبراسیون بر اساس ناحیه مطلق است، محلول نمونه با غلظت بیشتر (برای مثال ۰.۲۵ ml/۰.۷۵ g) یا رفت بیشتری از محلول نمونه (۰.۷۵ ml/۰.۲۵ g) را به صورت مناسب تهیه کنید.
- ۴-۱۰ با استفاده از همان شرایط عملیاتی به کار رفته برای به دست آوردن داده‌های کالیبراسیون (بند ۱-۹ را ببینید) ۱ ml محلول نمونه را تزریق کرده و جمع‌آوری اطلاعات را شروع کنید. شیر شویش معکوس را در زمان شویش معکوس از پیش تعیین شده (بند ۳-۸ را ببینید) برای شویش ترکیبات آромاتیک به صورت یک پیک مجزا و تیز (شکل ۳ را ببینید) باز یا راهاندازی کنید. پس از اتمام آنالیز، مسیر جریان از فاز متحرک را معکوس (شیر قطع و وصل را ببندید) کنید که به شویش مستقیم برگردد و قبل از تزریق نمونه بعدی اجزاء دهید خط مینا پایدار شود.
- ۵-۱۰ پیک ترکیبات اشباع و پیک ترکیبات آромاتیک را به درستی شناسایی کنید. شکل‌های ۱۰ و ۱۱ کروماتوگرام‌های نوعی برای روند ساز پایه‌ذخیره را نشان می‌دهند.

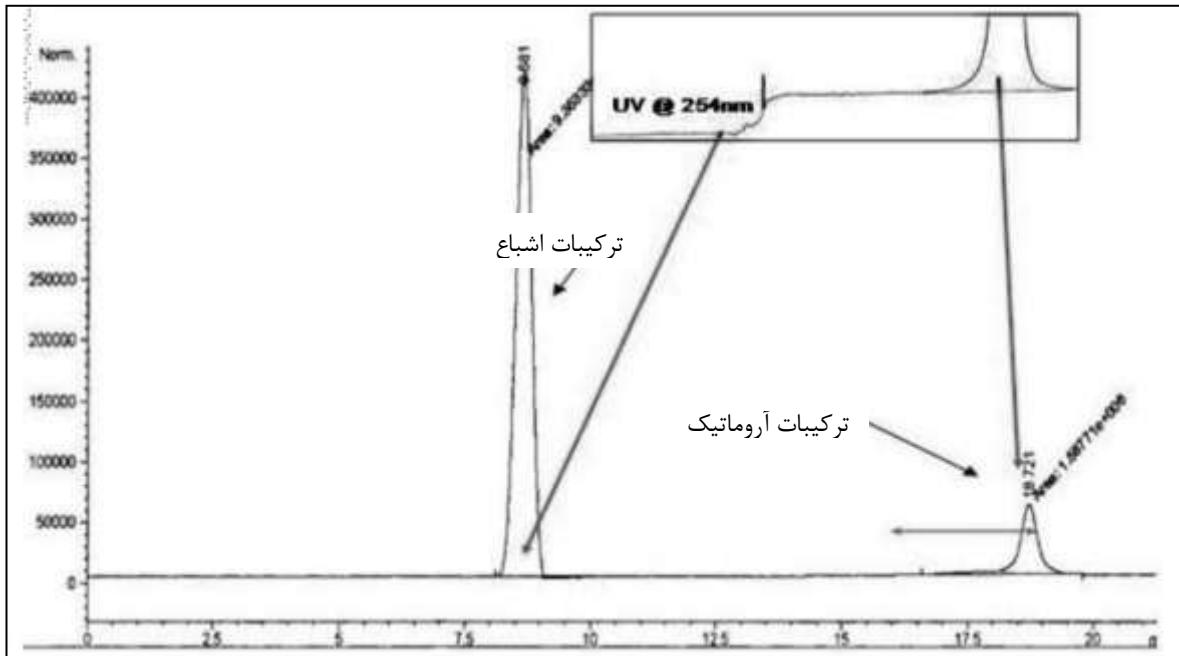


شکل ۱۰- نمونه ۱ روغن روان ساز پایه ذخیره: دارای ۲/۸٪ ترکیبات آромاتیک



شکل ۱۱- نمونه ۲ روغن روان ساز پایه ذخیره: دارای ۷/۸٪ ترکیبات آромاتیک

۴-۲-۱۰ یک آشکارساز UV اختیاری در طول موج ۲۵۴ nm ممکن است برای پایش همپوشانی بین هیدروکربن‌های آромاتیک و ترکیبات اشباع هنگام استفاده از نمونه روغن روان ساز به کار رود. جداسازی بین ترکیبات آромاتیک و ترکیبات اشباع زمانی که غلظت آромاتیک‌ها کاهش می‌یابد، مهم‌تر است. علامت آشکارساز UV در طول شویش پیک ترکیبات اشباع باید در مقایسه با پیک ترکیبات آромاتیک قابل چشم‌پوشی باشد. شکل ۱۲ مثالی از کاربرد آشکارساز UV را ارائه می‌دهد.



