



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۴۷۲

چاپ اول

مرداد ۱۳۹۲

INSO

16472

1st. Edition

Jul.2013

مواد نفتی سوختی - تعیین آلومینیوم و  
سیلیسیم به وسیله طیفسنجی نشر اتمی  
پلاسمای جفت شده القایی و طیفسنجی  
جذب اتمی - روش آزمون

**Fuel Oils - Determination of aluminum and  
silicon in fuel oils by Inductively coupled  
plasma atomic emission spectrometry and  
atomic absorption spectrometry –  
Test method**

ICS:75.160.20

## 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 پیشنهادات 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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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

« مواد نفتی سوختی - تعیین آلومینیوم و سیلیسیم به وسیله طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای

جفت شده القایی و طیف‌سنجی جذب اتمی - روش آزمون »

### رئیس:

احمدی، حاجی رضا

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

### دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

### سمت و / یا نمایندگی

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

شرکت رویان پژوهان سینا

### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

حکمتیان، علی اصغر

(کارشناسی شیمی)

شرکت نگین طیف پارس

ردائی، احسان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

صفدری، علیرضا

(کارشناسی شیمی کاربردی)

منطقه ویژه اقتصادی شرکت پتروشیمی مارون

فرهادی، ذکریا

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت فراپل جم

عندلیبی، مریم

(کارشناس شیمی)

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه

مهجوب، کتایون

(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

اداره کل استاندارد استان همدان

هاشمی، مهدی

(دکتری شیمی تجزیه)

عضو هیئت علمی دانشگاه بوعلی سینای همدان

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۳	۵ وسایل
۳	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۵	۷ آماده‌سازی نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)
۵	۸ نمونه‌برداری
۵	۹ آماده‌سازی نمونه
۵	۱۰ آماده‌سازی آزمون
۷	۱۱ آماده‌سازی محلول‌های واسنجی
۷	۱۲ روش آزمون الف- طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی
۸	۱۳ واسنجی ICP
۸	۱۴ روش انجام آزمون
۹	۱۵ روش آزمون ب- طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای
۱۰	۱۶ روش انجام آزمون
۱۱	۱۷ محاسبات
۱۱	۱۸ کنترل کیفیت
۱۲	۱۹ بیان نتایج
۱۲	۲۰ دقت و انحراف
۱۴	پیوست الف (اطلاعاتی) کنترل کیفیت
۱۵	پیوست ب (اطلاعاتی) کتابنامه

## پیش‌گفتار

استاندارد " مواد نفتی سوختی - تعیین آلومینیوم و سیلیسیم به وسیله خاکسترسازی، ذوب، طیفسنجی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی و طیفسنج جذب اتمی - روش آزمون " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت رویان پژوهان سینا تهیه و تدوین شده و در یک‌هزار و یازدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۱/۱۱/۱ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک 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.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D 5184-12: Standard Test Methods for Determination of Aluminum and Silicon in Fuel Oils by Ashing, Fusion, Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry, and Atomic Absorption Spectrometry

# مواد نفتی سوختی - تعیین آلومینیوم و سیلیسیم به وسیله طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی و طیف‌سنجی جذب اتمی - روش آزمون

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن به عهده کاربر این استاندارد است

## ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین مقدار آلومینیوم و سیلیسیم به دو روش، طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی<sup>۱</sup> (ICP-AES) (روش الف) و طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای (FAAS)<sup>۲</sup> (روش ب)، می‌باشد.

این استاندارد برای تعیین آلومینیوم و سیلیسیم در گستره‌ی به ترتیب ۵ mg/kg و ۱۵۰ mg/kg و ۱۰ mg/kg و ۲۵۰ mg/kg در مواد نفتی سوختی کاربرد دارد.

**یادآوری ۱-** ذرات کاتالیزور موجود در مواد نفتی سوختی می‌توانند موجب سایش غیر عادی موتور شود. این استاندارد روش تعیین آلومینیوم و سیلیسیم که از اجزای اصلی کاتالیزورها هستند را ارائه می‌کند.

**یادآوری ۲-** مقادیر بیان شده بر حسب واحدهای SI به عنوان استاندارد در نظر گرفته می‌شوند. مقادیر داده شده در پرانتز فقط برای اطلاعات بیشتر 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.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر 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:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، فرآورده‌های نفتی - روش‌های نمونه‌برداری

2-3 ASTM D 4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-4 ASTM D 6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to

1- Inductively coupled plasma (ICP) atomic emission spectrometry

2- Flame atomic absorption spectrometry

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

#### طیف‌سنجی نشری

به استاندارد بند ۲-۵ مراجعه شود.

۲-۳

#### واسنجی<sup>۱</sup>

فرایندی که در آن نسبت بین شدت سیگنال و غلظت عنصری برای تجزیه‌ی یک عنصر مشخص، تعیین می‌شود.

۳-۳

#### استاندارد کنترلی

برای ارزیابی فرایند اندازه‌گیری در واسنجی، نتایج حاصل از اندازه‌گیری دوره‌ای این استاندارد به طور نمونه بر روی نمودار کنترل، رسم می‌شود.

