



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۴۴۵۲
تجدید نظر اول
۱۳۹۵

INSO
14452
1St. Revision
2017

نفت خام و سوخت‌های باقی مانده - تعیین
نیکل، وانادیوم و آهن به روش طیف‌سنجی
نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی

**Crude oils and residual fuels -
Determination of nickel, vanadium, and
iron by inductively coupled plasma (ICP)
atomic emission spectrometry**

ICS: 75.040 ; 75.160.20

استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۴۵۲ (تجدیدنظر اول) : سال ۱۳۹۵

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.org.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.org.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 استانداردهای 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

«نفت خام و سوخت‌های باقی‌مانده - تعیین نیکل، وانادیوم و آهن به روش طیف‌سنجی نشر اتمی

پلاسمای جفت شده القایی»

(تجدیدنظر اول)

رئیس:

هاشمی، مهدی

(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا محل اشتغال:

دانشگاه بوعلی سینا همدان

دبیر:

ردائی، احسان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابطحی، حمید

(کارشناسی شیمی)

شرکت نفت سپاهان

بیگلری، حسن

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشگاه استاندارد

حسینی، مجتبی

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

شرکت بندر آبادان ده هزار

رضوی، سید محمد رامین

(کارشناسی ارشد MBA)

شرکت پخش فرآورده‌های نفتی

شیخ علیزاده، کاملیا

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

پالایشگاه نفت پارس

صیافی، سید محمد

(کارشناسی شیمی)

شرکت پالایش الموت آبادان

اداره کل استاندارد استان همدان

طاهری نیا، یونس

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

شرکت پتروپالایش کاسیان

قصابانی، مژگان

(کارشناسی شیمی)

ویراستار:

شرکت رویان پژوهان سینا

افتخاری دافچاهی، سمیه

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۳	۴ خلوص واکنشگرها
۳	۵ نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه
۳	۶ طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی، محلول آزمون با حلال آلی (روش آزمون الف)
۴	۷ واکنشگرها
۴	۸ آماده‌سازی استانداردها و نمونه‌های آزمون
۵	۹ آماده‌سازی وسایل
۶	۱۰ کالیبراسیون و آنالیز
۷	۱۱ طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسما زوج شده القایی بعد از تجزیه اسیدی محلول آزمون (روش آزمون ب)
۹	۱۲ واکنشگرها
۹	۱۳ تهیه استانداردها و نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)
۱۰	۱۴ آماده‌سازی آزمون‌ها
۱۱	۱۵ آماده‌سازی وسایل
۱۱	۱۶ کالیبراسیون و آنالیز
۱۱	۱۷ محاسبات
۱۲	۱۸ کنترل کیفیت
۱۲	۱۹ بیان نتایج
۱۲	۲۰ دقت و اریبی
۱۴	۲۱ گزارش آزمون
۱۵	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) کنترل کیفیت
۱۶	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) تذکرات مفید برای اجرای روش آزمون این استاندارد
۱۹	کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد «نفت خام و سوخت‌های باقی‌مانده - تعیین نیکل، وانادیوم و آهن به روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی» که نخستین بار در سال ۱۳۹۰ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در نود و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد تجهیزات و فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۱۷ 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 ۱۴۴۵۲: سال ۱۳۹۰ می‌شود.

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

ASTM D 5708: 2015 Standard Test Methods for Determination of Nickel, Vanadium, and Iron in Crude Oils and Residual Fuels by Inductively Coupled Plasma (ICP) Atomic Emission Spectrometry

نفت خام و سوخت‌های باقی‌مانده - تعیین نیکل، وانادیوم و آهن به روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی

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

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه‌گیری نیکل، وانادیوم، آهن در نفت خام و سوخت‌های باقی‌مانده به روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی^۱ (ICP-AES) است.

یادآوری ۱- در این استاندارد دو روش آماده سازی نمونه ارائه شده است.

در روش آزمون الف (بندهای ۶ تا ۱۰ و ۱۷ تا ۲۱) طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی برای تجزیه نمونه‌های حل شده در یک حلال آلی استفاده می‌شود. در این روش آزمون برای کالیبراسیون از فلزات محلول در نفت استفاده می‌شود و برای تعیین کمی یا شناسایی ذرات نامحلول کاربرد ندارد.

در روش آزمون ب (بندهای ۱۱ تا ۲۱) طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی برای تجزیه نمونه‌های تخریب شده با اسید استفاده می‌شود.

یادآوری ۲- گستره‌های غلظتی قابل پوشش با این روش آزمون از طریق حساسیت دستگاه‌ها، مقدار نمونه برداشته شده برای آزمون و حجم رقیق‌سازی تعیین می‌شوند. یک دستور خاص در زیربند ۱۴-۲ داده شده است. به طور مثال، حدود غلظت پایین، کمتر از ۰/۱ mg/kg است. داده‌های مربوط به دقت برای گستره‌های غلظتی مشخص شده در بند ۲۰ تهیه شده 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:

1- Inductively coupled plasma (ICP) atomic emission spectrometry

2-1 ASTM D 1193, 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 D 1548, Test Method for Vanadium in Heavy Fuel Oil (Withdrawn 1997)

2-3 ASTM D 4057, Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۶۹۸: سال ۱۳۷۵، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی، با استفاده از استاندارد ASTM D 4057: 1988 تدوین شده است.

