



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۴۱۹۲
تجدید نظر دوم
۱۳۹۷

INSO
4192
2nd. Revision
2019

Identical with
ASTM D3237:
2017

فرآورده‌های نفتی – اندازه‌گیری سرب در
بنزین به روش طیف‌سنجی جذب اتمی

Petroleum products – measurement of lead
in gasoline by Atomic absorption
spectroscopy

ICS: 75.160.20

استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۹۲ (تجدیدنظر دوم) : سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران 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 منصفانه 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 مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

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

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (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 کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه 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 عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری سرب در بنزین به روش طیف‌سنجی جذب اتمی»

رئیس:

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

سرپرست اداره امور آزمایشگاه‌ها - اداره کل استاندارد همدان

دبیر:

اسمعیلی طارم‌سری، معصومه
(دکتری شیمی فیزیک)

کارشناس - شرکت رویان پژوهان سینا

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابراهیمی، مهرداد
(کارشناسی HSE)

مدیریت آموزش، ساخت و تجهیزات - شرکت مشاوران آزمای
نفت ایرانیان

احمدی، آزاده
(کارشناسی شیمی)

مدیر کنترل کیفیت - شرکت پتروپالایش کاسیان

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

کارشناس استاندارد - شرکت رویان پژوهان سینا

بیگلری، حسن
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس مسئول آزمایشگاه مرجع فراورده‌های نفتی، روانکارها -
پژوهشگاه استاندارد

حسینی، مجتبی
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

مدیر کنترل کیفیت - شرکت بندر آبادان ده هزار

رادی، پانته‌آ
(کارشناسی شیمی کاربردی)

کارشناس - اداره کل نظارت بر اجرای استاندارد

رضوی، سید محمد رامین
(کارشناسی ارشد MBA)

کارشناس - شرکت پخش فرآورده‌های نفتی

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

صنعتگر دلشاد، الهام (کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)	کارشناس - شرکت رویان پژوهان سینا
صیافی، سید محمد (کارشناسی شیمی)	مدیر کنترل کیفیت - شرکت پالایش الموت آبادان
قهرمانی، سهیلا (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)	رئیس آزمایشگاه جذب اتمی و ICP - پژوهشگاه صنعت نفت
کرم‌دوست، ساناز (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)	سرپرست فنی - شرکت کاسترول
موسوی داویجانی، پروین (کارشناسی ارشد شیمی آلی)	کارشناس - آزمایشگاه شیمی تجزیه راک
نوری بوشهری، حسین (کارشناسی مهندسی شیمی - پتروشیمی)	رئیس آزمایشگاه - شرکت نفت سپاهان
هاشمی، مهدی (دکتری شیمی تجزیه)	عضو هیئت علمی - دانشگاه بوعلی سینا همدان

ویراستار:

افتخاری دافچاهی، سمیه (کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)	کارشناس استاندارد - شرکت رویان پژوهان سینا
---	--

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ اهمیت و کاربرد
۲	۵ دستگاه
۳	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۷ نمونه‌برداری
۵	۸ واسنجی
۵	۹ روش اجرای آزمون
۵	۱۰ روش محاسبه
۶	۱۱ کنترل کیفیت
۶	۱۲ دقت و اریبی
۸	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) پایش کنترل کیفیت
۹	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری سرب در بنزین به روش طیف‌سنجی جذب اتمی» که نخستین بار در سال ۱۳۷۸ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یکصد و سی و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد تجهیزات و فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۷/۱۱/۰۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند 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 ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۹۲: سال ۱۳۹۲ می‌شود.

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

ASTM D3237: 2017, Standard Test Method for Lead in Gasoline by Atomic Absorption Spectroscopy

فراورده‌های نفتی – اندازه‌گیری سرب در بنزین به روش طیف‌سنجی جذب اتمی

هشدار – در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین میزان سرب کل موجود در بنزین در گستره غلظتی $2/5 \text{ mg/l}$ تا 25 mg/l ^۱ است.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D1193, Specification for Reagent Water

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب – مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه – ویژگی‌ها و روش‌های آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 3696: 1987 تدوین شده است.