شکل ۱۲- مثالی از کاربرد آشکارساز UV برای پایش همبوشانی ترکیبات اشباع / آромاتیک‌ها

۵-۲-۱۰ مساحت پیک‌های ترکیبات اشباع و آромاتیک‌ها به علاوه ترکیبات قطبی را با رسم یک خط مبنا درست از قبل از شروع پیک ترکیبات اشباع (A) در شکل ۱۰) به یک نقطه روی کروماتوگرام بلا فاصله قبل از نقطه شویش معکوس (B در شکل ۱۰) و با رسم یک خط مبنا درست قبل از شروع پیک آромاتیک‌ها (C در شکل ۱۰) به یک نقطه روی کروماتوگرام بلا فاصله پس از پیک آромاتیک‌ها (D در شکل ۱۰) به دست آورید.

یادآوری- بهویژه، در غلظت‌های کم آромاتیک، پیک آромاتیک‌های حاصل از شویش معکوس ممکن است قبل و بعد از شویش پیک، انحراف خط مبنا را نشان دهد. مطمئن شوید که پیک به درستی انتگرال گیری شده است. ممکن است بازرسی چشمی خط مبنای انتگرال گیری شده ضروری باشد و انتگرال گیری دستی (رسم خط مبنای دستی) ممکن است موردنیاز باشد.

۱۱ کنترل کیفیت

۱-۱۱ کنترل کیفیت برای این روش آزمون در زیر خلاصه شده است:

۳-۱-۱۱ برای هر مجموعه نمونه، قدرت تفکیک ستون را به صورت شرح داده شده در بند ۳-۳-۸ اندازه‌گیری و ثبت کنید. قدرت تفکیک ممکن است در نتیجه کاربرد ستون بسیار ضعیف شود و ممکن است مجدداً به تثبیت شرایط نیاز داشته باشد.

۲-۱۱ برای هر مجموعه یک ارزیابی حد آشکارسازی به صورت شرح داده شده در بند ۶-۸ انجام دهید.

۳-۱۱ در اولین استفاده از دستگاه، با پنج بار تزریق محلول مخلوط تفکیک، یک دقت کوتاه مدت در حالت شویش معکوس به دست آورده و مشخص کنید که انحراف استاندارد سطوح زیر پیک برای ترکیبات هگزادکان و اکتادسیل بنزن کمتر از 6% انحراف‌های استاندارد نسبی است.

۴-۱۱ بعد از راهاندازی دستگاه، یک نمونه کنترل روغن روان‌ساز با مجموع مقدار آромاتیک‌های کل و ترکیبات قطبی 8% جرمی تا 10% جرمی به دست آورده و آن را چندین مرتبه جهت ایجاد یک برنامه پایش

کنترل کیفیت آماری(SQC)^۱ دقت متوسط آزمایشگاهی مطابق استاندارد ASTM D 6299 آنالیز کنید. اطمینان حاصل کنید که محدوده‌های کنترل برای حداقل/حداکثر این نمونه کنترل بین مقادیر تجدیدپذیری و تکرارپذیری ارائه شده در این روش آزمون رخ می‌دهد.

۵-۱۱ به شدت توصیه می‌شود که استانداردهای کنترل دیگر برای پوشش مقادیر بیشتر و کمتر آروماتیک‌ها به اضافه ترکیبات قطبی استفاده شوند. برای مثال، چنانچه نمونه‌های مورد آنالیز دارای غلظت ۴۵٪ جرمی از ترکیبات آروماتیک و ترکیبات قطبی باشند، سپس یک نمونه کنترل با غلظت ۵٪ جرمی از ترکیبات آروماتیک و ترکیبات قطبی استفاده شود. برای نمونه‌هایی با غلظت کمتر از ۳٪ جرمی ترکیبات آروماتیک و ترکیبات قطبی، یک نمونه کنترل با محدوده غلظتی ۳٪ جرمی تا ۵٪ جرمی استفاده کنید. در صورت موجود بودن، استفاده از نمونه‌های مرجع مورد توافق به شدت توصیه می‌شود.

۱۲ محاسبات

۱-۱۲ محاسبه ضریب پاسخ آروماتیک، نمودار کالیبراسیون حاصل از بند ۴-۹ را بررسی کنید. آنالیز رگرسیون خطی که از صفر عبور می‌کند را انجام دهید. ضریب پاسخ آروماتیک(ARF)^۲ را از رابطه ۴ محاسبه کنید:

$$ARF = \frac{\text{شیب خطی برای اکتابسیل بنزن}}{\text{شیب خطی برای هگزادکان}} \quad (4)$$

۱-۱-۱۲ مقدار ARF، ۱/۶۷ تا ۱/۸۰ مشاهده و توصیه می‌شود. مقدار دقیق ARF ممکن است از یک سیستم به سیستم دیگر تغییر کند.