2-4 ASTM D 4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-5 ASTM D 5185, Test Method for Multielement Determination of Used and Unused Lubricating Oils and Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)

2-6 ASTM D 6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

2-7 ASTM D 7260, Practice for Optimization, Calibration, and Validation of Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) for Elemental Analysis of Petroleum Products and Lubricants

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۷۶۰: سال ۱۳۹۲، فرآورده‌های نفتی و روان‌کننده‌ها - بهینه‌سازی، کالیبراسیون و معتبرسازی روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی جهت تجزیه عنصری - آیین کار، با استفاده از استاندارد ASTM D 7260: 2012 تدوین شده است.

۳ اصول آزمون

۱-۳ روش آزمون الف

به طور تقریبی ۱۰ g نمونه در یک حلال آلی حل می‌شود تا محلول آزمون ۱۰٪ کسر جرمی نمونه فراهم شود. محلول آماده شده به داخل پلاسما مه‌پاش و شدت تابش‌های نشر در طول موج‌های خاص عناصر مورد آنالیز به صورت ترتیبی یا به صورت همزمان اندازه‌گیری می‌شود. شدت‌های نشر با استفاده از نمودار کالیبراسیون به غلظت تبدیل می‌شوند.

۲-۳ روش آزمون ب

مقدار ۱ g تا ۲۰ g از نمونه را داخل بشر توزین و به منظور تجزیه‌ی آن، با سولفوریک اسید غلیظ تا خشک شدن حرارت داده می‌شود.

هشدار - باید در هنگام تجزیه خیلی مراقب بود، به دلیل اینکه بخارهای اسید، خورنده و قابل اشتعال هستند.

کربن باقیمانده به وسیله حرارت دادن در دمای $525^{\circ}C$ در کوره سوزانده می‌شود. باقیمانده‌های مواد معدنی در نیتریک اسید هضم شده، تا خشک شدن اولیه تبخیر و در نیتریک اسید رقیق حل و به حجم رسانده می‌شود. محلول به داخل پلاسمای طیف‌سنج نشر اتمی مه‌پاش می‌شود. شدت‌های تابش نشر شده در طول موج‌های خاص فلزات به صورت ترتیبی یا به صورت همزمان اندازه‌گیری می‌شوند. شدت‌های نشر با استفاده از نمودار کالیبراسیون به غلظت تبدیل می‌شوند.

۴ خلوص واکنشگرها

۴-۱ در همه آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با درجه خلوص تجزیه‌ای استفاده شود. ممکن است از درجه‌های دیگر نیز استفاده شود، به شرط آنکه خلوص ماده به حد کافی بالا باشد تا اندازه‌گیری بدون کاهش در درستی آن انجام شود.

۴-۲ زمانی که فلزات مورد اندازه‌گیری، دارای غلظتی کمتر از 1 mg/kg است، از واکنشگرهایی با درجه خلوص بالا استفاده کنید.

۴-۳ آب مورد استفاده باید با آب درجه ۲ مطابق استاندارد ASTM D1193 باشد.

۵ نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه

۵-۱ هدف از نمونه‌برداری، به دست آوردن نمونه‌ای است که بیانگر نمونه واقعی باشد. بنابراین نمونه‌برداری مطابق با استانداردهای ASTM D4057 یا ASTM D4177 انجام دهید. ظرف نمونه را بیشتر از دو سوم آن پر نکنید.

۵-۲ قبل از توزین، نمونه را هم بزنید و آن را در داخل ظرف نمونه تکان دهید. اگر نمونه در دمای اتاق به آسانی جاری نشود، نمونه را در دمای $80^{\circ}C$ یا در دمای مناسب دیگری در گرمخانه حرارت دهید.

۶ طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی، محلول آزمون با حلال آلی (روش آزمون الف)

۶-۱ وسایل

۶-۱-۱ طیف‌سنج نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی، هر یک از طیف‌سنج‌های ترتیبی یا پیوسته مجهز به مشعل کوارتزی و یک مولد رادیو فرکانس جهت تشکیل و پایداری پلاسما.

۶-۱-۲ مه‌پاش، استفاده از مه‌پاش high-solids اختیاری می‌باشد ولی به طور اکید توصیه می‌شود. این نوع مه‌پاش، کمترین احتمال مسدود شدن را دارد. همچنین می‌توان از یک مه‌پاش شیشه‌ای هم مرکز استفاده کرد.

۶-۱-۳ پمپ پریستالتیک، این پمپ برای مه‌پاش‌های غیر تخلیه‌ای ضروری و برای مه‌پاش‌های تخلیه‌ای اختیاری است، پمپ باید سرعت جریان در گستره ۰/۵ ml/min تا ۳ ml/min را فراهم کند. لوله‌های پمپ باید قادر باشند حداقل ۶ h در معرض حلال مقاومت کنند. توصیه می‌شود از لوله‌های کوپلیمری فلوروالاستومر استفاده شود.

۶-۱-۴ ظرف‌های محلول آزمون، ویال‌ها (شیشه‌های نمونه) یا بطری‌های شیشه‌ای یا پلاستیکی با درپوش سرپیچی و با ظرفیت مناسب. بطری‌های شیشه‌ای ۱۰۰ ml کافی است.

۷ واکنشگرها

۷-۱ حلال رقیق‌سازی، مخلوط زایلن‌ها، اورتوزایلن، تتراپلین و مخلوط حلال‌های آروماتیکی- پارافینی مناسب هستند. خلوص حلال زمانی که غلظت ماده مورد آزمون در نمونه کم است (به عنوان مثال چند mg/kg) ممکن است درستی آزمون را تحت تأثیر قرار دهد.

۷-۲ روغن معدنی، نفت با خلوص بالا همانند نفت سفید.

