



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۴۴۵۴
تجدید نظر اول
۱۳۹۵

INSO
14454
1st.Revision
2017

گریس‌های روان کننده - تعیین مقدار فلزات
با روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت
شده القایی

**Lubricating greases - Determination of
metals by inductively coupled plasma
atomic emission spectrometry**

ICS: 75.100

استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۴۵۴ (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

«گریس‌های روان کننده - تعیین مقدار فلزات با روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده

القایی»

(تجدیدنظر اول)

رئیس:

سمت و/یا محل اشتغال:

هاشمی، مهدی

دانشگاه بوعلی سینا همدان

(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

ردائی، احسان

اداره کل استاندارد استان همدان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابطحی، حمید

شرکت نفت سپاهان

(کارشناسی شیمی)

بیگلری، حسن

پژوهشگاه استاندارد

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

حسینی، مجتبی

شرکت بندر آبادان ده هزار

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

رضوی، سید محمد رامین

شرکت پخش فرآورده‌های نفتی

(کارشناسی ارشد MBA)

شیخ‌علیزاده، کاملیا

پالایشگاه نفت پارس

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

صیافی، سید محمد

شرکت پالایش الموت آبادان

(کارشناسی شیمی)

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
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۳	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۴	۵ تداخلات
۵	۶ وسایل
۶	۷ مواد و/یا واکنشگرها
۷	۸ نمونه‌برداری
۷	۹ آماده‌سازی نمونه‌ها
۱۱	۱۰ آماده‌سازی دستگاه طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی
۱۲	۱۱ آماده‌سازی استانداردهای کالیبراسیون
۱۳	۱۲ کالیبراسیون
۱۳	۱۳ آنالیز نمونه‌ها
۱۴	۱۴ کنترل کیفیت / تضمین کیفیت (الزامی)
۱۴	۱۵ روش محاسبه
۱۴	۱۶ بیان نتایج
۱۴	۱۷ گزارش آزمون
۱۵	۱۸ دقت و اریبی
۱۷	پیوست الف (آگاهی دهنده) کنترل کیفیت عمومی برای انجام روش آزمون
۱۸	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «گریس‌های روان کننده- تعیین مقدار فلزات با روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای 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 ۱۴۴۵۴ : سال ۱۳۹۰ می‌شود.

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

ASTM D7303: 2012, Standard Test Method for Determination of Metals in Lubricating Greases by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

مقدمه

گریس‌های روان‌کننده در یاتاقان‌ها استفاده می‌شوند. گریس روان‌کننده متشکل از ۹۰٪ روغن، صابون یا سایر عوامل ژل‌کننده می‌باشد. بیش از ۱۲ عنصر فلزی در گریس‌ها به عنوان افزودنی جهت افزایش عملکرد یا به عنوان عوامل ژل‌کننده در گریس‌ها استفاده شده که ممکن است به صورت آلاینده نیز وجود داشته باشند. تعیین غلظت این عناصر یکی از جنبه‌های مهم تولید گریس است. همچنین مقدار فلزات، نشان‌دهنده مقدار عوامل ژل‌کننده در گریس است. به دلیل غیرقابل حل بودن نمونه گریس در حلال‌های آلی مورد استفاده در استانداردهای ASTM D4951 یا ASTM D5185 از روش‌های ارائه شده در این استانداردها نمی‌توان برای آنالیز نمونه گریس استفاده کرد. بنابراین برای اندازه‌گیری فلزات در نمونه گریس، آماده‌سازی آزمون در محلول آبی با تجزیه اسیدی انجام می‌شود.

گریس‌های روان کننده - تعیین مقدار فلزات با 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

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری فلزاتی از قبیل آلومینیوم، آنتیموان، باریوم، کلسیم، آهن، لیتیم، منیزیم، مولیبدن، فسفر، سیلیسیم، سدیم، گوگرد و روی در گریس‌های روان کننده استفاده نشده، با روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES)^۱ است.