### ۴ اصول آزمون

۱-۴ وزنی از یک نمونه‌ی همگن در یک ظرف پلاتینی تمیز حرارت داده می‌شود. مواد قابل احتراق با سوختن حذف شده و در نهایت کربن در کوره مافلی در دمای  $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$  حذف می‌شود. باقی‌مانده با استفاده از کمک ذوب لیتیم تترابورات/لیتیم فلوراید ذوب می‌شود. مخلوط ذوب شده در محلول تارتاریک اسید و هیدروکلریک اسید هضم و تا حجم مشخصی با آب رقیق می‌شود. محلول حاصل به داخل پلاسمای جفت شده القایی مه‌پاش شده<sup>۲</sup> و شدت‌های تابش نشر شده در طول موج‌های آلومینیوم و سیلیسیم اندازه‌گیری می‌شوند. همچنین محلول‌های واسنجی مه‌پاش و شدت‌های آلومینیوم و سیلیسیم برای مقایسه، اندازه‌گیری می‌شوند.

در روش دیگر (روش ب) محلول حاصل به داخل طیف‌سنج جذب اتمی شعله‌ای مه‌پاش و شدت‌های جذب آلومینیوم و سیلیسیم اندازه‌گیری می‌شوند. همچنین محلول‌های استاندارد واسنجی مه‌پاش و شدت‌های جذب آلومینیوم و سیلیسیم برای مقایسه، اندازه‌گیری می‌شوند (برای اطلاعات بیشتر به [۲] و [۳] مراجعه کنید).

---

1- Calibration

2- Aspirated

## ۵ وسایل

- ۱-۵ ترازو، با قابلیت اندازه‌گیری تا ۰٫۱ mg و ظرفیت ۱۵۰ g.
- ۲-۵ طیف‌سنج نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی، طیف‌سنج ترتیبی یا همزمان مجهز به مشعل<sup>۱</sup> ICP و یک مولد رادیو فرکانس جهت تشکیل پلاسمای پایدار مناسب است.
- ۳-۵ طیف‌سنج جذب اتمی، مجهز به لامپ‌های کاتد توخالی تلفیقی یا دیگر منابع نوری برای عناصر آلومینیوم و سیلیسیم، مشعل گاز نیتروژن مونواکسید/ استیلن، آشکارساز و سامانه ثبت مناسب.
- ۴-۵ همگن‌ساز، غیر هواده، مخلوط‌کن برشی سرعت بالا جهت همگن ساختن نمونه.
- یادآوری- حمام اولتراسونیک و همگن‌سازهای از نوع درگاه<sup>۲</sup> اولتراسونیک در این روش آزمون مورد استفاده قرار نگرفته‌اند.
- ۵-۵ کوره الکتریکی مافلی، با قابلیت نگهداری دما در  $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$  و  $(925 \pm 25)^\circ\text{C}$ .
- ۶-۵ صفحه داغ الکتریکی، با همزن مغناطیسی یا بدون همزن مغناطیسی.
- ۷-۵ گرمخانه، با قابلیت نگهداری دما در  $50^\circ\text{C}$  تا  $60^\circ\text{C}$ .
- ۸-۵ استوانه‌های مدرج، ۱۰ ml، ۲۵ ml، ۵۰ ml و ۱۰۰ ml.
- ۹-۵ پیت‌ها، ۱ ml، ۲ ml، ۵ ml، ۱۰ ml، ۲۰ ml و ۲۵ ml.
- ۱۰-۵ ظرف پلاتینی، با ظرفیت ۱۰۰ ml، تمیز شده با کمک ذوب پتاسیم هیدروژن سولفات.
- ۱۱-۵ بالن‌های حجم‌سنجی، ۱۰۰ ml و ۱۰۰۰ ml.
- یادآوری- همه ظروف شیشه‌ای باید برای کمینه کردن میزان آلودگی، به دقت با هیدروکلریک اسید (۱+۱) تمیز و به خوبی با آب آبکشی شوند. استفاده از محلول تمیز کننده کرومیک اسید پیشنهاد نمی‌شود.
- ۱۲-۵ بوتله زیرکونیوم، دارای درپوش و ظرفیت ۳۰ ml تا ۵۰ ml.

## ۶ مواد و/یا واکنشگرها

در تمام آزمون‌ها باید از مواد و واکنشگرهایی با درجه‌ی تجزیه‌ای استفاده شود. ممکن است از درجه‌های دیگر نیز استفاده شود به شرط آنکه خلوص ماده به حد کافی بالا باشد تا کاهش در صحت اندازه‌گیری صورت نگیرد.

- ۱-۶ خلوص آب، آب مورد استفاده باید با آب درجه ۲ استاندارد بند ۲-۱ مطابق باشد.
- ۲-۶ کمک ذوب، مخلوط ۹۰٪ لیتیم تترابورات و ۱۰٪ لیتیم فلوراید.
- یادآوری- لیتیم فلوراید برای جلوگیری از خوردگی ظروف پلاتینی با فلزات سنگین و کاهش دمای ذوب لازم است.



۳-۶ هیدروکلریک اسید، ۳۶٪ (کسر جرمی).

۴-۶ پتاسیم هیدروژن سولفات، کمک ذوب

۵-۶ ۲- پروپانول (ایزوپروپیل الکل)

هشدار - قابل اشتعال بوده و در هنگام تبخیر تا نزدیک به خشک شدن ممکن است منفجر شود.