۷-۳ استانداردهای آلی فلزی، استانداردهای چند عنصری حاوی غلظت‌های ۱۰۰ mg/kg از هر عنصر، مطلوب است.

۷-۴ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)^۱، به طور ترجیحی مخلوطی از یک یا چند فراورده نفتی مایع که از پایداری کافی برخوردار بوده و معرف نمونه‌ها هستند. این نمونه‌های کنترل کیفیت را می‌توان طبق روش مذکور در پیوست الف برای کنترل اعتبار فرایندهای آزمون استفاده کرد.

۸ آماده‌سازی استانداردها و نمونه‌های آزمون

۸-۱ شاهد، شاهد را با رقیق کردن روغن معدنی با حلال تهیه کنید. غلظت روغن معدنی باید ۱۰٪ کسر جرمی باشد. به خوبی مخلوط کنید.

۸-۲ استاندارد کنترل، از طریق استانداردهای آلی فلزی، روغن معدنی و حلال رقیق کننده، استاندارد کنترل که حاوی غلظت‌های عنصری همسان با نمونه می‌باشد را آماده کنید. غلظت روغن در استاندارد کنترل باید ۱۰٪ کسر جرمی باشد.

۳-۸ آزمون، یک بخش از نمونه که به خوبی مخلوط شده است را در یک ظرف نمونه توزین کرده و به مقدار کافی حلال افزوده و مخلوط کنید تا یک نمونه با غلظت 10% کسر جرمی به دست آید.

۴-۸ استاندارد کاری، یک استاندارد کالیبراسیون دستگاه که حاوی 10 mg/kg از وانادیوم، نیکل و آهن می باشد را تهیه کنید. استاندارد آلی فلزی، حلال رقیق سازی و در صورت لزوم روغن معدنی را به طوری که میزان روغن در استاندارد کالیبراسیون 10% کسر جرمی باشد، ترکیب کنید.

۵-۸ نمونه های کنترل کیفیت، یک بخش از نمونه کنترل کیفیت را که به خوبی مخلوط شده است در یک ظرف توزین کرده و به اندازه کافی حلال را افزوده تا غلظت 10% کسر جرمی به دست آید.

۹ آماده سازی وسایل

۱-۹ برای راه اندازی و کار با دستگاه طیفسنجی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی از دستورالعمل سازنده آن استفاده کنید. اختلاف های طراحی بین دستگاه ها، تعیین پارامترهای مورد نیاز را غیر عملی می سازد.

۲-۹ پارامترهای عملیاتی مناسب را برای دستگاه تنظیم کنید تا بتوان عناصر مورد نظر را تعیین کرد. این پارامترها عبارتند از:

الف- عنصر؛

ب- طول موج آنالیز؛

پ- تصحیح طول موج های زمینه (انتخابی)؛

ت- فاکتورهای تصحیح بین عنصری (به زیربند ۱۰-۳ مراجعه کنید)؛

ث- زمان انتگرال گیری از 1 s تا 10 s ؛

ج- تکرار انتگرال گیری ۲ تا ۵ بار متوالی.

طول موج های پیشنهادی در جدول ۱ ارائه شده اند.

۳-۹ تداخلات طیفی، همه تداخلات طیفی مورد انتظار برای عناصر را کنترل کنید. اگر تصحیح تداخلات لازم است، راهنمای سازنده را به منظور به دست آوردن و اعمال ضرایب تصحیح به کار برید.

۱-۳-۹ با انتخاب بهترین طول موج های آنالیز می توان از تداخل های طیفی اجتناب کرد. اگر نتوان از تداخلات طیفی اجتناب کرد، توصیه می شود تصحیحات لازم را با استفاده از نرم افزار کامپیوتری ارائه شده توسط سازنده، یا با استفاده از روش های تجربی مذکور در استاندارد ASTM 5185 انجام دهید.

۴-۹ برای بهره برداری از دستگاه با حلال های آلی، به دستورالعمل های سازنده دستگاه مراجعه کنید.

۵-۹ در طی گرم شدن دستگاه، محلول شاهد را مه پاش کنید. مشعل را از نظر انباشتگی کربن بررسی کنید. هنگامی که انباشت توده کربن اتفاق می افتد، مشعل را تعویض کرده و شرایط عملیاتی را جهت تصحیح مشکل تنظیم کنید.

۱-۵-۹ علل انباشت توده کربن در مشعل عبارتند از: تنظیم نادرست سرعت جریان گاز آرگون و سرعت جریان محلول و موقعیت نادرست لوله تزریق کننده مشعل. رسوب کربن می تواند باعث بی اعتباری کالیبراسیون و خاموش شدن پلاسما شود.

۱۰ کالیبراسیون و آنالیز

۱-۱۰ در ابتدای آنالیز هر دسته از نمونه ها، با استفاده از استاندارد کاری و شاهد، کالیبراسیون دو نقطه ای را انجام دهید. در صورت نیاز، می توان از استانداردهای کاری اضافی نیز استفاده کرد.

۲-۱۰ برای تعیین درستی کالیبراسیون مواد مورد آنالیز، از استانداردهای کنترلی استفاده کنید. اگر نتایج به دست آمده برای هر استاندارد کنترلی در محدوده $\pm 5\%$ از غلظت مورد نظر برای هر ماده مورد آنالیز نباشد، اقدامات اصلاحی را انجام داده و کالیبراسیون را تکرار کنید.

۳-۱۰ نمونه ها را مشابه با رویه به کار رفته برای استانداردهای کالیبراسیون (زمان های یکسان انتگرال گیری، شرایط پلاسما) تجزیه کنید. غلظت ها را با ضرب کردن در غلظت های تعیین شده برای محلول نمونه در ضریب رقیق سازی محاسبه کنید. محاسبه غلظت ها را می توان به صورت دستی یا با رایانه در صورتی که در دسترس باشد، انجام داد.

