

ประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม

ฉบับที่ ๒๕๕๒ (พ.ศ. ๒๕๔๒)

ออกตามความในพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

พ.ศ. ๒๕๑๑

เรื่อง กำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

การทดสอบปีโตรเลียมและผลิตภัณฑ์ปีโตรเลียม

เล่ม ๑๗ การหาปริมาณแอโรแมติกในน้ำมันเบนซิน

โดยวิธีก๊าซโครมาโทกราฟี

อาศัยอำนาจตามความในมาตรา ๑๕ แห่งพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พ.ศ. ๒๕๑๑ รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรมออกประกาศกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม การทดสอบปีโตรเลียมและผลิตภัณฑ์ปีโตรเลียม เล่ม ๑๗ การหาปริมาณแอโรแมติกในน้ำมันเบนซินโดยวิธีก๊าซโครมาโทกราฟี มาตรฐานเลขที่ มอก. ๑๑๘๒ เล่ม ๑๗-๒๕๕๑ ไว้ ดังมีรายการละเอียดต่อท้ายประกาศนี้

ประกาศ ณ วันที่ ๒๖ สิงหาคม พ.ศ. ๒๕๔๒

สุวัจน์ ลิปตพัลลภ

รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรม

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

การทดสอบปิโตรเลียมและผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม

เล่ม 17 วิธีหาปริมาณแอมโรแมติกในน้ำมันเบนซินโดยวิธีก๊าซโครมาโทกราฟี

1. ขอบข่าย

- 1.1 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้กำหนด วิธีหาปริมาณเบนซิน โทลูอิน แอมโรแมติกที่มีคาร์บอน 8 อะตอม (C_8) แอมโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอม (C_9) ขึ้นไป และปริมาณแอมโรแมติกรวม
- 1.2 วิธีทดสอบนี้สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอมโรแมติกที่มีความเข้มข้น ดังนี้
- | | ร้อยละโดยปริมาตร | |
|--------------------------------------|------------------|--------|
| เบนซิน | 0.1 | ถึง 5 |
| โทลูอิน | 1 | ถึง 20 |
| แอมโรแมติกที่มีคาร์บอน 8 อะตอม | 3 | ถึง 25 |
| แอมโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอมขึ้นไป | 5 | ถึง 30 |
| แอมโรแมติกรวม | 10 | ถึง 80 |
- 1.3 วิธีนี้ยังไม่ได้รับการทดสอบว่าสามารถใช้กับน้ำมันเบนซินที่มีสารประกอบออกซิเจน เช่น อีเทอร์และแอลกอฮอล์

2. เครื่องมือ

- 2.1 ก๊าซโครมาโทกราฟีที่มีเครื่องตรวจหาแบบนำความร้อน (thermal conductivity detector) มีระบบไล่ย้อนกลับ (backflush system) และมีภาวะตามตารางที่ 1 ระบบไล่ย้อนกลับสามารถเลือกใช้ได้ 2 ระบบ คือ ระบบที่ 1 มีการไหลวนโดยใช้วาล์วระบบหมุน 8 ทาง (8 port rotary valve) ดังรูปที่ 1 และระบบที่ 2 มีการไหลวนโดยใช้วาล์วระบบตรง 11 ทาง (11 port linear valve) ดังรูปที่ 2 ความไวรวมเมื่อฉีดตัวอย่าง ที่มีเบนซิน ร้อยละ 0.1 โดยปริมาตร 0.003 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะให้พีคของเบนซินที่มีความสูงไม่ต่ำกว่า 3 มิลลิเมตร
- 2.1.1 เครื่องตรวจหาแบบนำความร้อน ให้ใช้ชนิดเส้นใยโลหะนำความร้อนคู่ 1 หัว หรือชนิดเส้นใยโลหะนำความร้อนเดี่ยว 2 หัว ถ้าใช้ชนิดเส้นใยโลหะนำความร้อนคู่ ให้ใช้ทั้งด้านวิเคราะห์และด้านอ้างอิงแยกจากกันเพื่อตรวจหาส่วนประกอบที่ปล่อยออกมา การตรวจหาที่เหมาะสมทำได้โดยการสับขั้วสัญญาณด้วยมือหรือโดยวิธีอัตโนมัติ เครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีรุ่นใหม่มักติดตั้งด้วยเครื่องตรวจหาชนิดเส้นใยโลหะนำความร้อนตามปกติแล้วจะสามารถสับขั้วอัตโนมัติ จากด้านสัญญาณออกของด้านหนึ่งไปอีกด้านหนึ่ง เพื่อว่าเครื่องมือดังกล่าวจะสามารถใช้กับเครื่องบันทึกกราฟเพียงเครื่องเดียวหรือสองสัญญาณเพียงช่องเดียวได้