۶-۶ محلول‌های استاندارد آبی

۱-۶-۶ محلول‌های استاندارد آلومینیوم

از محلول‌های استاندارد آماده به مصرف استفاده کنید یا استاندارد را از سیم آلومینیومی تهیه کنید.

۱-۱-۶-۶ محلول آلومینیوم آبی (۱۰۰۰ mg/l)، استاندارد آماده به مصرف

۲-۱-۶-۶ محلول آلومینیوم (۱۰۰۰ mg/l)

طول دلخواهی از سیم آلومینیوم با کمینه خلوص ۹۹/۹۹٪ را برش دهید (سیم آلومینیوم با قطر ۲ mm رضایت بخش است). طولی از سیم آلومینیومی با اندازه‌ی تقریبی ۰/۱ cm اندازه‌گیری کرده و تا تقریب ۰/۰۱ g وزن کنید. کسر جرم بر سانتی‌متر را برای سیم آلومینیوم تعیین کرده و طولی از سیم آلومینیومی را که وزنش کمی بیشتر از ۱/۰۰۰ g باشد را برش دهید. اضافی سیم را تا مادامی که جرم  $g (1,000 \pm 0,005)$  شود، برش دهید. سیم آلومینیوم را در ۵۰ ml هیدروکلریک اسید غلیظ حل و به آرامی حرارت دهید. سپس خنک کرده و محلول را به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل و تا خط نشانه با آب رقیق کنید.

۲-۶-۶ محلول‌های استاندارد سیلیسیم

یک محلول استاندارد آبی آماده به مصرف تهیه کنید و یا استاندارد را از سیلیسیم‌دی‌اکسید تهیه کنید.

۱-۲-۶-۶ محلول سیلیسیم آبی (۱۰۰۰ mg/l)، استاندارد آماده به مصرف

۲-۲-۶-۶ محلول سیلیسیم (۱۰۰۰ mg/l)

با استفاده از بوته زیرکونیوم درب‌دار  $g (2,140 \pm 0,107)$  سیلیسیم‌دی‌اکسید (خلوص ۹۹/۹۹٪) را با ۸ g سدیم هیدروکسید تا مادامی که ماده ذوب شده شفاف بدست آید، ذوب کنید. خنک و سپس ماده ذوب شده را در ۱۰۰ ml محلول هیدروکلریک اسید (۱+۲) (یک قسمت هیدروکلریک اسید را با ۲ حجم آب مخلوط کنید) حل کرده و سپس این محلول را به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل و تا خط نشانه با آب رقیق کنید. به سرعت محتوای بالن را به یک بطری پلاستیکی منتقل کنید.

۷-۶ محلول تارتاریک اسید/ هیدروکلریک اسید

۵ g تارتاریک اسید را در حدود ۵۰۰ ml آب اسیدی شده با ۴۰ ml هیدروکلریک اسید غلیظ حل کنید و سپس تا حجم ۱۰۰۰ ml با آب رقیق کنید.

۸-۶ محلول تولوئن/۲- پروپانول (۱+۱)

یک حجم تولوئن را با یک حجم ۲- پروپانول مخلوط کنید.

## ۹-۶ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)

نمونه‌های کنترل کیفیت به طور ترجیحی از یک یا چند نوع ماده‌ی نفتی که از پایداری کافی برخوردار بوده و معرف نمونه‌های مورد آزمون باشند، تشکیل می‌شوند. این نمونه‌های QC را می‌توان به صورتی که در بند ۱۷ شرح داده شده برای بررسی صحت فرایند آزمون استفاده کرد.

## ۷ آماده‌سازی نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)

نمونه‌های کنترل کیفیت باید همانند نمونه مورد آزمون آماده شوند (بندهای ۸، ۹ و ۱۰).

## ۸ نمونه‌برداری

هدف از نمونه‌برداری، بدست آوردن نمونه‌ای است که بیانگر نمونه واقعی باشد. بنابراین نمونه‌های آزمایشگاهی را مطابق استانداردهای بند ۲-۲ و یا ۳-۲ بردارید. به عنوان مثال یک ظرف ۴ لیتری که تا حدود  $\frac{3}{4}$  آن پر شده باشد، رضایت‌بخش است.

## ۹ آماده‌سازی نمونه

### ۱-۹ همگن سازی

همگن سازی مواد نفتی سوختی در ظرف نمونه برای بدست آوردن یک آزمونه‌ی معرف (آزمونه‌ای که نماینده‌ی کل نمونه باشد)، بسیار مهم است.

هشدار- کوتاهی در اجرای روش همگن‌سازی ممکن است موجب بی اعتباری نتایج شود چون آزمونه‌های غیر معرفی حاصل خواهند شد که منجر به نتایج نادرست می‌شوند.

۲-۹ ظرف نمونه را در دمای  $50^{\circ}\text{C}$  تا  $60^{\circ}\text{C}$  در گرمخانه قرار دهید. ظرف نمونه را تا رسیدن دمای نمونه به دمای ذکر شده، در گرمخانه نگه‌دارید. میله‌ی همگن‌ساز با سرعت بالا را به نحوی که فاصله‌ی سر میله از کف ظرف نمونه در حدود ۵ mm باشد، غوطه‌ور کنید. نمونه را برای مدت زمان ۵ min مخلوط کنید.