۴-۱۰ هنگامی که شدت اندازه گیری شده برای محلول های نمونه آزمون از شدت های نشر مربوطه برای استاندارد کاری بیشتر باشد، از خطی بودن منحنی کالیبراسیون در حدود غلظتی عنصر در محلول نمونه مطمئن شوید یا محلول نمونه را با محلول شاهد رقیق و آنالیز مجدد را انجام دهید.

جدول ۱- عناصر مورد آزمون و طول موج های پیشنهادی

طول موج (nm)	عناصر
۲۵۹٫۹۴، ۲۳۸٫۲۰	آهن
۲۳۱٫۶۰، ۲۱۶٫۵۶	نیکل
۲۹۲٫۴۰، ۳۱۰٫۲۲	وانادیوم

۵-۱۰ استاندارد کنترلی را بعد از پاشش پنج نمونه، آنالیز کنید. اگر نتیجه در محدوده ۵٪ غلظت‌های مورد انتظار نباشد، اقدامات اصلاحی را انجام داده و کالیبراسیون را تکرار کنید. محلول‌های آزمون بعد از آخرین استاندارد کنترلی قابل قبول را مجدد آنالیز کنید.

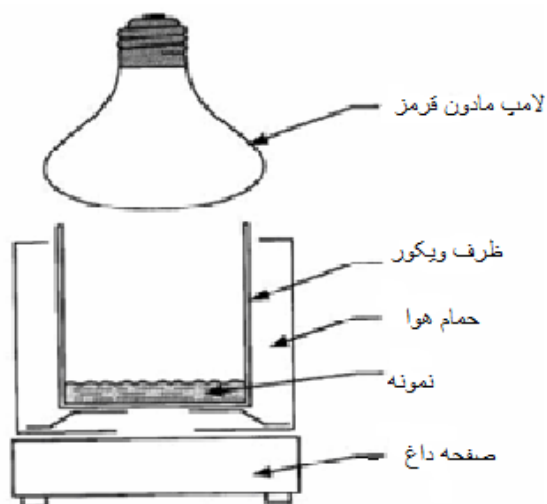
۶-۱۰ انجام تصحیح زمینه به ویژه وقتی که محلول‌های آزمون حاوی غلظت کمی (کمتر از ۱ mg/kg) از عناصر می‌باشند، به طور اکید توصیه می‌شود. هنگامی که غلظت‌ها کم هستند، تغییرات زمینه، که ممکن است در اثر تغییرپذیری ترکیب محلول آزمون باشند، می‌تواند بر روی آنالیز تاثیر گذار باشد. تصحیح زمینه خطاهای ناشی از تغییرات شدت‌های زمینه را کم می‌کند.

۱۱ طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی بعد از تجزیه اسیدی محلول آزمون (روش آزمون ب)

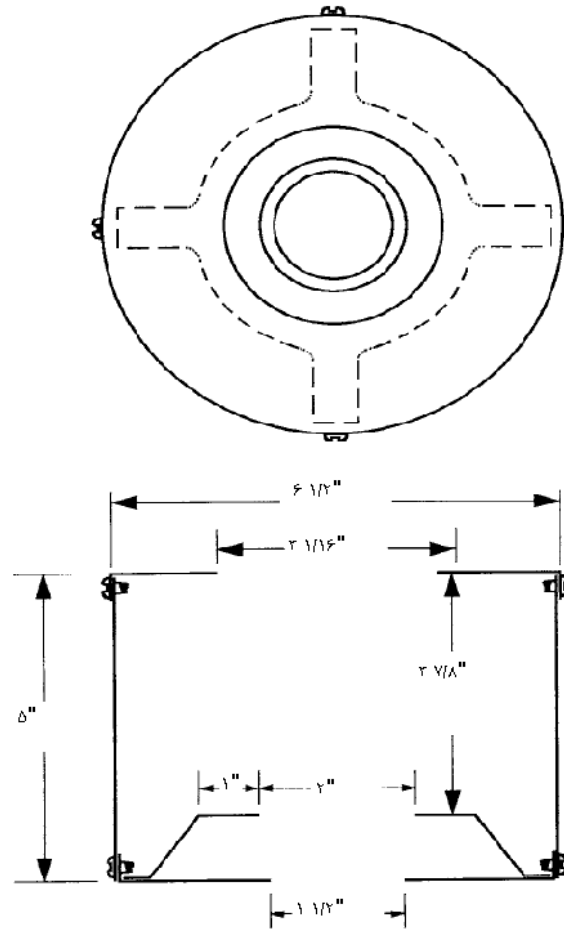
۱-۱۱ وسایل

۱-۱-۱۱ وسایل مذکور در زیربندهای ۱-۱-۶ تا ۴-۱-۶

۲-۱-۱۱ وسایل تجزیه نمونه (اختیاری)، دستگاه تجزیه نمونه که در شکل ۱ نشان داده شده است شامل بشری با حجم ۴۰۰ ml از جنس شیشه بوروسیلیکات برای محلول آزمون، حمام هوا که بر روی صفحه داغ^۱ قرار گرفته (شکل ۲)، لامپ مادون قرمز ۲۵۰ W که در فاصله ۲/۵ cm بالای حمام هوا قرار گرفته و یک ترانس متغیر که ولتاژ به کار رفته در لامپ را کنترل می‌کند.