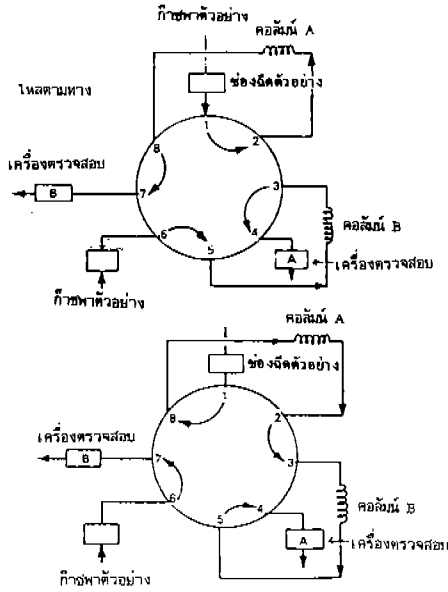
- 2.2 เครื่องบันทึกกราฟ มีความต่างศักย์ไฟฟ้า 0 ถึง 1 มิลลิโวลต์ ตอบสนองสัญญาณภายในเวลาไม่เกิน 2 วินาที และยอมให้มีสัญญาณรบกวนได้ \pm ร้อยละ 0.3 ของกำลังขยายเต็มสเกล
- 2.3 อินทิเกรเตอร์ (integrator) เป็นคอมพิวเตอร์หรือเครื่องหาพื้นที่แบบไฟฟ้า
- 2.4 คอลัมน์ ประกอบด้วย 2 คอลัมน์ ดังรายละเอียดในตารางที่ 2
 - 2.4.1 คอลัมน์ A เป็นโพลาร์ (polar) แยกแอมโรแมติกออกจากอนแอมโรแมติก (non aromatic)
 - 2.4.2 คอลัมน์ B เป็นนอนโพลาร์ (non polar) แยกแอมโรแมติกตามจำนวนคาร์บอนอะตอม
- 2.5 ไมโครไซริงก์ (microsyringe) ขนาด 0.005 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ตารางที่ 1 ภาวะของก๊าซโครมาโทกราฟ
(ข้อ 2.1 และข้อ 5.3)

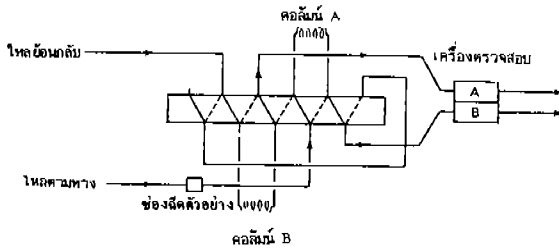
1. ก๊าซพาตัวอย่าง	ก๊าซฮีเลียม
2. อัตราการไหลของก๊าซ ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที	60
3. เครื่องตรวจหา	ใช้ระบบวัดค่านำความร้อน
4. อุณหภูมิ องศาเซลเซียส	
เครื่องตรวจหา	150
ช่องฉีดตัวอย่าง	200
ตู้อบคอลัมน์	135
5. ปริมาตรตัวอย่าง ลูกบาศก์เซนติเมตร	0.003

ตารางที่ 2 คอลัมน์
(ข้อ 2.4)