## ۱۰ آماده‌سازی آزمونه

۱-۱۰ ظرف پلاتینی تمیز را با دقت نزدیک به ۰٫۱ g توزین کنید. به سرعت تا ۵۰ g نمونه‌ی به خوبی مخلوط شده (کمتر از ۲۰ g نباشد) را به ظرف پلاتینی منتقل کنید (به طور ترجیحی حاوی ۱٫۳ g آلومینیوم باشد)، دوباره ظرف پلاتینی و محتویات آن را تا نزدیک ۰٫۱ g توزین کنید تا وزن آزمونه به دست آید.

یادآوری- با توجه به اینکه غلظت دو عنصر سیلیسیم و آلومینیوم در مواد نفتی سوختی مشابه می‌باشند، جرم آزمونه پیشنهاد شده بر اساس محتوای آلومینیوم کافی است.

۱۰-۲ ظرف و محتویات آن را به آرامی بر روی شعله بوزن تا مادامی که نمونه شروع به سوختن کند حرارت دهید. محتویات ظرف را در این دما نگهداری کرده تا بیشتر مواد قابل احتراق حذف شده و تنها کربن و خاکستر باقی بماند.

**یادآوری-** اگر نمونه شامل مقادیر قابل توجهی رطوبت باشد کف و سرریز شدن می‌تواند باعث کاهش مواد شود. اگر چنین مواردی اتفاق بیفتد، نمونه را دور ریخته و قبل از گرما دادن به آزمونه‌ی تازه ۱ تا ۲ میلی لیتر ۲- پروپانول اضافه کنید. اگر این مقدار کافی نباشد ۱۰ ml مخلوط مساوی از تولوئن و ۲- پروپانول اضافه و به طور کامل مخلوط کنید. چندین کاغذ صافی بدون خاکستر را در مخلوط قرار داده و به آرامی گرم کنید. هنگامی که کاغذ صافی‌ها شروع به سوختن کنند، بخش بیشتری از آب حذف شده است.

۱۰-۳ ظرف و محتویات آن را در کوره مافلی در دمای  $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$  قرار دهید. تا مادامی که همه کربن حذف و فقط خاکستر باقی بماند، کوره را در این دما نگهداری کنید. ممکن است این فرایند بیش از ده ساعت در کوره مافلی به طول انجامد.

۱۰-۴ ظرف را تا دمای اتاق خنک کنید، سپس ۰/۴ گرم کمک ذوب را افزوده و با خاکستر مخلوط کنید. ظرف را در کوره قرار داده و در دمای  $(925 \pm 25)^\circ\text{C}$  برای مدت ۵ min نگهداری کنید. ظرف را برداشته و از تماس خاکستر با کمک ذوب اطمینان حاصل کنید. ظرف را در کوره قرار داده و در دمای  $(925 \pm 25)^\circ\text{C}$  برای مدت ۱۰ min نگهداری کنید.

۱۰-۵ ظرف را بردارید و سپس مذاب را تا رسیدن به دمای اتاق خنک کنید. ۵۰ ml محلول تارتاریک اسید / هیدروکلریدریک اسید را اضافه کنید. ظرف و محتویات آن را بر روی صفحه داغ قرار داده و تا دمای تقریبی  $80^\circ\text{C}$  نگهداری کنید. تا انحلال مذاب، حرارت دهید.

**هشدار-** تبخیر مقادیر قابل توجهی از مایع ممکن است سبب تشکیل رسوب نامحلولی از سیلیس شود که منجر به نتایج نادرست می‌شود.

**یادآوری-** ممکن است برای انحلال کامل مذاب و حصول محلول، حرارت دادن طولانی مدت لازم باشد. هم زدن یا استفاده از هم‌زن مغناطیسی به سرعت انحلال مذاب کمک می‌کند.

۱۰-۶ اجازه دهید محلول سرد شود و سپس آن را همراه با آب به بالن حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. ظرف را چندین مرتبه شستشو داده و از انتقال کامل آن اطمینان حاصل کنید. با آب تا خط نشانه به حجم رسانده و سپس به بطری پلاستیکی منتقل کنید.

**یادآوری-** به دلیل اینکه در اثر انحلال کمک ذوب، محلول اسیدی رقیق حاوی فلئوئوریک اسید حاصل می‌شود، انتقال محلول آزمون به بطری پلاستیکی مطلوب است. آزمون‌های نگهداری نشان می‌دهند که در کوتاه مدت (تا یک هفته) حمله قابل توجه به ظروف شیشه‌ای رخ نمی‌دهد و غلظت یون فلورید محلول از ۵ mg/l بیشتر نمی‌شود.

## ۱۱ آماده‌سازی محلول‌های واسنجی

### ۱-۱۱ محلول شاهد

محلول شاهدی که تنها حاوی  $0.4$  g ماده کمک ذوب و  $50$  ml محلول تارتاریک اسید/ هیدروکلریک اسید باشد را تهیه و آن را تا حجم  $100$  ml رقیق کنید و سپس به بطری پلاستیکی منتقل کنید.

