



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۶۵۳

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20653

1st.Edition

2016

اندازه‌گیری مقدار بنزین رقیق‌کننده موجود
در روغن کارکرده موتور بنزینی به روش
کروماتوگرافی گازی

**Gasoline diluent in used gasoline engine
oils by gas chromatography**

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 حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند 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 می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی 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 می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل 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 Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«اندازه‌گیری مقدار بنزین رقیق‌کننده موجود در روغن کارکرده موتور بنزینی به روش کروماتوگرافی

گازی»

رئیس:

عضو هیئت دانشگاه شهید چمران اهواز

آزادی ، رویا
(دکتری شیمی)

دبیر:

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر
بردیا

مکوندی ، علی
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی
شاپور

ارزانی ، بهاره
(فوق لیسانس شیمی)

نماینده علمی شرکت سینا گستر

بهریزی ، بهاره
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس

جولاباف ، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی
شاپور

چرم زاده ، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

چنگیز عباسی ، نسرين
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

سرکارزاده ، افسون
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

شکاری زاده ، آرزو
(فوق لیسانس شیمی)

شیمیست ارشد پتروشیمی بندر امام

عباسی ، محمدرضا
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

فتاحی نیا ، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

شیمیست ارشد آزمایشگاه شیمیایی نفت
مسجدسلیمان - اداره شیمیایی شرکت ملی
مناطق نفت خیز جنوب

کاوش ، فرید
(لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

گیلاسی ، فهیمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد شرکت دی دی دی سی
ایران کیش

مکوندی ، محسن
(لیسانس مهندسی نفت)

تکنسین ارشد آزمایشگاه شیمیایی نفت
مسجدسلیمان - اداره شیمیایی شرکت ملی
مناطق نفت خیز جنوب

میر ، اصغر
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس

نظری فر ، زهرا
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ وسایل
۶	۶ مواد و/ یا واکنشگرها
۵	۷ آماده‌سازی دستگاه
۹	۸ آماده‌سازی نمونه
۹	۹ روش انجام آزمون
۱۰	۱۰ محاسبات
۱۰	۱۱ دقت و انحراف
۱۱	۱۲ گزارش آزمون

پیش گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری مقدار بنزین رقیق‌کننده موجود در روغن کارکرده موتور بنزینی به روش کروماتوگرافی گازی" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت خوزستان پژوهش گستر بردیا تهیه و تدوین شده است و در شصت و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۱۷ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه 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 مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D3525:2010, Standard test method for gasoline diluent in used gasoline engine oils by gas chromatography

اندازه‌گیری مقدار بنزین رقیق‌کننده موجود در روغن کارکرده موتور بنزینی به روش کروماتوگرافی گازی

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین قابلیت اجرای محدودیت‌ها قبل از استفاده بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار بنزین در روغن‌های روان‌کننده کارکرده، استفاده شده در موتورهای بنزینی، با استفاده از کروماتوگرافی است. محدودیتی برای اندازه‌گیری گستره رقیق‌سازی وجود ندارد مشروط بر این که مقدار نمونه و استاندارد داخلی، در حدود گستره خطی آشکارساز کروماتوگرافی گازی باشد. این استاندارد برای کروماتوگراف‌های گازی مجهز به آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای و گرم‌خانه‌های قابل برنامه‌ریزی کاربرد دارد.

یادآوری- استفاده از آشکارسازها و دستگاه‌های دیگر گزارش شده است. اما بیان دقت، فقط هنگام به‌کارگیری دستگاه مشخص شده، به‌کار می‌رود.

قابلیت کاربرد این استاندارد برای روغن‌های موتور کارکرده ژلاتینی^۱ به منظور اطمینان از انطباق آن با تکرارپذیری و تجدیدپذیری نشان داده شده، به اندازه کافی مورد تحقیق قرار نگرفته است. روغن‌های ژلاتینی به روغن‌هایی گفته می‌شود که ساختار آن‌ها به شکل مقاوم ایجاد می‌شود اما با تحریک توسط نور^۲ به سیالیت اصلی خود بر می‌گردند.