	คอลัมน์ A	คอลัมน์ B
1. เฟสของเหลว (liquid phase)	OV-275 หรือเทียบเท่า	SE-30 หรือ OV-101 หรือเทียบเท่า
2. คอลัมน์เหล็กกล้าไร้สนิม		
ความยาว เมตร	3	3
เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน มิลลิเมตร	1.8	1.8
เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก มิลลิเมตร	3.2	3.2
3. วัสดุรองรับ	โครโมซอร์บ P ขนาด 180 ถึง 250 ไมโครเมตร (60 ถึง 80 เมช) ล้างด้วยกรด	
4. ปริมาณโครโมซอร์บ P ร้อยละโดยน้ำหนัก	33	25



รูปที่ 1 แสดงการไหลพร้อมกัวำฮวัค-เป็คระบบหุมน 8 หำง
(ช้อ 2.1 แลล 5.2)



รูปที่ 2 แสดงการไหลพร้อมกัวำฮวัค-เป็คระบบครง 11 หำง
(ช้อ 2.1 แลล 5.2)

3. สารเคมี

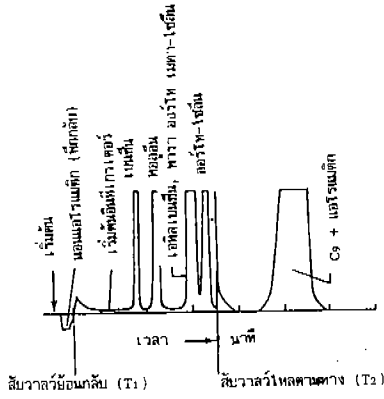
- 3.1 ก๊าซพาทตัวอย่าง
ก๊าซฮีเลียมบริสุทธิ์ ร้อยละ 99.99 โดยน้ำหนัก
- 3.2 วัสดุรองรับ
โครโมซอร์บ P ขนาด 180 ถึง 250 ไมโครเมตร ล้างด้วยกรด
- 3.3 เฟสของเหลว
ไดไซยาโนแอลิลซิลิโคน หรือที่เรียกอีกชื่อหนึ่งว่าโอวี 275 (OV-275) และเมทิลซิลิโคน
หมายเหตุ เมทิลซิลิโคนและ OV-275 หาซื้อได้จาก Ohio Valley Specialty Chemicals Inc.,
- 3.4 ไอโซออกเทนไม่น้อยกว่า ร้อยละ 99 โดยโมล
- 3.5 เบนซีน ไม่น้อยกว่าร้อยละ 99 โดยโมล
- 3.6 โทลูอีน ไม่น้อยกว่าร้อยละ 99 โดยโมล
- 3.7 โซลีน ส่วนผสมของไอโซเมอร์ที่มีเอทิลเบนซีนชั้นคุณภาพรีเอเจนต์
- 3.8 นอร์แมล-บิวทิลเบนซีน ไม่น้อยกว่าร้อยละ 99 โดยโมล

4. การชักตัวอย่าง

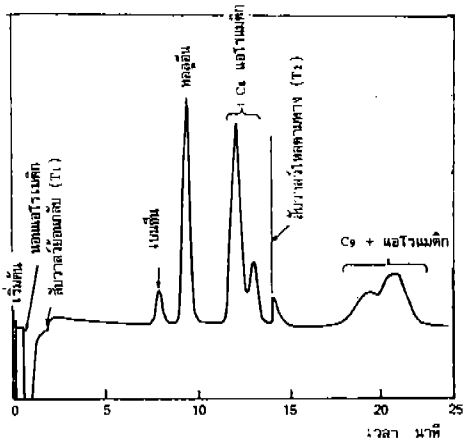
- 4.1 ให้เป็นไปตาม มอก.1380 และก่อนเปิดภาชนะบรรจุตัวอย่างต้องทำให้เย็นก่อน