### ۲-۱۱ محلول آلومینیوم

یک محلول کاری آلومینیوم  $250$  mg/l را با رقیق کردن  $25$  ml محلول استاندارد  $10000$  mg/l با آب تا حجم  $100$  ml تهیه کنید. به هر یک از  $4$  بالن حجم‌سنجی  $100$  میلی‌لیتری،  $0.4$  g ماده کمک ذوب و  $50$  ml محلول تارتاریک اسید/ هیدروکلریک اسید اضافه کنید. به ترتیب به هر یک از بالن‌ها  $2$  ml،  $4$  ml،  $10$  ml و  $20$  ml محلول کاری آلومینیوم  $250$  mg/l را افزوده و با آب تا حجم  $100$  ml رقیق کنید. این محلول‌های واسنجی به ترتیب حاوی  $5$  mg/l،  $10$  mg/l،  $25$  mg/l و  $50$  mg/l آلومینیوم می‌باشند.

### ۳-۱۱ محلول سیلیسیم

یک محلول کاری سیلیسیم  $250$  mg/l را با رقیق کردن  $25$  ml محلول استاندارد  $10000$  mg/l با آب تا حجم  $100$  ml تهیه کنید. به هر یک از  $4$  بالن حجم‌سنجی  $100$  میلی‌لیتری،  $0.4$  g ماده کمک ذوب و  $50$  ml محلول تارتاریک اسید/ هیدروکلریک اسید اضافه کنید. به ترتیب به هر یک از بالن‌ها  $2$  ml،  $4$  ml،  $10$  ml و  $20$  ml محلول کاری سیلیسیم  $250$  mg/l را افزوده و با آب تا حجم  $100$  ml رقیق کنید. این محلول‌های واسنجی به ترتیب حاوی  $5$  mg/l،  $10$  mg/l،  $25$  mg/l و  $50$  mg/l سیلیسیم می‌باشند.

### ۴-۱۱ همه استانداردهای واسنجی را به بطری‌های پلاستیکی منتقل کنید.

**یادآوری** - هنگامی که دو عنصر آلومینیوم و سیلیسیم تعیین می‌شوند، جهت جلوگیری از مشکلات ناشی از معرف‌هایی که در آماده‌سازی محلول‌های استاندارد مذکور در بندهای ۶-۶-۱ و ۶-۶-۲ استفاده می‌شوند، محلول‌های واسنجی  $5$  mg/l تا  $50$  mg/l را می‌توان با یکدیگر ترکیب کرد.

## ۱۲ روش آزمون الف - طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی

### ۱-۱۲ آماده‌سازی دستگاه ICP

۱-۱-۱۲ دستگاه، برای راه‌اندازی و کار با دستگاه طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی از دستورالعمل سازنده آن استفاده کنید. اختلاف‌های طراحی بین دستگاه‌ها، منبع تحریک ICP و تفاوت در طول موج‌های گزینش شده مختلف برای طیف‌سنج‌های مجزا تعیین جزئیات شرایط عملکردی مورد نیاز را غیر عملی می‌سازد.

۱-۲-۱ پمپ پرستالتیک، در صورتی که از پمپ پرستالتیک استفاده می‌شود، لوله‌های پمپ را بازرسی و در صورت لزوم قبل از شروع به کار تعویض کنید. سرعت مکش محلول را بررسی و سرعت مطلوب را تنظیم کنید.

۱۲-۱-۳ منبع تحریک ICP، را حداقل ۳۰ min قبل از اجرای تجزیه روشن کنید. در طی گرم شدن آب را مه پاش کنید.

۱۲-۱-۴ نمایش طول موج، هر نمودار طول موجی که در عملکرد معمولی دستگاه مشخص شده است را اجرا کنید.

۱۲-۱-۵ پارامترهای عملکردی، پارامترهای عملکردی مناسب را طوری اختصاص دهید که بتوان عناصر مورد نظر را تعیین کرد. این پارامترها عبارتند از عناصر، طول موجها، نقاط تصحیح زمینه (اختیاری)، ضرایب تصحیح بین عنصری (اختیاری)، زمان انتگرال گیری و انتگرال گیری های چندتایی.

### ۱۳ واسنجی ICP

۱۳-۱ یک واسنجی ۵ نقطه‌ای شامل شاهد و استانداردهای واسنجی را در ابتدای تجزیه‌ی هر دسته از آزمون‌ها اجرا کنید. برای بررسی کالیبره بودن هر عنصر، از استاندارد کنترلی استفاده کنید. هنگامی که نتایج بدست آمده از استاندارد کنترلی در محدوده ۵٪ غلظت‌های مورد انتظار برای هر عنصر باشد، تجزیه آزمون را انجام دهید. در غیر این صورت تنظیمات مورد نیاز دستگاه را انجام داده و دوباره واسنجی را تکرار کنید.

۱۳-۲ به عنوان جایگزین، یک واسنجی ۲ نقطه‌ای شامل محلول شاهد و غلیظ‌ترین محلول استاندارد واسنجی را اجرا کنید. همانند بند ۱۳-۱ از استاندارد کنترلی استفاده کنید.