شکل ۱- وسایل تجزیه کننده



یادآوری - همه قسمت‌ها از جنس ورق آلومینیوم با ضخامت (۱,۵ mm) هستند. تمام ابعاد برحسب اینچ می‌باشند.

in	mm	in	mm
۱	۲۵,۴	$۳ \frac{۷}{۸}$	۹۸,۴
$۱ \frac{۱}{۲}$	۳۸,۱	۵	۱۲۷
۲	۵۰,۸	$۶ \frac{۱}{۲}$	۱۶۵,۱
$۳ \frac{۱}{۱۶}$	۷۷,۸		

شکل ۲- حمام هوا

۳-۱-۱۱ ظروف شیشه‌ای، ظروف شیشه‌ای مورد نیاز شامل بشرهای شیشه‌ای ۴۰۰ ml از جنس بوروسیلیکات، بالن‌های حجم‌سنجی با حجم‌های مختلف و پیپت‌هایی با حجم‌های مختلف می‌باشند. تمام ظروف شیشه‌ای باید به طور کامل با آب تمیز و شسته شوند.

۴-۱-۱۱ کوره الکتریکی، توانایی کنترل دما در دمای $(525 \pm 25)^\circ C$ را داشته و به اندازه کافی بزرگ باشد که بشرهای ۴۰۰ ml را در خود جای دهد. توانایی ورود اکسیژن مزیتی برای کوره محسوب می‌شود و یک ویژگی اختیاری است.

۵-۱-۱۱ حمام بخار (اختیاری)

۶-۱-۱۱ گرمکن الکتریکی با کنترل دما (اختیاری)

۱۲ واکنشگرها

۱-۱۲ محلول‌های استاندارد آبی، استانداردهای آبی جداگانه با غلظت 1000 mg/l از وانادیوم، نیکل و آهن.

۲-۱۲ نیتریک اسید غلیظ، HNO_3

۳-۱۲ نیتریک اسید (۱+۱)، به دقت یک حجم از نیتریک اسید غلیظ را همراه با هم‌زدن به یک حجم آب اضافه کنید.

۴-۱۲ نیتریک اسید رقیق شده (۱+۱۹)، به دقت یک حجم از نیتریک اسید غلیظ را همراه با هم‌زدن به ۱۹ حجم آب اضافه کنید.

۵-۱۲ سولفوریک اسید غلیظ، H_2SO_4

۱۳ تهیه استانداردها و نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)

۱-۱۳ استاندارد شاهد، نیتریک اسید (۱+۱۹) رقیق شده می‌باشد.

۲-۱۳ استاندارد چند عنصری، با استفاده از محلول‌های آبی استاندارد، یک استاندارد چند عنصری شامل 100 mg/l از هر یک از عناصر وانادیوم، نیکل و آهن تهیه کنید.

۳-۱۳ استاندارد کاری، استاندارد چند عنصری را ۱۰ مرتبه با نیتریک اسید رقیق، رقیق‌سازی کنید.

۴-۱۳ استانداردهای کنترلی، استانداردهای کنترلی کالیبراسیون را به همان روش استاندارد کاری و در غلظت‌هایی مشابه با عنصر مورد آزمون تهیه کنید.

۵-۱۳ نمونه‌های کنترل کیفیت، بند ۱۴ را با استفاده از نمونه‌های کنترل کیفیت به عنوان آزمون ادامه دهید.

۱۴ آماده‌سازی آزمون‌ها

۱-۱۴ داخل یک بشر مقداری از نمونه که حاوی حدود 0.1025 mg تا 0.12 mg از هر فلز مورد اندازه‌گیری باشد را وزن کنید، به طور معمول وزن هر نمونه حدود 10 g است. به ازای هر گرم از نمونه مقدار 0.5 ml سولفوریک اسید غلیظ اضافه کنید.

یادآوری - چنانچه گسترش حدود غلظتی پایین روش مدنظر باشد، توصیه می‌شود که تجزیه اسیدی روی مقادیر بیشتری از نمونه، تا حدود بیشینه 100 g انجام شود. ضرورتی برای تخریب هر باره تمام مواد آلی، قبل از اضافه کردن مقادیر اضافی از نمونه و اسید وجود ندارد. زمانی که اندازه‌گیری غلظت‌های بالاتر مدنظر باشد، اندازه نمونه را مطابق با آن کاهش دهید.

۲-۱۴ همزمان واکنشگر شاهد را با استفاده از همان مقدار سولفوریک اسید که برای تجزیه نمونه استفاده می‌شود را تهیه کنید و همه مراحل مشخص شده در این بخش را اجرا کنید.

هشدار - واکنشگرهای شاهد هنگام اندازه‌گیری غلظت‌هایی کمتر از 1 mg/kg اهمیت زیادی دارند. برای آسان‌تر کردن آزمون، از همان حجم اسید و همان مقدار رقیق‌سازی که برای نمونه استفاده شده، برای شاهد نیز استفاده کنید. برای مثال اگر 20 g از نمونه تجزیه شود از 10 ml سولفوریک اسید برای واکنشگر شاهد استفاده کنید.

۳-۱۴ استفاده از حمام هوا (شکل ۲) برای به حداقل رساندن پاشش و کف کردن نمونه، اختیاری است. بشر را داخل حمام هوا که در زیر هود واقع شده است، قرار دهید. گرم‌کن الکتریکی را در این زمان خاموش کنید. در حالی که آزمون با یک میله شیشه‌ای هم زده می‌شود، به وسیله لامپ مادون قرمز به آرامی از بالا حرارت دهید (به شکل ۱ را مراجعه شود). در طول انجام تجزیه (که به وسیله جوش آمدن و کف کردن مشخص است)، گرمای لامپ مادون قرمز را برای خروج یکنواخت بخارات کنترل کنید. همواره به کل نمونه توجه مستمر داشته باشید تا خطر پاشیدن و کف کردن مرتفع شود. سپس به تدریج دمای گرم‌کن الکتریکی و لامپ را افزایش دهید تا نمونه خاکستر شود.