5. การเตรียมเครื่องมือ

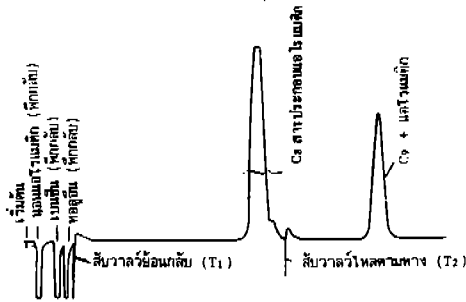
- 5.1 การเตรียมคอลัมน์ จะใช้วิธีใดวิธีหนึ่งก็ได้ (ดูหมายเหตุ) ที่ให้โครมาโทแกรมเทียบเท่ากับรูปที่ 3 รูปที่ 4 และรูปที่ 5
หมายเหตุ รูปแบบโครงสร้างสำหรับการเตรียมคอลัมน์ให้เป็นไปตาม ASTM E 260
- 5.2 ตัดตั้งวาล์วและคอลัมน์ในตู้บคอลัมน์ ให้การไหลเป็นไปตามรูปที่ 1 หรือรูปที่ 2
- 5.3 ปรับภาวะการทดสอบของเครื่องมือให้เป็นไปตามที่กำหนดในตารางที่ 1 แต่ไม่ต้องเปิดเครื่องตรวจหาตรวจสอบการรั่วซึมของก๊าซพาทตัวอย่าง หลังจากแน่ใจว่าไม่มีกรรั่วซึม จึงเปิดเครื่องตรวจหา แล้วรอให้ระบบเข้าสู่สมดุล โดยสังเกตจากระดับเส้นฐานของโครมาโทแกรมคงที่



รูปที่ 3 แสดงโครมาโทแกรมของตำแหน่งฮับวาอัว (ข้อ 5.1)



รูปที่ 4 แสดงโครมาโทแกรมของน้ำมันเบนซิน (ข้อ 5.1)



รูปที่ 5 แสดงโครมาโทแกรมของตำแหน่งสัณฐานรีเอมกัปในการวิเคราะห์ครั้งที่ 2 (ข้อ 5.1 และข้อ 7.1.3)

6. การสอบเทียบ

6.1 ส่วนผสมสอบเทียบ

ให้ปฏิบัติตามวิธีที่กำหนดไว้ใน ASTM D 4307 เตรียมส่วนผสมสอบเทียบแอโรแมติกในไอโซออกเทน ให้ได้ส่วนผสมใกล้เคียงกับตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ ใช้ไนอร์แมล-บิวทิลเบนซินแทนแอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอมขึ้นไป ใช้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ คำนวณร้อยละโดยปริมาตร จากร้อยละโดยน้ำหนัก

- หมายเหตุ
1. ความเข้มข้นร้อยละโดยปริมาตรของส่วนผสมสอบเทียบ โดยทั่วไปเป็นดังนี้ เบนซิน 3.00 โทลูอีน 10.00 ไซลีนผสม (แอโรแมติกที่มีคาร์บอน 8 อะตอม) 15.00 และนอร์มัล-บิวทิลเบนซิน (แอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอม) 15.00
 2. ความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ 15.6 องศาเซลเซียส/15.6 องศาเซลเซียส ของเบนซินเท่ากับ 0.8 845 โทลูอีนเท่ากับ 0.8 719 นอร์แมล-บิวทิลเบนซินเท่ากับ 0.8 646 และความหนาแน่นสัมพัทธ์เฉลี่ยของไซลีนเท่ากับ 0.8 727

6.2 วิธีสอบเทียบ

- 6.2.1 สัณฐานรีเอมกัปในตำแหน่งโหนดตามทาง และตั้งเครื่องตรวจหาไว้ที่ขั้ว B วัดส่วนผสมผสมสอบเทียบ (ข้อ 6.1) 0.003 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในคอลัมน์ ถ้าใช้เครื่องตรวจหาชนิดเส้นใยโลหะนำความร้อนเดียว ให้ควบคุมสัญญาณจากเครื่องตรวจหา B จะเกิดโครมาโทแกรม บันทึกเวลาที่เบนซินเริ่มถูกไล่ออกมา เป็นวินาที หักลบเวลาที่บันทึกได้ออก 6 วินาที คือ T_1
- 6.2.2 ตั้งเครื่องตรวจหาไว้ที่ขั้ว A วัดส่วนผสมผสมสอบเทียบ ถ้าใช้เครื่องตรวจหาชนิดเส้นใยโลหะนำความร้อนเดียว ให้ควบคุมสัญญาณจากเครื่องตรวจหา A เมื่อเวลา T_1 สัณฐานรีเอมกัปในตำแหน่งไล่ย้อนกลับ เมื่อพีกของออโรโทลีนกลับลงสู่เส้นฐาน ให้สัณฐานรีเอมกัปไปที่ตำแหน่งโหนดตามทางอีกครั้ง บันทึกเวลาเป็น T_2 ตามโครมาโทแกรมที่แสดงในรูปที่ 3