بعضی از رقیق‌سازی‌های سوختی روغن موتور، ممکن است در طول عملیات معمولی صورت بگیرد. با این حال رقیق‌سازی اضافی سوخت از لحاظ مشکلات احتمالی عملکردی، موجب نگرانی می‌شود. این استاندارد ابزاری برای اندازه‌گیری بزرگی رقیق‌سازی سوختی ارائه می‌کند که این امکان را به آزمون‌گر می‌دهد تا بتواند مشکلات عملکردی را پیش‌بینی کرده و اقدام مناسب انجام دهد.

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.

1- Gelled

2- Light agitation

در صورتی 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 مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

2-1 ASTM E 260, Practice for Packed Column Gas Chromatography

2-2 ASTM E 355, Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships

2-3 ASTM E 594, Practice for Testing Flame Ionization Detectors Used in Gas or Supercritical Fluid Chromatography

2-4 ASTM E 1510, Practice for Installing Fused Silica Open Tubular Capillary Columns in Gas Chromatographs

۳ اصطلاحات، تعاریف و اختصارات

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد ASTM E 355، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌رود.

۱-۳

سوخت رقیق‌کننده^۱

در آنالیز روغن کارکرده، اجزای تشکیل دهنده سوخت سوزانده نشده‌ای که به محفظه کارتر موتور وارد می‌شوند، موجب رقیق‌سازی روغن می‌شوند.

یادآوری - در این استاندارد اجزای تشکیل دهنده سوخت رقیق‌کننده مورد اندازه‌گیری، از بنزین ناشی می‌شوند.

۲-۳

رقیق‌سازی سوختی^۲

مقدار بنزین یافت شده در روغن روان‌کننده موتور است که بر حسب درصد بیان می‌شود.

یادآوری - رقیق‌سازی سوختی ممکن است نتیجه پوسیدگی یا عملکرد ناقص موتور باشد.

۳-۳

اختصارات

اختصار رایج ترکیبات هیدروکربنی برای تعیین تعداد اتم‌های کربن موجود در ترکیب به کار می‌رود. یک پیشوند

1- Fuel diluent

2- Fuel dilution

برای نشان دادن شکل زنجیره کربنی به کار می‌رود در حالی که یک پسوند زیرنویس‌دار تعداد اتم‌های کربن را مشخص می‌کند.

مثال:

$i-C_{14}$: ایزو-تترادکان

$n-C_{10}$: نرمال دکان

۴ اصول آزمون

یک روش کروماتوگرافی گازی برای آنالیز نمونه‌ها به کار می‌رود، به این صورت که درصد معلومی از نرمال تترادکان به‌عنوان استاندارد داخلی به نمونه‌ها اضافه می‌شود تا درصد وزنی سوخت بنزین موجود در روغن روان‌کننده، تعیین شود. یک منحنی کالیبراسیون از قبل ایجاد می‌شود که در آن نسبت پاسخ سوخت بنزین به نرمال تترادکان، در مقابل درصد وزنی سوخت بنزین موجود در مخلوط‌های روغن روان‌کننده حاوی مقدار ثابتی از استاندارد داخلی رسم می‌شود. درصد جرمی سوخت بنزین در نمونه‌ها با تفسیر منحنی کالیبراسیون تعیین می‌شود.

۵ وسایل

۱-۵ کروماتوگراف گازی، از هر کروماتوگراف گازی که مشخصات عملکردی زیر را داشته باشد، می‌توان استفاده کرد:

۱-۱-۵ آشکارساز، در این استاندارد فقط می‌توان از آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای استفاده کرد. آشکارساز باید حساسیت کافی داشته باشد که نرمال تترادکان $1/10$ را با پیکی با ارتفاع حداقل 40% مقیاس کامل در سیستم اکتساب داده تعبیه شده مطابق شرایط این استاندارد، آشکارسازی کند. برای راهنمایی‌های بیشتر در مورد آزمون آشکارسازهای یونیزاسیون شعله‌ای به استاندارد ASTM E 594 مراجعه شود. هنگام عملیات در این سطح حساسیت، پایداری آشکارساز باید به‌گونه‌ای باشد که انحراف خط مبنا حداکثر 1% مقیاس کامل در ساعت به‌دست بیاید. آشکارساز باید دارای قابلیت عملیات پیوسته در دمایی معادل با حداکثر دمای ستون به‌کار گرفته شده، باشد. اتصال ستون به آشکارساز باید به‌گونه‌ای باشد که هیچ ناحیه با دمای کم‌تر از دمای ستون (نقاط سرماگیر) وجود نداشته باشد.