2-2 ASTM D1368, Test Method for Trace Concentrations of Lead in Primary Reference Fuels (Withdrawn 1994)

2-3 ASTM D2550, Method of Test for Water Separation Characteristics of Aviation Turbine Fuels (Withdrawn 1989)

2-4 ASTM D3116, Test Method for Trace Amounts of Lead in Gasoline (Withdrawn 1994)

2-5 ASTM D4057, Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹: سال ۱۳۸۸، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فراورده‌های نفتی، با استفاده از استاندارد ASTM D4057: 1988 تدوین شده است.

2-6 ASTM D4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

۱- این گستره غلظتی معادل با 0.10 g Pb/US gal تا 0.10 g Pb/US gal است.

2-7 ASTM D6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

2-8 ASTM D6792, Practice for Quality Management Systems in Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants Testing Laboratories

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۵۹۳: سال ۱۳۹۴، فراورده‌های نفتی - سیستم کیفیت در آزمایشگاه‌های فراورده‌های نفتی و روان‌کننده‌ها - آزمایشگاه‌های آزمون - آیین کار، با استفاده از استاندارد ASTM D6792: 2013 تدوین شده است.

2-9 ASTM D7740, Practice for Optimization, Calibration, and Validation of Atomic Absorption Spectrometry for Metal Analysis of Petroleum Products and Lubricants

۳ اصول آزمون

۱-۳ نمونه بنزین با متیل ایزو بوتیل کتون رقیق می‌شود و ترکیبات آلکیل سرب به وسیله واکنش با ید و نمک آمونیوم نوع چهارم تثبیت می‌شوند. مقدار سرب نمونه به وسیله روش طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای در 283.3 nm با استفاده از محلول‌های استاندارد تهیه شده از کلرید سرب اندازه‌گیری می‌شود. با استفاده از این روش تمام ترکیبات آلکیل سرب پاسخ یکسانی نشان می‌دهند.

۲-۳ روش استفاده از طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای در استاندارد ASTM D7740 ارائه شده است.

۴ اهمیت و کاربرد

۱-۴ این روش آزمون برای اطمینان از انطباق مقادیر ناچیز سرب در مورد بنزین عاری از سرب استفاده می‌شود و مستقل از نوع آلکیل سرب است.

۵ دستگاه

۱-۵ طیف‌سنج جذب اتمی، با توانایی گسترش مقیاس و تنظیم مه‌پاش^۱، مجهز به یک مشعل شکافدار و محفظه پیش اختلاط برای استفاده با شعله هوا و استیلن.

۲-۵ بالن‌های حجمی، با گنجایش 50 ml ، 100 ml ، 250 ml و 1 l

۳-۵ پیپت‌ها، با گنجایش 2 ml ، 5 ml ، 10 ml ، 20 ml و 50 ml

۴-۵ میکروپیپت، با گنجایش $100 \mu\text{l}$

1- Nebulizer

۶ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۶ خلوص واکنشگرها، در طول تجزیه، فقط از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید، مگر اینکه نوع دیگری مشخص شده باشد. موادی با خلوص دیگر نیز ممکن است استفاده شوند، مشروط بر آنکه ابتدا معلوم شود که این مواد دارای خلوص کافی هستند تا کاربرد آن‌ها، بدون کاهش صحت اندازه‌گیری‌ها مجاز گردد.

۲-۶ خلوص آب، در طول تجزیه، به غیر از موارد مشخص شده، از آب نوع II یا III مطابق با ویژگی‌های استاندارد ASTM D1193 استفاده شود.

۳-۶ آلیکوات^۱ ۳۳۶ (تری‌کاپریل متیل آمونیوم کلراید)^۲

۴-۶ محلول آلیکوات ۳۳۶ در MIBK^۳ (۱۰٪ حجمی / حجمی)، ۱۰۰ ml آلیکوات ۳۳۶ (۸۸٫۰ g) را با MIBK به حجم ۱ l برسانید.

۵-۶ محلول آلیکوات ۳۳۶ در MIBK (۱٪ حجمی / حجمی)، ۱۰ ml آلیکوات ۳۳۶ (۸٫۸ g) را با MIBK به حجم ۱ l برسانید.

۶-۶ محلول ید، مقدار ۳ g کریستال ید را در تولوئن حل نموده و به حجم ۱۰۰ ml برسانید.