- 6.2.3 วัดพื้นที่ใต้พิกของเบนซิน โทลูอีน แอโรแมติกที่มีคาร์บอน 8 อะตอม และแอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอม ขึ้นไป คำนวณหาค่าการตอบสนองของแต่ละองค์ประกอบ เป็นร้อยละโดยปริมาตรต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ จากสูตร

$$F = \frac{C}{A}$$

เมื่อ F คือ ค่าการตอบสนองขององค์ประกอบในตัวอย่าง 0.003 ลูกบาศก์เซนติเมตร

C คือ ความเข้มข้นของแต่ละองค์ประกอบ เป็นร้อยละโดยปริมาตร

A คือ พื้นที่ใต้พิกของแต่ละองค์ประกอบ

- 6.2.4 คำนวณหาค่าการตอบสนองให้มีเลขนัยสำคัญอย่างน้อย 3 ตัว

7. วิธีวิเคราะห์

7.1 การวิเคราะห์โครมาโทกราฟ

ปฏิบัติเช่นเดียวกับข้อ 6.2 โดยฉีดตัวอย่าง 0.003 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปริมาตรของตัวอย่างต้องแน่นอน และเท่ากับปริมาตรของส่วนผสมสอบเทียบ จะได้โครมาโทแกรม ดังแสดงในรูปที่ 4

- 7.1.1 ตัวอย่างที่มีนออนแอโรแมติกหนักซึ่งรบกวนการหาค่าปริมาณแอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอมขึ้นไป ดังจะเห็นได้จากโครมาโทแกรมโดยพีกกลับของนออนแอโรแมติก ไม่กลับมากอยู่ที่เส้นฐานภายในเวลา T_1 ถ้าใช้เครื่องตรวจหาชนิดเส้นใยโลหะนำความร้อนเดี่ยว พิกของนออนแอโรแมติกจะมีค่าบวก ดังนั้นในการหาปริมาณแอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอมขึ้นไป จะกำหนดเวลา T_{1a} และ T_{2a} ซึ่งสามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างเดียวกันเป็นครั้งที่ 2 เพื่อหาปริมาณของแอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอมขึ้นไป เพียงอย่างเดียว
- 7.1.2 กำหนดเวลา T_{1a} โดยฉีดส่วนผสมสอบเทียบเมื่อวาล์วอยู่ในตำแหน่งไหลตามทาง และเครื่องตรวจหาอยู่ที่ขั้ว B ถ้าใช้เครื่องตรวจหาชนิดเส้นใยโลหะนำความร้อนเดี่ยว ให้ควบคุมสัญญาณจากเครื่องตรวจหา B จับเวลาที่ส่วนผสมของโซลินเริ่มถูกไล่ออกมา เป็นวินาที หักลบเวลาที่บันทึกได้ออก 6 วินาที คือ T_{1a}
- 7.1.3 ฉีดส่วนผสมสอบเทียบเมื่อเครื่องตรวจหาอยู่ที่ขั้ว A ถ้าใช้เครื่องตรวจหาชนิดเส้นใยโลหะนำความร้อนเดี่ยว ให้ควบคุมสัญญาณจากเครื่องตรวจหา A ที่เวลา T_{1a} ลับวาล์วไปยังที่ตำแหน่งไล่อ้อนกลับ เมื่อพิกของ ออร์โท-โซลิน กลับมากอยู่ที่เส้นฐานลับวาล์วไปยังที่ตำแหน่งไหลตามทางคือ T_{2a} ดังแสดงในรูปที่ 5
- 7.1.4 ถ้าพิกของนออนแอโรแมติกในตัวอย่างที่มีนออนแอโรแมติกหนักกลับมากอยู่ที่เส้นฐานก่อนเวลา T_{1a} แสดงว่า สามารถหาปริมาณแอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอมขึ้นไปได้จากการวิเคราะห์ครั้งที่ 2 นี้ แต่ถ้าพิกของนออนแอโรแมติกไม่กลับมากอยู่ที่เส้นฐาน แสดงว่าไม่สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอมขึ้นไป