۱-۲ این استاندارد برای فلزات آلومینیوم، آنتیموان، باریوم، کلسیم، آهن، لیتیم، منیزیم، مولیبدن، فسفر، سیلیسیم، سدیم، گوگرد و روی در گستره‌های غلظتی مذکور در جدول یک کاربرد دارد:

جدول ۱- فلزات و گستره غلظتی

غلظت، mg/kg	فلز
۱۰-۶۰۰	آلومینیوم
۱۰-۲۳۰۰	آنتیموان
۵۰-۸۰۰	باریم
۲۰-۵۰۰۰۰	کلسیم
۱۰-۳۶۰	آهن
۳۰۰-۳۲۰۰	لیتیم
۳۰-۱۰۰۰۰	منیزیم
۵۰-۲۲۰۰۰	مولیبدن
۵۰-۲۰۰۰	فسفر
۱۰-۱۵۰۰۰	سیلیسیم
۳۰-۱۵۰۰	سدیم
۱۶۰۰-۲۸۰۰۰	گوگرد
۳۰۰-۲۲۰۰	روی

1- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

۳-۱ می‌توان غلظت‌های پایین‌تر فلزات را با استفاده از مقادیر وزنی بیشتر نمونه و غلظت‌های بالاتر فلزات را با استفاده از مقادیر وزنی کمتر نمونه یا به وسیله رقیق‌تر کردن محلول نمونه (ضرایب رقیق‌سازی بزرگتر) تعیین کرد. با این حال دقت آزمون در این قبیل موارد تعیین نشده است و ممکن است از مقادیر داده شده در جدول ۲ متفاوت باشد.

۴-۱ فلزات دیگر از قبیل بیسموت، بور، کادمیم، کروم، مس، سرب، منگنز، پتاسیم، تیتانیوم و غیره نیز با این استاندارد قابل اندازه‌گیری هستند. با این حال داده‌های کافی برای مشخص کردن دقت برای این فلزات در دسترس نیست. منشاء این فلزات می‌تواند ناشی از آلودگی‌ها و یا عناصر افزوده شده به گریس‌ها باشد.

۵-۱ در طی آماده‌سازی نمونه، نمونه‌های گریس با مخلوط‌های اسیدی متنوعی تجزیه می‌شوند. تعیین مخلوط‌های اسیدی مناسب برای تمام ترکیب‌های فلزی احتمالی موجود در نمونه در دامنه شمول این استاندارد قرار نمی‌گیرد. اما اگر بعد از انحلال خاکستر، مواد نامحلول مشاهده شود، این روش آزمون برای گریس مورد آنالیز، قابل استفاده نیست چرا که ممکن است، مواد نامحلول حاوی مقداری از فلزات مورد آزمون باشد.

۶-۱ عناصری که در غلظت‌های بیشتر از حد بالای منحنی کالیبراسیون وجود دارند را می‌توان، بدون افت دقت، با رقیق‌سازی بیشتر نمونه‌های حل شده تعیین کرد.

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 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 3340, Test Method for Lithium and Sodium in Lubricating Greases by Flame Photometer

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۶۹۸: سال ۱۳۸۶، گریس‌های روان‌کننده - تعیین مقدار لیتیم و سدیم به وسیله دستگاه نورسنج شعله‌ای - روش آزمون، با استفاده از استاندارد ASTM D 3340: 2003 تدوین شده است.

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 4951, Test Method for Determination of Additive Elements in Lubricating Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۹۳۷۷: سال ۱۳۸۶، روغن‌های روان‌کننده -اندازه‌گیری عناصر مواد افزودنی در روغن‌های روان‌کننده به وسیله دستگاه طیف‌سنج نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی، با استفاده از استاندارد ASTM D 4951: 2014 تدوین شده است.

2-5 ASTM D 5185, Test method for determination of additive elements, wear metals, and contaminants in used lubricating oils and determination of selected elements in base oils by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES).

2-6 ASTM D 6299, Practice for applying statistical quality assurance techniques to evaluate analytical measurement system performance.

2-7 ASTM D 6792, Guide for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories.

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۵۹۳: سال ۱۳۹۴، فرآورده‌های نفتی -سیستم کیفیت در آزمایشگاه‌های فرآورده‌های نفتی و روان‌کننده‌ها -آزمایشگاه‌های آزمون - آئین کار، با استفاده از استاندارد ASTM D 6792: 2013 تدوین شده است.

2-8 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 اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ASTM D5185 به کار می‌رود.