۴-۱۴ اگر از حمام هوا استفاده نمی‌شود، نمونه و اسید را روی گرم‌کن الکتریکی با دمای کنترل شده گرم کنید. همان طوری که در زیربند ۱۴-۳ شرح داده شد، واکنش تجزیه را کنترل و دمای گرم‌کن الکتریکی را مطابق با آن تنظیم کنید.

هشدار - بخارات داغ سولفوریک اسید غلیظ اکسیدکننده قوی می‌باشند. آزمایشگر باید از هود یا تهویه مناسب استفاده کند و همچنین برای محافظت در مقابل پاشیده شدن اسید از دستکش پلاستیکی و ماسک صورت استفاده کند.

۵-۱۴ نمونه را در کوره‌ای که به دمای $(25 \pm 5)^\circ \text{C}$ رسیده است، قرار دهید. به طور اختیاری می‌توان جریان ملایمی از اکسیژن را جهت تسریع اکسیداسیون به داخل کوره وارد کرد. حرارت دادن را تا مادامی که کربن به طور کامل از بین برود ادامه دهید.

۶-۱۴ باقیمانده معدنی را به وسیله شستن دیواره بشر با حدود ۱۰ ml از نیتریک اسید (۱+۱) حل کنید. برای مدت ۱۵ min تا ۳۰ min بر روی حمام بخار هضم کنید. سپس بر روی گرم کن الکتریکی بگذارید و به آرامی تبخیر کنید تا به طور کامل خشک شود.

۷-۱۴ دیواره بشر را با حدود ۱۰ ml نیتریک اسید (۱+۱) شستشو دهید و سپس روی حمام بخار تا حل شدن همه نمکها حرارت دهید. اجازه دهید خنک شود. مخلوط را به داخل یک بالن حجمسنجی با حجم مناسب منتقل کنید و با نیتریک اسید رقیق به حجم برسانید. این محلول، محلول آزمون است.

۱۵ آماده سازی وسایل

به زیربندهای ۹-۱ تا ۹-۳ مراجعه شود.

۱۶ کالیبراسیون و آنالیز

۱-۱۶ به بند ۱۰ مراجعه کنید.

۲-۱۶ واکنشگر شاهد را آنالیز کرده و نتایج به دست آمده از محلول آزمون را با کم کردن نتایج واکنشگر شاهد تصحیح کنید.

۱۷ محاسبات

۱-۱۷ برای روش آزمون الف، غلظت عناصر مورد آزمون در نمونه، C_s ، را برحسب mg/kg، با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید.

$$C_s = C \times F \quad (1)$$

که در آن:

C غلظت عنصر مورد آزمون در محلول آزمون، برحسب mg/kg؛

F ضریب رقیق سازی.

۲-۱۷ برای روش آزمون ب، غلظت عناصر مورد آزمون در نمونه، C_s ، را برحسب mg/kg، با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید:

$$C_s = (C \times F \times V) / W \quad (2)$$

که در آن:

C غلظت عنصر مورد آزمون در محلول آزمون (تصحیح شده برای غلظت تعیین شده در واکنشگر شاهد)،
برحسب mg/l؛

V حجم محلول آزمون، برحسب ml؛

F ضریب رقیق‌سازی؛

W وزن نمونه برحسب گرم.

۱۸ کنترل کیفیت

۱-۱۸ عملکرد روش انجام آزمون را با آنالیز نمونه کنترل کیفیت تأیید کنید (زیربند ۸-۵ برای روش آزمون الف و یا بند ۱۳-۵ برای روش آزمون ب).

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

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

۱۹ بیان نتایج

غلظت عناصر را برحسب mg/kg تا سه رقم معنی‌دار گزارش کنید.

۲۰ دقت و اریبی^۱

۱-۲۰ دقت، دقت این روش آزمون با تحلیل آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی تعیین شده است.

۱-۱-۲۰ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایشگر، یک دستگاه و تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان، در شرایط صحیح آزمایشی به‌دست آمده است که فقط در یک مورد از بیست مورد، از مقادیر جداول ۲ و ۳ بیشتر از حد مجاز است.

۲-۱-۲۰ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و منفرد که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت با مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به‌دست آمده است که فقط در یک مورد از بیست مورد، از مقادیر جداول ۴ و ۵ بیشتر از حد مجاز است.

جدول ۲- تکرارپذیری

تکرارپذیری mg/kg	روش آزمون	گستره غلظتی mg/kg	عناصر
$0.07X^{0.88}$ $0.02X^{1/1}$	الف ب	۵۰-۵۰۰	وانادیوم
$0.01X^{1/3}$ $0.02X^{1/2}$	الف ب	۱۰-۱۰۰	نیکل
$0.22X^{0.30}$ $0.23X^{0.67}$	الف ب	۱-۱۰	آهن

یادآوری - X مقدار میانگین برحسب mg/kg می باشد.