7.2 การวัดพื้นที่ใต้พิก

วัดพื้นที่ใต้พิกของเบนซิน โทลูอีน แอโรแมติกที่มีคาร์บอน 8 อะตอม และแอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอมขึ้นไป เช่นเดียวกับข้อ 6.2.3

8. วิธีค้ำนวณ

- 8.1 ค้ำนวณห้าปริมาตรของอ่งค้ประกอบแอโรแมตริกแต่ละชนิดหรือหุ้มแอโรแมติกเป็นร้อยละ จากสูตร
ปริมาตรของแ่ละอ่งค้ประกอบ เป็นร้อยละโดยปริมาตร = FA
เมื่อ F คือ ค้าคการตอบสนองของอ่งค้ประกอบข้อ 6.2.3
A คือ พื้นที่ได้พิทของแ่ละอ่งค้ประกอบ

9. การรายงานผล

- 9.1 รายงานความเช้้นของแอโรแมติกแต่ละชนิดหรือหุ้มแอโรแมติก เป็นร้อยละโดยปริมาตร ให้ละเอียดถึง 0.1
โดยปริมาตร

10. ความเที่ยงในการทดสอบ

ให้ใช้หลักเกณฑ์ต่อไปนี้สำหรับตัดสินความเช้ือถือได้ของผลการทดสอบที่อยู่ภายในขีดจ้ากัดความเช้ือมั่น
ร้อยละ 95

หมายเหตุ ความเที่ยงตามเกณฑ์ที่ก้าหนดได้จากการวัดพื้นที่ได้พิทด้วยเครื่องวัดคือเล็กทรอนิกส์ หรือคอมพิวเตอร์
ที่ติดตั้งอยู่กับเครื่องโครมาโทกราฟ

10.1 ความทวนซ้ำได้

ผลการทดสอบ 2 ครั้งติดต่อกัน โดยผู้ทดสอบคนเดียวกัน ตัวอย่างเดียวกัน ห้องทดสอบและเครื่องมือทดสอบ
เดียวกัน ในช่วงเวลาต่างกัันไม่มากกันภายใต้ภาวะการปฏิบัติงานคงที่ จะเช้ือถือได้เมื่อค้าที่ได้จากการทดสอบ
20 ค้า ผิดพลาดไม่เกิน 1 ค้า โดยผลการทดสอบนั้นแตกต่างกัันไม่เกินเกณฑ์ที่ก้าหนดต่อไปนี้

ร้อยละโดยปริมาตร

เบนซีน	0.171 x ค้าที่วัดได้
โทลูอีน	0.089
แอโรแมติกที่มีคาร์บอน 8 อะตอม	0.121
แอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอมขึ้นไป	0.092
แอโรแมติกรวม	0.078

10.2 ความท้าซ้ำได้

ผลการทดสอบซึ่งทำโดยผู้ทดสอบ 2 คน จากห้องทดสอบต่างกััน จะเช้ือถือได้เมื่อค้าที่ได้จากการทดสอบ 20
ค้า ผิดพลาดไม่เกิน 1 ค้า โดยผลการทดสอบนั้นแตกต่างกัันไม่เกินเกณฑ์ที่ก้าหนดต่อไปนี้

ร้อยละโดยปริมาตร

เบนซีน	0.408 x ค้าที่วัดได้
โทลูอีน	0.156
แอโรแมติกที่มีคาร์บอน 8 อะตอม	0.190
แอโรแมติกที่มีคาร์บอน 9 อะตอมขึ้นไป	0.196
แอโรแมติกรวม	0.141