هشدار - محلول ید قابل اشتعال با بخارات مضر می‌باشد.

۷-۶ کلرید سرب ($PbCl_2$)

۸-۶ بنزین بدون سرب، بنزین حاوی سرب کمتر از ۱/۳۲ mg/l است^۴.

هشدار - بنزین بدون سرب به شدت قابل اشتعال می‌باشد. استنشاق آن مضر است. بخارات آن ممکن است باعث آتش سوزی شود.

یادآوری - یک راه برای تایید غلظت‌های سرب کم‌تر از ۱/۳۲ mgPb/l، مراجعه به استانداردهای ASTM D1368 و ASTM D3116 است. یک روش برای خالص‌سازی سوخت توربین‌های گازی در پیوست ت استاندارد ASTM D2550 ارائه شده است و می‌توان با استفاده از آن از بنزین با سرب کم، بنزین بدون سرب تهیه کرد.

1- Aliquat
2- Tricapryl methyl ammonium chloride
3- Methyl Isobutyl Ketone

۴- این مقدار معادل ۰/۰۰۵ گرم سرب بر گالن آمریکایی می‌باشد.

۹-۶ محلول استاندارد سرب ($1/32 \text{ gPb/l}$)، در یک بالن حجمی 250 ml ، مقدار 0.4433 g سرب کلرید (PbCl_2) را که از قبل در دمای 105°C به مدت 3 h خشک شده است با حدود 200 ml محلول 10% آلکوات $336/\text{MIBK}$ حل کنید و تا خط نشانه با محلول 10% آلکوات رقیق کرده و مخلوط نمایید. سپس محلول حاصل را در یک بطری قهوه‌ای با درب پلی‌اتیلنی نگهداری کنید. این محلول حاوی $1321 \mu\text{gPb/ml}$ است.

۱۰-۶ محلول استاندارد سرب (264 mgPb/l)، با استفاده از یک پیپت، به دقت مقدار 50.0 ml محلول $1/32 \text{ gPb/l}$ را به یک بالن حجمی 250 ml منتقل کنید و با محلول 1% آلکوات MIBK تا خط نشانه رقیق کنید. سپس محلول حاصل را در یک بطری قهوه‌ای با درب پلی‌اتیلنی نگهداری کنید.

۱۱-۶ محلول‌های استاندارد سرب ($5/3 \text{ mgPb/l}$ ، $13/2 \text{ mgPb/l}$ و $26/4 \text{ mgPb/l}$)، با استفاده از یک پیپت، به دقت مقادیر 2.0 ml ، 5.0 ml و 10.0 ml محلول 264 mgPb/l را به بالن‌های حجمی 100 ml منتقل کنید. 5.0 ml از محلول 1% آلکوات 336 را به هر بالن اضافه کرده و سپس آن‌ها را تا خط نشانه با MIBK رقیق کنید. محلول‌ها را به خوبی مخلوط کرده و آن را در یک بطری با درب پلی‌اتیلنی نگهداری کنید.

۱۲-۶ متیل ایزوبوتیل کتون (MIBK)، (۴- متیل-۲- پنتانول)

۱۳-۶ نمونه کنترل کیفیت (QC)^۱، به طور ترجیحی قسمت‌هایی از یک یا چندین مایع نفتی است که پایدار بوده و نماینده نمونه‌های موردنظر می‌باشد. نمونه‌های QC می‌تواند برای صحت‌گذاری فرایند آزمون همانطور که در بند ۱۱ شرح داده شده، استفاده شود.

۷ نمونه‌برداری

۱-۷ نمونه برداری باید با استانداردهای ASTM D4057 یا ASTM D4177 مطابقت داشته باشد.

۲-۷ نمونه‌ها را در یک ظرف فلزی با آب‌بندی مناسب جمع‌آوری کرده و در شرایط دمایی ثابت قبل از آزمون نگهداری کنید.

۸ واسنجی^۲

۱-۸ تهیه استانداردهای کاری، با استفاده از محلول‌های استاندارد سرب شرح داده شده در زیربند ۱۱-۶، سه محلول استاندارد کاری و یک نمونه شاهد (بدون حضور گونه مورد اندازه‌گیری) با غلظت‌های $5/3 \text{ mgPb/l}$ ، $13/2 \text{ mgPb/l}$ و $26/4 \text{ mgPb/l}$ آماده کنید.