۲-۱-۵ برنامه‌ریز دمای ستون، کروماتوگراف باید قادر به عملیات برنامه دمایی گرم‌خانه در گستره مناسب برای برقراری زمان بازداری $0/25$ دقیقه (۱۵ ثانیه) برای پیک اولیه و شویش کامل استاندارد داخلی باشد. تکرارپذیری زمان بازداری باید $0/3$ دقیقه (۱۸ ثانیه) به‌دست آید.

۳-۱-۵ سیستم ورود نمونه، سیستم ورود نمونه باید دارای قابلیت عملیات پیوسته در دمایی معادل با حداکثر دمای ستون به‌کار گرفته شده، باشد. یک ورودی روی-ستون^۱ با بعضی ابزارهای برنامه‌ریزی دمای ورودی

1- On-column

شامل نقطه ورود نمونه، تا حداکثر دمای مورد نیاز را می‌توان مورد استفاده قرار داد. اتصال ستون به سیستم ورودی نمونه باید به‌گونه‌ای باشد که هیچ ناحیه با دمای کم‌تر از دمای ستون (نقاط سرماگیر) وجود نداشته باشد.

۲-۵ سیستم اکتساب داده^۱، باید ابزارهایی برای اندازه‌گیری مساحت تجمعی زیر کروماتوگرام فراهم شود. این کار به‌وسیله یک انتگرال‌گیر الکترونیکی یا سیستم داده کروماتوگرافی مبتنی بر کامپیوتر انجام می‌شود.

۱-۲-۵ انتگرال‌گیر یا سیستم کامپیوتر، انتگرال‌گیر یا سیستم کامپیوتر باید مجهز به نرم‌افزار کروماتوگرافی با قابلیت اندازه‌گیری زمان‌های بازداری و مساحت‌های شویش پیک‌ها (حالت آشکارسازی پیک) باشد. گستره الکترونیکی انتگرال‌گیر یا سیستم کامپیوتر (برای مثال 1 V و 10 V) باید در محدوده گستره خطی آشکارساز یا سیستم الکترومتر مورد استفاده، باشد. مطلوب است که سیستم قادر به کم کردن هر قسمت از مساحت اجرای شاهد از قسمت متناظر مساحت آزمون نمونه باشد.

یادآوری ۱- بهترین دقت و عملیات خودکار را می‌توان با انتگرال‌گیری الکترونیک به‌دست آورد.

یادآوری ۲- بعضی از کروماتوگراف‌های گازی یک ساختار الگوریتمی در نرم‌افزار عملیاتی خود دارند که به یک مدل ریاضی از مقطع خط مبنا اجازه می‌دهد که در حافظه ذخیره شود. این مقطع به‌صورت خودکار از سیگنال آشکارساز در آنالیزهای نمونه بعدی کم می‌شود تا هرگونه انحراف خط مبنا جبران شود. هم‌چنین بعضی از سیستم‌های انتگرالی را ذخیره کرده و به‌صورت خودکار یک آنالیز شاهد را از اندازه‌گیری‌های تجزیه‌ای بعدی کم می‌کنند.

۳-۵ ستون^۲، هر ستون و شرایطی می‌توان استفاده کرد، به شرطی که تحت شرایط آزمون، جداسازی‌ها به ترتیب افزایش نقاط جوش اتفاق بیفتد و الزامات عملکردی ستون شرح داده شده در بند ۱-۲-۷ برآورده شود. قدرت تفکیک ستون، R ، باید حداقل ۳ و حداکثر ۸ باشد (بند ۱-۲-۷-۱ را ببینید). چون یک خط مبنا ثابت یکی از الزامات ضروری این استاندارد است، تصحیح ستون منفرد الکترونیکی برای جبران نشت ستون، نشت درپوش غشایی، کنترل دمای آشکارساز، پایداری جریان گاز حامل و انحراف دستگاه مورد نیاز است.