جدول ۳- تکرارپذیری محاسبه شده (mg/kg) در غلظت های انتخابی (mg/kg)

غلظت					روش آزمون	عنصر مورد آزمون
۵۰۰	۱۰۰	۵۰	۱۰	۱		
۱۷	۴۰	۲۲	الف	وانادیوم
۱۹	۳۲	۱۵	ب	
...	۴۰	۱۶	۰.۲۰	...	الف	نیکل
...	۵۰	۲۲	۰.۳۲	...	ب	
...	۰.۴۴	۰.۲۲	الف	آهن
...	۱.۰۸	۰.۲۳	ب	

جدول ۴- تجدیدپذیری

تجدیدپذیری mg/kg	روش آزمون	گستره غلظتی mg/kg	عناصر
$0.12X^{1/1}$ $0.10X^{1/1}$	الف ب	۵۰-۵۰۰	وانادیوم
$0.41X^{0.78}$ $0.05X^{1/3}$	الف ب	۱۰-۱۰۰	نیکل
$0.68X^{0.35}$ $0.91X^{0.51}$	الف ب	۱-۱۰	آهن

یادآوری - X مقدار میانگین برحسب mg/kg می باشد.

جدول ۵- تجدیدپذیری محاسبه شده (mg/kg) در غلظت‌های انتخابی (mg/kg)

غلظت					روش آزمون	عنصر مورد آزمون
۵۰۰	۱۰۰	۵۰	۱۰	۱		
۱۱۲	۱۹	۸٫۹	الف	وانادیوم
۹۳	۱۶	۷٫۴	ب	
...	۱۵	۸٫۷	۲٫۵	...	الف	نیکل
...	۲۰	۸٫۱	۱٫۰	...	ب	
...	۱٫۵	۰٫۶۸	الف	آهن
...	۲٫۹	۰٫۹۱	ب	

۲۰-۲ اریبی، از نتایج به دست آمده از آزمون دو نمونه NIST^۱ ارزیابی می‌شود. برای روش‌های آزمون الف و ب، میانگین مقادیر گزارش شده، برای وانادیوم و نیکل با مقادیر پیش‌بینی شده بیشتر از تکرارپذیری روش آزمون اختلاف ندارند. استاندارد مرجع مواد برای آهن موجود نیست بنابراین اریبی برای این عنصر قابل اندازه‌گیری نمی‌باشد.

۲۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۲۱ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛

۲-۲۱ تمام اطلاعات مورد نیاز برای شناسایی نمونه مورد آزمون؛

۳-۲۱ نتایج آزمون، شامل نتایج اندازه‌گیری‌های مجزا و میانگین آن‌ها که به صورت مشخص شده در هر قسمت محاسبه و طبق بند ۱۹ بیان شده‌اند؛

۴-۲۱ هرگونه انحراف از روش آزمون که ممکن است بر نتایج تاثیرگذار باشد؛

۵-۲۱ تاریخ آزمون.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

کنترل کیفیت

الف-۱ کارایی دستگاه یا روش انجام آزمون را به وسیله آزمون یک نمونه کنترل کیفیت (QC) که در صورت امکان معرف نمونه‌های آنالیز شده باشد، تأیید کنید.

الف-۲ قبل از پایش فرایند اندازه‌گیری، کاربر این استاندارد، نیازمند تعیین میانگین مقدار و کنترل محدوده‌های نمونه (QC) است. (به استانداردهای ASTM D6299 و ASTM MNL7 مراجعه شود).

الف-۳ نتایج QC را ثبت کنید و به وسیله کنترل نمودارها یا دیگر فنون آماری جهت تعیین وضعیت کنترل آماری تمامی فرایندهای آزمون تحلیل کنید (به استانداردهای ASTM D6299 و ASTM MNL7 مراجعه شود). توصیه می‌شود هر داده‌ی خارج از کنترل محرکی برای بررسی علت (علل) اصلی باشد. نتایج این بررسی ممکن است، نه البته لزوماً، به کالیبراسیون 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 آنالیز می‌شود. توصیه می‌شود تکرار آزمون QC در صورتی که تعداد بیشتری از نمونه‌ها آنالیز می‌شوند، افزایش یابد. با این وجود هنگامی که مشخص شود آزمون تحت کنترل آماری است ممکن است تکرار آزمون QC را کاهش داد (برای راهنمایی‌های بیشتر جهت کاهش تعداد آزمون QC، به استاندارد ASTM D6299 مراجعه شود). 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 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 راهنمایی‌های بیشتر در مورد QC و فنون کنترل نمودار به اسناد مربوطه مراجعه کنید (به استانداردهای ASTM D6299 و ASTM MNL7 مراجعه شود).

پیوست ب

(آگاهی‌دهنده)