۲-۱۲ مقدار ترکیبات اشباع (بر حسب٪ جرمی) و مجموع مقدار ترکیبات آروماتیک و ترکیبات قطبی ترکیب شده (بر حسب٪ جرمی) را از روابط ۵ و ۶ محاسبه کنید:

$$\left(\frac{A_{na}}{A_{na} + A_{ar}} \right) \times 100 = \text{مقدار ترکیبات اشباع (بر حسب٪ جرمی)} \quad (5)$$

$$\left(\frac{A_{ar}/ARF}{A_{na} + A_{ar}/ARF} \right) \times 100 = \text{مجموع مقدار ترکیبات قطبی و آروماتیک کل (بر حسب٪ جرمی)} \quad (6)$$

که در آن:

مساحت پیک ترکیبات اشباع؛ A_{na}

مساحت پیک ترکیبات اشباع و ترکیبات قطبی؛ A_{ar}

ضریب پاسخ ترکیبات آروماتیک است. ARF

۱۳ دقت و انحراف

۱-۱۳ دقت، دقت این روش آزمون، از هفت آزمایشگاه مشارکتی و ۲۲ نمونه روغن روان‌ساز پایه‌ذخیره به دست آمده است. روغن‌های روان‌ساز پایه‌ذخیره حداقل از هفت منبع تجاری بودند و مجموع مقادیر

1 - Statistical Quality Control

2 - Aromatic Response Factore

ترکیبات قطبی و آروماتیک %. ۰،۲ جرمی تا %. ۴۶ جرمی بود. یک روغن روانساز پایه با نقطه جوش بالا شامل %. ۴۶ ترکیبات آروماتیک کل به اضافه ترکیبات قطبی است. مقدار ترکیبات قطبی برای تمام نمونه‌ها با استفاده از روش حجم‌سنجی استخراج فاز جامد سیلیکا کمتر از %. ۱ جرمی برآورد شده است. توصیه می‌شود برای قضاوت در مورد قابلیت پذیرش نتایج (با سطح اطمینان %. ۹۵) برای مجموع ترکیبات قطبی و آروماتیک معیارهای زیر استفاده شوند:

۱-۱-۱۳ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمون‌گر با استفاده از یک دستگاه تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در آزمون طولانی‌مدت و در عملیات معمول و صحیح آزمون به دست آمد، تنها در یک مورد از بیست مورد از مقادیر نشان داده شده در جدول ۳، بیشتر شد.

(٪ جرمی)(X + ۰.۰۲۲ = تکرارپذیری) (۷)

که در آن:

X مقدار درصد جرمی حاصل از روش آزمون است.

۲-۱-۱۳ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل که در آزمایشگاه‌های متفاوت با روش آزمون یکسان توسط آزمون‌گرهای متفاوت روی مواد آزمون یکسان در مدت زمان طولانی در عملیات صحیح روش آزمون به دست آمد، تنها در یک مورد از بیست مورد از مقادیر نشان داده شده در جدول ۳، بیشتر شد.

(٪ جرمی)(X + ۰.۰۱۱ = تجدیدپذیری) (۸)

که در آن:

X مقدار درصد جرمی حاصل از روش آزمون است.

۳-۱-۱۳ انحراف، از آنجایی که هیچ مقدار مرجع استاندارد پذیرفته شده مناسبی برای تعیین انحراف روش اندازه‌گیری مقدار آروماتیک‌های کل وجود ندارند، انحراف را نمی‌توان تعیین کرد.

۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۴ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

۲-۱۴ مقدار ترکیبات اشباع کل و ترکیبات آروماتیک کل به اضافه ترکیبات قطبی با تقریب %. ۰،۱ جرمی؛

۳-۱۴ هر گونه مورد غیرمعمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛

۴-۱۴ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛

۵-۱۴ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛

۶-۱۴ تاریخ انجام آزمون.

جدول ۳- مثال‌هایی از تجدیدپذیری و تکرارپذیری

تکرارپذیری (r)	تجددپذیری (R)	درصد جرمی ترکیبات آروماتیک و قطبی کل
۰/۱	۰/۶	۱
۰/۱	۰/۷	۲
۰/۲	۰/۸	۳
۰/۲	۰/۹	۴
۰/۲	۱/۰	۵
۰/۲	۱/۱	۶
۰/۲	۱/۲	۷
۰/۳	۱/۳	۸
۰/۳	۱/۴	۹
۰/۳	۱/۵	۱۰
۰/۴	۱/۸	۱۲
۰/۴	۲/۱	۱۵
۰/۵	۲/۶	۲۰
۰/۶	۳/۲	۲۵
۰/۷	۳/۷	۳۰
۱/۰	۴/۸	۴۰
۱/۱	۵/۴	۴۵