1- Quality Control
2- Calibration

۸-۱-۱ به هر یک از چهار بالن حجمی ۵۰ ml، که محتوی ۳۰ ml محلول MIBK می‌باشد، ۵/۰ ml محلول استاندارد سرب با غلظت کم و ۵/۰ ml بنزین عاری از سرب اضافه کنید. برای نمونه شاهد، تنها ۵/۰ ml بنزین عاری از سرب اضافه کنید.

۸-۱-۲ با استفاده از میکروپیپت ۱۰۰ μ l، بلافاصله ۰/۱ ml محلول ید/تولون را اضافه کرده و به خوبی مخلوط کنید و اجازه دهید برای یک دقیقه واکنش انجام شود.

۸-۱-۳ ۵ ml محلول ۱٪ آلکوات ۳۳۶ را اضافه کرده و با MIBK تا خط نشانه رقیق کنید.

۸-۲ آماده سازی دستگاه، دستگاه جذب اتمی را برای اندازه گیری سرب در ۲۸۳/۳ nm تنظیم کنید. با استفاده از نمونه شاهد، نسبت مخلوط گاز و سرعت مکش نمونه را طوری تنظیم کنید که یک شعله اکسیدکننده با رنگ آبی روشن به دست آید.

۸-۲-۱ استاندارد کاری ۲۶/۴ mgPb/l را به دستگاه اسپری کنید و موقعیت مشعل را برای حصول بیشترین پاسخ (جذب) تنظیم کنید. برخی دستگاه‌ها به منظور ایجاد نقاط جذب بین غلظت‌های ۰/۱۵۰ تا ۰/۱۷۰ به استفاده از گسترش مقیاس نیاز دارند.

۸-۲-۲ نمونه شاهد را برای صفر کردن دستگاه اسپری کنید و بررسی کنید که جذب سه نمونه استاندارد کاری خطی باشد.

۹ روش اجرای آزمون

۹-۱ در یک بالن حجمی ۵۰ ml، محتوی ۳۰ ml از MIBK، ۵/۰ ml نمونه بنزین اضافه کرده و مخلوط کنید.

۹-۱-۱ ۰/۱۰ ml (۱۰۰ μ l) محلول ید/تولون اضافه کرده و اجازه دهید تا مخلوط حدود ۱ min واکنش دهد.

۹-۱-۲ ۵ ml محلول ۱٪ آلکوات ۳۳۶ / MIBK اضافه کرده و مخلوط کنید.

۹-۱-۳ سپس آن را تا خط نشانه با MIBK رقیق کرده و مخلوط کنید.

۹-۲ نمونه و استاندارد کاری را اسپری کنید و با کنترل مکرر نقطه صفر، مقادیر جذب را ثبت نمایید.

۱۰ روش محاسبه

۱۰-۱ نمودار جذب را بر حسب غلظت مشخص استانداردهای کاری رسم کنید و غلظت نمونه‌ها را از روی نمودار بخوانید.

۱۰-۲ در صورتی که دستگاه جذب اتمی دارای نرم افزار باشد، می توان از آن برای محاسبات فوق استفاده کرد.

۱۱ کنترل کیفیت

۱۱-۱ کارایی دستگاه یا روش آزمون را با استفاده از نمونه کنترل کیفیت (QC) تایید کنید (به زیربند ۶-۱۳ مراجعه شود).

۱۱-۱-۱ در صورتی که دستورالعمل های QC/QA ارزیابی کیفیت، در ارتباط با تسهیلات انجام آزمون وجود داشته باشند، می توان از آن ها برای تایید قابلیت اطمینان نتایج آزمون استفاده کرد.

۱۱-۱-۲ در صورتی که دستورالعمل های QC/QA ارزیابی کیفیت، در ارتباط با تسهیلات انجام آزمون وجود نداشته باشند، پیوست الف می تواند به عنوان سیستم QC/QA مورد استفاده قرار بگیرد. یادآوری- برای اطلاعات بیشتر در مورد QA/QC به استاندارد ASTM D6792 مراجعه شود.