۴-۵ کنترل کننده‌های جریان، کروماتوگراف گازی باید به کنترل کننده‌های جریان جرم با قابلیت ثابت نگه‌داشتن جریان گاز حامل تا $\pm 1\%$ در سرتاسر گستره دمای عملیات کامل ستون، مجهز باشد. فشار ورودی گاز حامل تامین شده برای کروماتوگراف گازی باید به اندازه کافی بالا باشد تا افزایش فشار برگشتی در هنگام بالا رفتن دمای ستون را جبران کند. فشار نسبی ورودی 550 kPa برای ستون‌های توصیف شده در جدول ۱ مناسب است.

۵-۵ وسایل ورود نمونه:

۱-۵-۵ سرنگ میکرو، یک سرنگ میکرو، معمولاً با ظرفیت $10\ \mu\text{l}$ برای ورود نمونه استفاده می‌شود.

¹ Data Acquisition System

² Column

۵-۵-۲ وسایل نمونه برداری خودکار که حجم‌های یکسان را به صورت تجدیدپذیر تزریق می‌کنند، بسیار توصیه شده‌اند. پیشنهاد می‌شود وسایل ورود نمونه در یک شیوه هماهنگ با کروماتوگراف گازی عمل کنند.

۵-۶ ویال‌ها، با ظرفیت ۳٫۷ ml، با درپوش غشایی یا آنچه توسط سازنده وسیله نمونه برداری خودکار توصیه شده است.

جدول ۱- شرایط عملیات نوعی

مشخصه	ستون‌های پر شده	ستون‌های لوله‌ای باز
طول ستون (m)	۰٫۶۱۰	۵ تا ۱۰
قطر بیرونی ستون (mm)	۳٫۲	-
قطر داخلی ستون (mm)	۲٫۳۶	۰٫۵۳
فاز مایع (mm)	چسب یا مایعات متیل سیلیکون	پلی دی متیل سیلوکسان پیوند شده، تاج‌دار
درصد فاز مایع	۱۰	-
ماده پشتیبان	آجر نسوز خرد شده یا خاک دیاتومه	-
عمل آوری	شستشو با اسید	-
اندازه مش پشتیبان	$\frac{80}{100}$	-
ضخامت فاز ساکن بر حسب میکرومتر	-	۰٫۸۸ تا ۲٫۶۵
دمای اولیه ستون (°C)	۳۰	۳۰
دمای نهایی ستون (°C)	۲۵۵	۲۵۵
نرخ برنامه‌ریزی (°C/min)	۶	۶
گاز حامل	هلیوم یا نیتروژن	هلیوم یا نیتروژن
نرخ جریان گاز حامل	۳۰	۳۰
آشکارساز	آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای	آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای
دمای آشکارساز (°C)	۳۰۰	۳۰۰
دمای دهانه ورودی تزریق (°C)	۲۵۵	۲۵۵
حجم نمونه (μl)	۰٫۷	۰٫۱ تا ۰٫۲ (حاصل از رقیق‌سازی ۱۰:۱ در CS ₂)

۶ مواد و / یا واکنشگرها

به جز موارد مشخص شده در این استاندارد در همه آزمون‌ها باید از واکنشگرهای با خلوص تجزیه‌ای استفاده شود. مواد با درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی استفاده شوند.

۱-۶ فاز مایع برای ستون‌ها، هر فاز مایع غیرقطبی مناسب برای عملیات ستون در دمای بالاتر از 300°C را می‌توان استفاده کرد. چسب‌ها و مایعات متیل سیلیکون برای ارائه مشخصات شویس هیدروکربنی کروماتوگرافی صحیح، برای این استاندارد شناخته شده‌اند.