### ۱۴ روش انجام آزمون

#### ۱-۱۴ روش ICP

#### ۱-۱-۱۴ تجزیه آزمون

محلول‌های آزمون (به بخش ۱۰ مراجعه کنید) را همانند استانداردهای واسنجی (با زمان انتگرال‌گیری، نقاط تصحیح زمینه، شرایط پلازما و غیره یکسان) تجزیه کنید. مشعل پلازما را در بین آزمون‌ها با مه پاش کردن آب برای مدت زمان ۱۰ S شستشو دهید. اگر غلظت‌های محلول آلومینیوم و سیلیسیم در محلول آزمون بیشتر از گستره واسنجی باشد، محلول آزمون را با محلول شاهد رقیق کنید تا در گستره استانداردهای واسنجی قرار گیرد.

#### ۲-۱۴ تجزیه استاندارد کنترلی

بعد از هر ۵ نمونه، استاندارد کنترلی را تجزیه کنید. اگر غلظت در محدوده‌ی ۵٪ غلظت‌های مورد انتظار قرار نداشته باشد، اقدامات اصلاحی را انجام داده واسنجی را تکرار کنید. محلول‌های نمونه‌ی بعد از آخرین استاندارد کنترلی قابل قبول را دوباره تجزیه کنید.

#### ۳-۱۴ محاسبات و گزارش

به بخش ۱۷ مراجعه کنید.

## ۱۵ روش آزمون ب- طیف سنجی جذب اتمی شعله‌ای

### ۱-۱۵ آماده سازی دستگاه AAS

۱-۱-۱۵ دستگاه، برای راه‌اندازی و کار با دستگاه طیف‌سنجی جذب اتمی از دستورالعمل سازنده آن استفاده کنید. اختلاف‌های طراحی بین دستگاه‌ها تعیین جزئیات شرایط عملکردی را غیر عملی می‌سازد.

۱-۱-۱-۱۵ روش‌های عملکردی صحیح برای اطمینان از اعتبار نتایج مورد نیاز است. بازگشت شعله می‌تواند باعث یک انفجار شود مگر آنکه سر مشعل، سرعت جریان گاز، مراحل روشن و خاموش کردن به درستی انجام شوند.

### ۲-۱-۱۵ تنظیمات برای تجزیه آلومینیوم

۱-۲-۱-۱۵ لامپ کاتد توخالی آلومینیوم را قرار داده و طیف‌سنج را در طول موج مشخص شده (به جدول ۱ مراجعه کنید) قرار دهید و کنترل طول موج را جهت حصول خروجی حداکثر تنظیم کنید.

#### جدول ۱- تنظیمات دستگاه برای آلومینیوم

طول موج، nm	۳۰۹٫۳
سوخت	استیلن
اکسنده	نیتروژن مونو اکسید
جریان لامپ	به توصیه سازنده

۲-۲-۱-۱۵ با استفاده از مشعل مناسب برای نیتروژن مونو اکسید / استیلن و مطابق با دستورالعمل سازنده آن، شعله‌ی نیتروژن مونو اکسید / استیلن را مشتعل کنید. استاندارد آلومینیوم (برای مثال ۲۵ mg/l) را به داخل شعله مه‌پاش کنید. ارتفاع مشعل، هم‌ترازی مشعل، سرعت جریان استیلن را برای حصول بیشترین جذب (یا کمینه عبور) تنظیم کنید. کنترل تقویت را برای حصول بیشترین تقویت در ناحیه‌ی کاری پیشنهادی طیف‌سنج، تنظیم کنید.

### ۳-۱-۱۵ تنظیمات برای تجزیه سیلیسیم

۱-۳-۱-۱۵ لامپ کاتد توخالی سیلیسیم را قرار داده و طیف‌سنج را در طول موج مشخص شده (به جدول ۲ مراجعه کنید) جهت خروجی حداکثر تنظیم کنید.

#### جدول ۲- تنظیمات دستگاه برای سیلیسیم

طول موج، nm	۲۵۱٫۶
سوخت	استیلن
اکسنده	نیتروژن مونو اکسید
جریان لامپ	به توصیه سازنده

۱۵-۳-۲ با روش مشابه با بند ۱۵-۱-۲-۲ استاندارد سیلیسیم (برای مثال ۲۵ mg/l) را به داخل شعله مه‌پاش کنید.

## ۱۶ روش انجام آزمون

### ۱-۱۶ واسنجی جذب اتمی و تجزیه آزمون

۱-۱-۱۶ شیوه واسنجی به نوع خروجی طیف‌سنج جذب اتمی بستگی دارد.

۲-۱۶ واسنجی باید قبل از تجزیه هر گروه از نمونه‌ها و بعد از تغییر در شرایط دستگاه به دلیل تغییراتی که در عملکرد دستگاه ایجاد می‌شود، انجام شود. به دلایلی از قبیل ایجاد رسوب بر روی شکاف مشعل یا مه‌پاش کننده، ممکن است خواندن برای کوتاه مدت نیز تغییر کند. به این ترتیب باید هر چند وقت یکبار یک استاندارد واحد جهت بررسی تغییرات ایجاد شده در واسنجی در طی یک گروه از نمونه‌ها، مه‌پاش شود. شکل ظاهری شعله برای تشخیص تغییر شرایط، بررسی مفیدی است.

یادآوری- انجام کنترل در آزمون هر ۵ آزمون توصیه می‌شود.