۱۲ دقت و اریبی

۱۲-۱ دقت، دقت این روش آزمون از بررسی آماری نتایج آزمون های بین آزمایشگاهی به شرح زیر به دست آمده است:

۱۲-۱-۱ تکرار پذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون متوالی به دست آمده توسط یک آزمایشگر با استفاده از دستگاه یکسان، تحت شرایط ثابت با مواد مورد آزمون یکسان، در مدت طولانی و انجام روش به طور صحیح و معمول، فقط در یک مورد از هر ۲۰ مورد آزمون می تواند بیشتر از ۱/۳ mg/l (۰/۰۵ g/US gal) باشد.

۱۲-۱-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مجزا و مستقل به دست آمده به وسیله دو آزمایشگر مختلف که در دو آزمایشگاه متفاوت با مواد مورد آزمون یکسان، در مدت طولانی و انجام روش به طور صحیح و معمول، فقط در یک مورد از هر ۲۰ مورد آزمون می تواند بیشتر از ۲/۶ mg/l (۰/۰۱ g/US gal) باشد.

۱۲-۲ اریبی، خطای این روش آزمون توسط دو آزمایشگاه مجزا با آزمون مواد مرجع استاندارد مشخص شده است.

جدول ۱- مقدار اریبی

نتایج مشاهده شده g /US gal		سرب گواهی شده g /US gal	کد نمونه
آزمایشگاه ۲	آزمایشگاه ۱		
۰/۰۳۴ ۰/۰۳۳	۰/۰۳۲ ۰/۰۳۳	۰/۰۳۱	SRM 2712
۰/۰۵۰ ۰/۰۵۱	۰/۰۵۱ ۰/۰۵۴	۰/۰۵۲	SRM 2713
	۰/۰۷۷ ۰/۰۷۹	۰/۰۷۵	SRM 2714

نتایج به دست آمده در محدوده تکرارپذیری روش آزمون است و هیچ اریبی را نشان نمی دهد.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

پایش کنترل کیفیت

- الف-۱** کارایی دستگاه یا روش آزمون را با آزمون نمونه(های) کنترل کیفیت (QC) تایید کنید.
- الف-۲** قبل از پایش فرایند اندازه‌گیری، آزمون‌گر نیاز دارد تا مقدار میانگین و محدوده کنترل نمونه QC را مشخص کند (به استاندارد ASTM D6299 مراجعه شود)
- الف-۳** نتایج QC را ثبت کرده و با نمودارهای کنترلی یا سایر تکنیک‌های آماری معادل، وضعیت کنترل آماری آزمون کل فرایند را مشخص کنید (به استاندارد ASTM D6299 مراجعه شود). داده‌های خارج از محدوده را برای یافتن علت اصلی، بررسی کنید. نتایج این بررسی ممکن است (نه لزوماً) منتج به کالیبراسیون مجدد دستگاه شود.
- الف-۴** تکرار آزمون QC بستگی به حساسیت کیفیت اندازه‌گیری، ثبات فرایند آزمون و الزامات مشتری دارد. عموماً نمونه QC در هر روز کاری با نمونه‌های معمول باید مورد آزمون قرار گیرد. اگر تعداد زیادی نمونه به طور معمول آزمون می‌شود، باید تعداد تکرار آزمون QC افزایش یابد. با این وجود هنگامی که مشخص شود آزمون تحت کنترل آماری است ممکن است تکرار آزمون QC کاهش یابد. توصیه می‌شود دقت نمونه QC در برابر دقت این روش آزمون، کنترل شود تا از کیفیت داده‌ها اطمینان حاصل شود (به استاندارد ASTM D6299 مراجعه شود).
- الف-۵** توصیه می‌شود که در صورت امکان، نوع نمونه QC که به طور منظم آزمون می‌شود، نماینده موادی باشد که به طور معمول آزمون می‌شوند. توصیه می‌شود ذخیره کافی از مواد نمونه QC برای دوره زمانی مورد نظر موجود باشد و باید تحت شرایط نگهداری، همگن و پایدار باشد.
- الف-۶** برای راهنمایی بیشتر در مورد QC و فنون نمودارهای کنترلی [۱] مراجعه شود.

کتابنامه

- [1] ASTM MNL 7, Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis, 6th Ed., Section 3, ASTM International, W. Conshohocken, PA.