۲-۶ پشتیبان جامد، در موارد ستون‌های پرشده، معمولاً از آجر نسوز خرد شده یا خاک دیاتومه استفاده می‌شود. در مواردی که پشتیبان جامد استفاده می‌شود، توصیه می‌شود اندازه الک و بارگذاری پشتیبان به گونه‌ای باشد که قدرت تفکیک و زمان آنالیز بهینه را ارائه دهد. در کل، مشاهده شده که اندازه‌های ذرات در محدوده مش الک ۶۰ تا ۱۰۰ و بارگذاری پشتیبان از ۳٪ تا ۱۰٪ بسیار مناسب است.

۳-۶ گاز حامل، هلیوم یا نیتروژن با درجه خلوص ۹۹٫۹۹٪ مولی یا بیشتر، باید با آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای مورد استفاده قرار گیرد. خالص‌سازی بیشتر با استفاده از غربال‌های مولکولی یا دیگر عوامل مناسب برای حذف آب، اکسیژن و هیدروکربن‌ها توصیه می‌شود. فشار در دسترس باید برای اطمینان از ثابت بودن نرخ جریان گاز حامل مناسب باشد (بند ۴-۵ رابینید).

هشدار- هلیوم و نیتروژن گازهایی فشرده، تحت فشار بالا هستند.

۴-۶ هیدروژن، هیدروژن با درجه خلوص ۹۹٫۹۹٪ مولی یا بیشتر، به عنوان سوخت برای آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای (FID) مورد استفاده قرار می‌گیرد.

هشدار- هیدروژن گازی است که تحت فشار زیاد، بسیار اشتعال‌پذیر است.

۵-۶ هوا، هوای فشرده با درجه خلوص ۹۹٫۹۹٪ مولی یا بیشتر، به عنوان اکسنده برای آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای (FID) مورد استفاده قرار می‌گیرد.

هشدار- هوای فشرده گازی تحت فشار زیاد است و احتراق را پشتیبانی می‌کند.

۶-۶ نرمال تترادکان، با درجه خلوص حداقل ۹۵٪

هشدار- نرمال تترادکان مایعی قابل احتراق و بخار آن مضر است.

۷-۶ نرمال هگزادکان، با درجه خلوص حداقل ۹۵٪

هشدار- نرمال هگزادکان مایعی قابل احتراق و بخار آن مضر است.

۸-۶ نرمال اکتان، با درجه خلوص حداقل ۹۵٪

هشدار- نرمال اکتان مایعی اشتعال‌پذیر و استنشاق آن مضر است.

۹-۶ کربن دی سولفید (CS_2)

هشدار- کربن دی سولفید فوق‌العاده فرار، اشتعال‌پذیر و سمی است.

۷ آماده‌سازی دستگاه

۱-۷ آماده‌سازی ستون

۱-۱-۷ ستون‌های پرشده، هر روش مناسب مورد استفاده در استاندارد کروماتوگرافی گازی (استاندارد ASTM E 260) که ستونی با الزامات بند ۵-۳ ایجاد کند را می‌توان استفاده کرد. شرایط ستون باید در حداکثر دمای عملیاتی، تثبیت شود تا انحراف خط مبنا به دلیل نشت ستون^۱ به کم‌تر از ۱٪ در ساعت کاهش یابد.

۱-۱-۱-۷ شرایط ستون‌های پرشده را می‌توان با سرعت زیاد و به‌صورت موثر با استفاده از روش کار زیر شرایط کرد: ستون را به ورودی متصل کنید اما انتهای طرف آشکارساز را آزاد بگذارید. گاز حامل را از ستون در دمای محیط عبور دهید. گاز حامل را قطع کرده و اجازه دهید به طور کامل ستون از فشار آزاد شود. انتهای باز (طرف آشکارساز) ستون را با رابط مناسب مهر و موم کنید. دمای ستون را تا دمای عملیاتی حدکثر، بالا برده و در حالی که جریانی از ستون عبور نمی‌کند، به مدت حداقل یک ساعت در این دما نگه دارید. ستون را تا دمای محیط خنک کنید. سپس درپوش را از انتهای طرف آشکارساز ستون خارج کرده و گاز حامل را به صورت برگشتی به آن وارد کنید. دمای ستون را با برنامه ریزی تا دمای حداکثر، در چند مرحله با جریان گاز حامل نرمال، بالا برید. انتهای آزاد ستون را به آشکارساز متصل کنید.