### ۳-۱۶ طیف‌سنج‌های با ثبت‌کننده‌های نواری

۱-۳-۱۶ استانداردهای واسنجی و محلول شاهد را پی در پی به درون شعله مه‌پاش کرده و قرائت اندازه‌گیر را ثبت کنید. شاهد را بین هر آزمون مه‌پاش کنید.

۲-۳-۱۶ اگر خروجی طیف‌سنج در مقدار جذب خطی است، یک منحنی واسنجی با مقدار جذب خالص (جذب استانداردهای واسنجی منهای جذب شاهد) در برابر غلظت را ترسیم کنید. از این منحنی واسنجی غلظت آلومینیوم و یا سیلیسیم، در هر محلول آزمون همانند محاسبه جذب خالص قابل تعیین است.

۳-۳-۱۶ اگر خروجی طیف‌سنج متناسب با عبور است، جذب خالص را از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$A = \log\left(\frac{d_0}{d_1}\right) \quad (1)$$

که در آن:

$d_0$  مقدار خوانده شده برای شاهد؛

$d_1$  مقدار خوانده شده برای محلول استاندارد یا آزمون.

۴-۱۶ طیف‌سنج‌های با ثبت دیجیتالی و مجهز به تصحیح‌کننده‌ی انحناء (کنترل شونده از طریق غیر از ریز پردازنده) و تسهیلات بسط مقیاس

۱-۴-۱۶ برای راه اندازی و کار با دستگاه از دستورالعمل سازنده آن استفاده کنید.

استانداردهای واسنجی مناسب و محلول شاهد را مه‌پاش کرده و قرائت‌کننده‌ی دیجیتالی را برای قرائت مستقیم (در واحدهای غلظتی مورد نیاز) و در صورت لزوم اجرای برنامه تصحیح انحناء تنظیم کنید.

۱۶-۴-۲ غلظت هر یک از محلول‌های آزمون و شاهد را به طور مستقیم از غلظت ثبت شده توسط نمایشگر دیجیتال طیف‌سنج بخوانید.

#### ۱۶-۵ طیف‌سنج‌های با ثبت دیجیتالی و تسهیلات کنترل منحنی واسنجی از طریق ریز پردازنده

۱۶-۵-۱ برای راه اندازی و کار با دستگاه از دستورالعمل سازنده آن استفاده کنید. محلول‌های شاهد و استاندارد واسنجی مناسب را مه‌پاش و با استفاده از برنامه واسنجی پیشنهاد شده، به طور مستقیم غلظت را بخوانید.

۱۶-۵-۲ بنابراین غلظت آلومینیوم و سیلیسیم در هر محلول آزمون را می‌توان به طور مستقیم پس از مه-پاش کردن بدست آورد.

۱۶-۶ محلول‌های آزمون را به همان شیوه استانداردهای واسنجی تجزیه کنید. اگر غلظت آلومینیوم و سیلیسیم در محلول‌های آزمون بیش از گستره‌ی خطی واسنجی باشد، محلول آزمون را با محلول شاهد رقیق کنید تا در گستره‌ی استانداردهای واسنجی قرار گیرد.

### ۱۷ محاسبات

۱۷-۱ غلظت نمونه را بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم از روابط ۲ و ۳ محاسبه کنید.

$$Al(mg/kg) = (100 \times C_1 \times d) / M \quad (2)$$

$$Si(mg/kg) = (100 \times C_2 \times d) / M \quad (3)$$

که در آن:

$M$  جرم نمونه‌ی برداشته شده، بر حسب گرم؛

$d$  نسبت رقیق‌سازی، در صورت نیاز؛

$C_1, C_2$  غلظت‌های آلومینیوم و سیلیسیم (به ترتیب) بر حسب میلی‌گرم بر لیتر که خروجی دستگاه ICP یا منحنی واسنجی یا به طور مستقیم از دستگاه جذب اتمی بدست می‌آید.

### ۱۸ کنترل کیفیت

۱۸-۱ درستی روش انجام آزمون را با تجزیه نمونه‌ی کنترل کیفیت تایید کنید (بند ۱۴ برای روش آزمون الف و یا بند ۱۵ برای روش آزمون ب)

۱۸-۱-۱ وقتی که آیین‌نامه‌های کنترل کیفیت (QC) / تضمین کیفیت (QA) از قبل برای تسهیل آزمون تدوین شده باشند می‌توان برای تایید نتایج استفاده کرد.

۱۸-۱-۲ در صورت نبود این آیین‌نامه‌ها می‌توان از پیوست الف به عنوان سامانه QC/QA استفاده کرد.

۱۸-۱-۳ برای راهنمایی‌های بیشتر در مورد QA/QC به [۱] مراجعه کنید.



## ۱۹ بیان نتایج

مقدار آلومینیوم و سیلیسیم بدست آمده با استفاده از روش‌های الف یا ب را با تقریب ۱ mg/kg گزارش کنید.

## ۲۰ دقت و انحراف

### ۱-۲۰ دقت

دقت این روش آزمون با تحلیل آماری نتایج بین آزمایشگاهی تعیین شده است. در این مطالعه ۸ آزمایشگاه ۹ نمونه را به صورت تکراری تجزیه کرده‌اند [۴].

### ۱-۱-۲۰ تکرار پذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایشگر به وسیله‌ی وسایل یکسان تحت شرایط عملکردی ثابت روی مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی بدست آمده است فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر جداول ۳ و ۴ بیشتر است.