تذکرات مفید برای اجرای روش آزمون این استاندارد

- ب-۱ همگن بودن نفت خام یا روغن سوختنی در ظرف نمونه بسیار مهم است تا بتوان یک آزمون معرف به‌دست آورد. در غیر این صورت احتمال حصول نتایج نادرست وجود دارد.
- ب-۲ در زیر هود کار کنید و اقدامات ایمنی مذکور در آیین‌نامه‌های ایمنی را انجام دهید.
- ب-۳ کنترل‌کننده‌های دما و رطوبت آزمایشگاهی که دستگاه ICP-AES در آن قرار دارد را بررسی کنید و شرایط را برای انجام آنالیز صحیح و دقیق بررسی کنید. مطمئن شوید که شرایط پایدار محیطی در همه مدت زمان استفاده وجود دارد.
- ب-۴ درستی غلظت‌های عنصری استانداردهای کالیبراسیون تجاری را قبل از استفاده از طریق مقایسه با استانداردهای اولیه مناسب یا با یک روش آنالیز مستقل بررسی کنید.
- ب-۵ نبود ماده مورد آزمون را در همه حلال‌ها و واکنشگرهای مورد استفاده با اسکن طول موج، بررسی کنید. توصیه می‌شود شدت خالص صفر باشد.
- ب-۶ تعداد تکرار آماده‌سازی استانداردهای کالیبراسیون را با آزمون پیدا کنید. قبل از انجام هر سری از اندازه‌گیری‌ها یا در روز اندازه‌گیری استانداردهای کاری و کنترل را به صورت تازه تهیه کنید.
- ب-۷ خطی بودن منحنی کالیبراسیون هر ماده مورد آزمون را هر سه ماه یا بیشتر بررسی کنید.
- ب-۸ مشعل‌ها را قبل از استفاده از لحاظ وجود ترک بررسی کنید و در صورت لزوم آن‌ها را تعمیر یا تعویض کنید.
- ب-۹ از مشعل‌های تمیز که عاری از توده کربن انباشته باشد، استفاده کنید.
- ب-۱۰ اگر اکسیداسیون مشاهده شود، پیچه بارگذاری را تمیز و یا تعویض کنید.
- ب-۱۱ اجازه دهید دستگاه برای مدت زمان حداقل ۳۰ min و یا بیشتر به پیشنهاد سازنده گرم شود.
- ب-۱۲ لوله‌های پمپ پرستالتیک را به صورت روزانه به منظور وجود سوراخ بررسی کنید و در صورت معیوب بودن تعویض کنید. سرعت مکش پمپ را به صورت روزانه بازرسی کنید.

ب-۱۳ بعد از هر ۵ بار پاشش نمونه یا حداقل پس از گذشت ۳۰ min از زمان آخرین آنالیز، استانداردهای شاهد و کنترل مناسب را تزریق کنید. اگر شدت خالص استانداردها به نسبت کنترل‌های قبلی ۵٪ تغییر کند، کالیبراسیون را مجدد انجام دهید.

ب-۱۴ به منظور اجتناب از اثرات تجزیه قبلی، برای مدت زمان کافی (کمتر از ۶۰ s نباشد) عملیات شستشو را انجام دهید. چنانچه بعد از چند اندازه‌گیری، یا کاهش ناگهانی در وضعیت پایدار مشاهده شود، اثرات حافظه وجود دارد.

ب-۱۵ در صورت امکان از طول موج‌های پیشنهاد شده در روش استفاده کنید. هنگامی که یک انتخاب وجود دارد، طول موج‌هایی را انتخاب کنید که شدت سیگنال آن ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ برابر حد تشخیص باشد. همچنین مطمئن شوید که طول موج‌های انتخابی تداخلی با طول موج‌های عناصر پیش‌بینی نشده نداشته باشند.

ب-۱۶ تمام تداخل‌های طیفی مورد انتظار عناصر نمونه را بررسی کنید. طبق راهنمای عملکردی سازنده، ضرایب تصحیح برای جبران تداخلات را اعمال کنید. تا حد ممکن با انتخاب هوشمندانه طول موج‌ها یا با مقایسه نتایج دو طول موج متفاوت برای عنصر یکسان از تداخلات طیفی اجتناب کنید. برای راهنمایی بخش تداخلات طیفی روش را ببینید.

ب-۱۷ هنگامی تهیه استانداردهای چند عنصری، از عدم واکنش عناصر با یکدیگر که نتیجه وجود اجزا نامحلول هستند، مطمئن شوید.

ب-۱۸ هرچند استفاده از مه‌پاش نوع باینگتون high-solid در این روش آزمون اختیاری است، ولی استفاده از آن جهت اجتناب از مشکلات گرفتگی و بسته شدن توصیه اکید می‌شود.

ب-۱۹ نمونه و استانداردها را تا حد امکان به منظور به حداقل رساندن اثرات انتقالی مه‌پاش ناشی از گرانشی بالای روغن‌ها یا اصلاح‌کننده‌های گرانشی و مواد افزودنی و نیز برای کاهش تداخلات طیفی رقیق کنید. توصیه اکید می‌شود محلول‌های استاندارد و نمونه شامل بیش از ۱۰٪ جرمی روغن نباشد.

ب-۲۰ مطمئن شوید محلول‌های استاندارد حاوی درصد جرمی مشابهی از روغن همانند محلول‌های نمونه می‌باشند. مقدار صحیح روغن را با اضافه کردن روغن پایه عاری از ماده مورد آزمون، حفظ کنید. هنگام رقیق‌سازی نسبت روغن به حلال را ثابت نگه دارید.

ب-۲۱ در حین تزریق استاندارد کاری، مشعل را جهت توده کربن انباشته بررسی کنید و تنظیمات لازم را برای حذف توده انجام دهید. این تنظیمات شامل مراحل ذیل می‌باشد:

- کاهش سرعت پمپ

- افزایش جریان گاز کمکی

- استفاده از محفظه پاشش سرد.

- رقیق سازی نمونه

- انجام دیگر تنظیمات مذکور در دستورالعمل دستگاه.

ب-۲۲ تفاوت در گرانی محلول‌های آزمون و محلول‌های استاندارد می‌تواند موجب بروز اختلاف در سرعت‌های برداشت نمونه شود که تاثیر عکس روی درستی آنالیز دارد. از روغن‌های پایه که عاری از ماده مورد آزمون بوده و در دمای اتاق دارای گرانی تا حد امکان مشابه نمونه مورد آزمون باشد، استفاده کنید. این اثرها را می‌توان با استفاده از یک پمپ پرستالتیک به حداقل رساند. استفاده از یک پمپ پرستالتیک جهت برقراری جریان ثابت از محلول به طور اکید پیشنهاد می‌شود.

کتابنامه

- [1] ASTM MNL 7, Manual on Presentation of Data and Control Chart Analysis, 6th Ed. Section 3: Control Chart for Individuals.