یادآوری ۱- مشکلات دست‌یابی به الزامات انحراف خط مبنا ممکن است نشت ستون به دلیل تثبیت شرایط نامناسب را نشان دهد.

یادآوری ۲- یک روش جایگزین برای تثبیت شرایط ستون، که برای ستون‌های پرشده با بارگذاری اولیه فاز مایع ۱۰٪، موثر شناخته شد، شامل عبور گاز حامل از ستون در نرخ جریان نرمال است؛ به این صورت است که در حالی که ستون به مدت ۱۲ ساعت تا ۱۶ ساعت در حداکثر دمای عملیاتی نگه‌داشته شده، از آشکارساز جدا می‌شود.

۲-۱-۷ ستون‌های لوله‌ای باز، ستون‌های لوله‌ای باز با فازهای ساکن غیرقطبی پیوند یافته و مشبک از طریق سازندگان بسیاری در دسترس هستند و معمولاً از قبل تثبیت شرایط شده‌اند. این ستون‌ها نشت ستون کم‌تری نسبت به ستون‌های پرشده دارند. تثبیت شرایط ستون هنوز لازم است (استاندارد ASTM E 1510 را ببینید). شرایط ستون را می‌توان با سرعت زیاد و به‌صورت موثر با استفاده از روش کار زیر تثبیت کرد:

۱-۲-۱-۷ هنگامی که ستون لوله‌ای باز به‌طور صحیح در ورودی کروماتوگراف گازی نصب شد و عدم نشتی آن آزمون شد، جریان گاز ستون و آشکارساز را تنظیم کنید. قبل از حرارت دادن ستون، اجازه دهید گاز حامل به مدت ۳۰ دقیقه از سیستم عبور کند.

۲-۲-۱-۷ دمای گرم‌خانه را هر دقیقه حدود 5°C تا 10°C افزایش دهید تا به دمای عملیاتی نهایی برسد و به مدت ۳۰ دقیقه یا تا زمانی که یک خط مبنای پایدار مشاهده شود، نگه‌دارید.

۳-۲-۱-۷ برنامه دمایی کروماتوگراف گازی را چندین بار تکرار کنید تا یک خط مبنای پایدار به‌دست آید.

1- Column bleeding

۲-۷ ویژگی‌های عملکردی سیستم:

۱-۲-۷ قدرت تفکیک ستون، قدرت تفکیک برای معادل نگه داشتن سیستم‌های مختلف یا آزمایشگاه‌های به‌کارگیرنده این استاندارد، مشخص شده است. قدرت تفکیک با استفاده از رابطه ۱ بعد از آنالیز یک مخلوط آزمون قدرت تفکیک ستون آماده شده به‌صورت زیر، تعیین می‌شود:

۱-۱-۲-۷ برای آزمون قدرت تفکیک ستون، مخلوطی از ۱٪ (حجمی) از هر یک از پارافین‌های نرمال C₁₄ و C₁₆ در یک حلال مناسب مانند نرمال اکتان آماده کنید. اگر از ستون‌های لوله‌ای باز استفاده می‌شود، این مخلوط باید با کربن دی‌سولفید با نسبت ۱۰:۱ رقیق شود. حجم مشابهی از این مخلوط را به‌صورتی که در آنالیز نمونه استفاده شد، تزریق کنید و کروماتوگرام را با استفاده از روش کار شرح داده شده در بند ۹ به‌دست آورید.

هشدار ۱- پارافین‌های نرمال مایعاتی قابل احتراق و بخار آن‌ها مضر است.

هشدار ۲- نرمال اکتان مایعی اشتعال‌پذیر و استنشاق آن مضر است.