جدول ۳- تکرار پذیری

تکرار پذیری، mg/kg		گستره، mg/kg	عنصر
AAS	ICP		
$0.2968 \times X^{2/3}$	$0.0660 \times X$	۱۳۹ تا ۷	Al
$0.3539 \times X^{2/3}$	$0.0643 \times X$	۲۳۶ تا ۱۰	Si
X = غلظت میانگین، mg/kg			

جدول ۴- تکرار پذیری محاسبه شده (mg/kg) در غلظت‌های انتخابی

AAS		ICP		غلظت، mg/kg
Si	Al	Si	Al	
۱۰	۰٫۹	۰٫۳	۰٫۳	۵
۱٫۷	۱٫۴	۰٫۶	۰٫۷	۱۰
۲٫۶	۲٫۲	۱٫۳	۱٫۳	۲۰
۴٫۹	۴٫۱	۳٫۲	۳٫۳	۵۰
۷٫۷	۶٫۵	۶٫۴	۶٫۶	۱۰۰
۱۴	...	۱۶	...	۲۵۰

### ۲-۱-۲۰ تجدید پذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت با مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی بدست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر جداول ۵ و ۶ بیشتر است.

### ۲-۲۰ انحراف

به دلیل نبود استاندارد مرجع مناسب برای مواد آلومینیوم و سیلیسیم، انحراف برای این عناصر قابل اندازه‌گیری نمی‌باشد.

جدول ۵- تجدیدپذیری

تکرارپذیری، mg/kg		گستره، mg/kg	عنصر
AAS	ICP		
$0.7890 \times X^{2/3}$	$0.337 \times X$	۷ تا ۱۳۹	Al
$1.338 \times X^{2/3}$	$0.332 \times X$	۱۰ تا ۲۳۶	Si
X = غلظت میانگین، mg/kg			

جدول ۶- تجدیدپذیری محاسبه شده (mg/kg) در غلظت‌های انتخابی

AAS		ICP		غلظت، mg/kg
Si	Al	Si	Al	
۴٫۱	۲٫۳	۱٫۷	۱٫۷	۵
۶٫۵	۳٫۷	۳٫۳	۳٫۴	۱۰
۱۰	۵٫۹	۶٫۶	۶٫۷	۲۰
۱۹	۱۱	۱۷	۱۷	۵۰
۳۰	۱۷	۳۳	۳۴	۱۰۰
۵۶	...	۸۳	...	۲۵۰

**پیوست الف**  
**(اطلاعاتی)**  
**کنترل کیفیت**

**الف-۱** عملکرد دستگاه یا روش آزمون را به وسیله آزمون یک نمونه کنترل کیفیت (QC) که در صورت امکان معرف نمونه‌های تجزیه شده باشد، تایید کنید.

**الف-۲** قبل از پایش فرایند اندازه‌گیری، کاربر این استاندارد، نیازمند تعیین میانگین مقدار و حدود کنترلی نمونه QC است. (استانداردهای بند ۲-۴ و ASTM MNL7 را ببینید).

**الف-۳** نتایج QC را ثبت کنید و به وسیله نمودارهای کنترلی یا دیگر فنون آماری معادل، جهت تعیین وضعیت کنترل آماری تمام فرایندهای آزمون، تحلیل کنید (استانداردهای بند ۲-۴ و ASTM MNL7 را ببینید). توصیه می‌شود هر داده‌ی خارج از کنترل، محرکی برای بررسی علت (علل) اصلی باشد. نتایج این بررسی ممکن است، نه البته لزوماً، به واسنجی مجدد دستگاه منجر شود.

**الف-۴** در صورت نبود الزامات داده شده در روش آزمون، تکرار آزمون QC به بحرانی بودن کیفیت مورد اندازه‌گیری، وجود پایداری در فرایند آزمون و الزامات مشتری بستگی دارد. به طور کلی، نمونه QC همزمان با نمونه‌های معمولی تجزیه می‌شود. توصیه می‌شود تکرار آزمون QC در صورتی که تعداد بیشتری از نمونه‌ها تجزیه می‌شوند، افزایش یابد. با این وجود هنگامی که مشخص شود آزمون تحت کنترل آماری است می‌توان تکرار آزمون QC را کاهش داد. توصیه می‌شود دقت نمونه QC در برابر دقت این روش آزمون، کنترل شود تا از کیفیت داده‌ها اطمینان حاصل شود.

**الف-۵** توصیه می‌شود که در صورت امکان، نوع نمونه QC که به طور منظم آزمایش می‌شود بیانگر نمونه معمول مورد آزمون باشد. 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 کنترل نمودار به اسناد مربوطه مراجعه کنید (استانداردهای بند ۲-۴ و ASTM MNL7 را ببینید).

پیوست ب

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- [۱] D6792 Practice for Quality System in Petroleum Products and Lubricants Testing Laboratories
- [۲] D7260 Practice for Optimization, Calibration, and Validation of Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) for Elemental Analysis of Petroleum Products and Lubricants
- [۳] D7740 Practice for Optimization, Calibration, and Validation of Atomic Absorption Spectrometry for Metal Analysis of Petroleum Products and Lubricants
- [۴] Research Report RR:D02-1281