قدرت تفکیک، R، را از فاصله بین پیک‌های پارافین نرمال C₁₄ و C₁₆ در حداکثر ارتفاع پیک، d، و عرض پیک‌ها در خط مبنا، Y₁ و Y₂ به‌صورت رابطه ۱ محاسبه کنید:

$$R = [2(d_1 - d_2)] / Y_1 + Y_2 \quad (1)$$

که در آن:

R	قدرت تفکیک؛
d ₁	فاصله زمان بازداری برای حداکثر ارتفاع پیک پارافین نرمال C ₁₄ ؛
d ₂	فاصله زمان بازداری برای حداکثر ارتفاع پیک پارافین نرمال C ₁₆ ؛
Y ₁	عرض پیک پارافین نرمال C ₁₄ در خط مبنا؛ و
Y ₂	عرض پیک پارافین نرمال C ₁₆ در خط مبنا است.

قدرت تفکیک، R، حاصل از رابطه بالا باید حداقل ۳ و حداکثر ۸ باشد.

۳-۷ کروماتوگراف و تجهیزات مربوطه، مطابق دستورالعمل‌های سازنده در سرویس قرار دهید. شرایط عملیات نوعی در جدول ۱ نشان داده شده است.

۱-۳-۷ بعد از استفاده طولانی مدت از آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای، توصیه می‌شود رسوبات ایجاد شده در نتیجه احتراق لاستیک سیلیکونی یا محصولات تجزیه فاز مایع، به‌صورت دوره‌ای خارج شوند. این رسوبات مشخصات پاسخ آشکارساز را تغییر می‌دهند.

۲-۳-۷ اگر سیستم ورودی نمونه تا دمای °C ۳۰۰ حرارت داده شود، آنالیز شاهد باید بعد از نصب یک درپوش غشایی جدید انجام شود تا پیک‌های فرعی تولید شده توسط نشت درپوش غشایی بررسی شود. در میزان‌های حساسیتی که معمولاً در این استاندارد به‌کار گرفته می‌شود، تثبیت شرایط درپوش غشایی در دمای

عملیاتی سیستم ورودی نمونه به مدت چند ساعت، این مشکل را به حداقل خواهد رساند. یک روش پیشنهادی برای تعویض درپوش غشایی در انتهای عملیات روزانه به جای تعویض آن در شروع مجموعه‌ای از آنالیزها، توصیه شده است.

۸ آماده‌سازی نمونه

۸-۱ با استفاده از یک سرنگ ۱ ml، ۰/۵ ml از نمونه را به داخل یک ویال از قبل وزن شده (بند ۵-۶) تزریق، توزین و ثبت کنید. در این ویال ۱۰ µl نرمال تترادکان (C₁₄) اضافه کرده و توزین و ثبت کنید. اگر نمونه دارای گرانروی خیلی بالا باشد، برای تزریق به کروماتوگراف گازی در دمای اتاق، ۰/۵ ml یک حلال مناسب را به ویال اضافه کنید. استفاده از نرمال هگزادکان به‌عنوان یک حلال قابل قبول تشخیص داده شد. ویال را با یک درپوش غشایی ببندید و به مدت حداقل ۲ دقیقه تکان دهید. اگر از ستون‌های لوله‌ای باز استفاده می‌شود، این محلول نمونه باید با کربن دی سولفید با نسبت ۱۰:۱ رقیق شود.

۹ روش انجام آزمون

۹-۱ دستگاه را مطابق جدول ۱ آماده‌سازی کنید.

۹-۲ حجم موردنظر از نمونه را تزریق کنید.

۹-۲-۱ باید دقت کنید که اندازه نمونه انتخاب شده، اجازه ندهد بعضی از پیک‌ها از گستره خطی آشکارساز بیشتر شوند. با آشکارسازهای یونیزاسیون شعله‌ای هیدروژن، اندازه معمول نمونه در گستره ۰/۲ µl تا ۱/۰ µl است. اگر از ستون‌های لوله‌ای باز استفاده می‌شود، ۰/۱ µl تا ۰/۲ µl از محلول نمونه رقیق‌سازی شده با نسبت ۱۰:۱، تزریق کنید.

۹-۲-۲ سوزن سرنگ باید به مدت ۵ ثانیه تا ۱۰ ثانیه بعد از تزریق، در چندراهه دهانه تزریق باقی بماند، تا از هرگونه جزء به جزء شدن نمونه در سوزن جلوگیری شود.

۹-۳ بلافاصله برنامه‌ریزی دمای ستون را با نرخ ارائه شده در جدول ۱ یا نرخ‌ها که موجب جداسازی مشخص شده در بند ۳-۵ می‌شود، شروع کنید. همزمان با تزریق نمونه، یا بلافاصله بعد از آن، اکتساب و ثبت داده‌ها را شروع کنید. میرایی^۱ را به‌گونه‌ای تنظیم کنید تا حداکثر ارتفاع پیک ناحیه قبل و شامل پیک مرجع نرمال تترادکان، بدون اضافه بار روش اندازه‌گیری باشد.

۹-۴ جمع مساحت و ثبت آن ممکن است بعد از شویش نرمال تترادکان به حساب نیاید. این روش، ماهیت پیک روغن روان‌کننده را تعریف نمی‌کند.

۵-۹ قبل از عملیات بعدی، ممکن است حذف روغن شویش نشده از سیستم، با روشی مانند شستشوی برگشتی یا افزایش دمای سیستم، صورت بگیرد.

۱۰ محاسبات

۱-۱۰ مساحت تجمعی زیر کروماتوگرام را از زمان صفر تا شروع پیک نرمال تترادکان ثبت کنید. مساحت زیر پیک نرمال تترادکان را ثبت کنید.

۲-۱۰ درصد جرمی رقیق‌سازی سوختی موجود در نمونه را با استفاده از رابطه ۲ محاسبه کنید:

$$F = A_1 \times W_1 \times 100 / X_1 \times A_2 \quad (2)$$

که در آن:

F رقیق‌سازی سوختی برحسب درصد جرمی؛

A_1 مقدار سطح زیر کروماتوگرام قبل از پیک نرمال تترادکان؛

A_2 مقدار سطح زیر پیک نرمال تترادکان در کروماتوگرام؛

W_1 جرم نرمال تترادکان استفاده شده در بند ۸-۱؛ و

X_1 جرم نمونه استفاده شده در بند ۸-۱ است.

یادآوری - شرایط مشخص شده، شکل ظاهری روغن اصلی تخریب شده یا ماده افزودنی را نشان نمی‌دهد. ظاهر پیک‌های غیرعادی در کروماتوگرام ممکن است چنین تجزیه‌ای را نشان دهد. اگر این مسئله رخ دهد، مطلوب است که در صورت موجود بودن، یک کروماتوگرام از روغن کارنکرده به دست آید. سپس تصحیحی بر رقیق‌سازی سوختی نشان داده شده انجام دهید.

۱۱ دقت و انحراف^۱

۱-۱۱ توصیه می‌شود معیارهای زیر برای قضاوت در مورد قابلیت پذیرش نتایج (با احتمال ۹۵٪) به کار رود.

۱-۱-۱۱ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج دو آزمون متوالی که توسط یک آزمون‌گر با یک دستگاه تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون مشابه که در مدت زمان طولانی و در عملیات عادی و صحیح روش آزمون به دست آمده است. تنها یک مورد از ۲۰ مورد از مقدار به دست آمده از رابطه ۲ بیش‌تر شود.

$$0.28 \text{ mass } \% \quad (2)$$

1- Bias

۲-۱-۱۱ تجدیدپذیری

اختلاف بین نتایج دو آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمون‌گرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف روی ماده آزمون مشابه بدست آمده است، در مدت زمان طولانی و در عملیات عادی و صحیح روش آزمون، تنها یک مورد از ۲۰ مورد از مقدار به‌دست آمده از رابطه ۳ بیش‌تر می‌شود.

(۳) 1.64 mass %

۲-۱۱ انحراف

به دلیل ماهیت تجربی این استاندارد، تخمین انحراف برای آن ممکن نیست.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۲ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

۲-۱۲ شناسایی آزمون؛

۳-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛

۴-۱۲ نتایج را بر حسب درصد جرمی با تقریب ۰/۰۱ درصد جرمی سوخت بنزین موجود در نمونه به‌صورت زیر گزارش کنید.

سوخت بنزین، ASTM D 3525، % xx.xx جرمی

۵-۱۲ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛

۶-۱۲ تاریخ انجام آزمون.