۴ اصول آزمون

وزن مشخصی از نمونه گریس توزین و بعد از خاکستری در کوره در اسید حل می‌شود یا هضم ریزموج ظرف بسته^۱ انجام می‌شود. در نهایت این محلول‌های اسیدی رقیق شده با استفاده از طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی تجزیه می‌شوند. استانداردهای کالیبراسیون آبی استفاده می‌شوند. محلول‌ها به

1- Closed vessel microwave digestion

طریق پاششی یا توسط پمپ پریستالتیک به دستگاه ICP وارد می‌شوند. با مقایسه شدت‌های نشر عناصر آزمون با استانداردهای کالیبراسیون، غلظت‌های عناصر آزمون محاسبه می‌شوند.

یادآوری- اطلاعات بیشتر در مورد استفاده از طیف‌سنج نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی در استاندارد ASTM D7260 ارائه شده است.

۵ تداخلات

۱-۵ تداخل طیفی، به طور معمول با انتخاب بهترین طول موج‌های تجزیه‌ای می‌توان از تداخلات طیفی اجتناب کرد. هنگامی که طول موج‌های ارائه شده در جدول ۳ استفاده شود، هیچ‌گونه تداخل طیفی شناخته شده‌ای بین عناصر تحت پوشش این استاندارد مشاهده نمی‌شود، با این حال اگر تداخلات طیفی از ناحیه دیگر عناصر مداخله کننده یا انتخاب دیگر خطوط طیفی وجود داشته باشند، تداخلات را با استفاده از روش‌های شرح داده شده در استاندارد ASTM D5185 تصحیح کنید.

۱-۱-۵ به منظور به دست آوردن و اعمال ضرایب تصحیح برای جبران تداخلات، به راهنمای عملکردی سازنده دستگاه مراجعه شود.

جدول ۳- طول موج‌های پیشنهادی برای تعیین عناصر در نمونه‌های گریس

عناصر	طول موج
آلومینیوم	۱۶۷,۰۳۸، ۳۰۸,۲۲، ۳۹۶,۱۵، ۳۰۹,۲۷
آنتیموان	۲۰۶,۸۳، ۲۱۷,۵۸، ۲۳۱,۱۵
باریم	۲۲۳,۵۳، ۲۳۳,۵۲۷، ۴۵۵,۴۰، ۴۹۳,۴۱
کلسیم	۳۱۵,۸۸، ۳۱۷,۹۳، ۳۶۴,۴، ۳۹۶,۸۵، ۴۲۲,۶۷
آهن	۲۳۸,۲۰، ۲۵۹,۹۴
لیتیم	۶۷۰,۷۸، ۶۱۰,۳۶، ۴۶۰,۲۹
منیزیم	۲۷۹,۰۸، ۲۷۹,۵۵، ۲۸۰,۲۷۸، ۲۸۵,۲۱
مولیبدن	۱۳۵,۳۸۷، ۲۰۲,۰۳، ۲۸۱,۶۲
فسفر	۱۷۷,۵۱، ۱۷۸,۲۹، ۲۱۳,۶۲، ۲۱۴,۹۱، ۲۵۳,۴۰
سیلیسیم	۲۸۸,۱۶، ۲۵۱,۶۱۸
سدیم	۵۸۹,۵۹۵
گوگرد	۱۸۲,۰۴، ۱۸۰,۷۳، ۱۸۲,۶۳
روی	۲۰۲,۵۵، ۲۰۶,۲۰، ۲۱۳,۸۶، ۳۳۴,۵۸، ۴۸۱,۰۵

۲-۵ تداخلات شیمیایی، اگر نمونه گریس حاوی افزودنی‌های دیرگداز از قبیل سیلیس یا مولیبدن باشد، احتمال اینکه بعضی از این عناصر در باقی‌مانده به صورت نامحلول بمانند وجود داشته و ممکن است به بازیابی‌های کمتر منجر شود.

۱-۲-۵ اگر از هیدروفلوریک اسید برای انحلال باقیمانده‌های گریس استفاده شود، ممکن است فلزاتی از قبیل سیلیسیم به صورت SiF_6 از دست بروند. باقی‌مانده هیدروفلوریک اسید نیز می‌تواند اثر مخرب بر روی سیستم پاشنده دستگاه طیف‌سنجی داشته باشد. اثر هیدروفلوریک اسید را می‌توان با اضافه کردن بوریک اسید رقیق شده به محلول اسیدی از بین برد.

۲-۲-۵ اگر برای آماده‌سازی نمونه از روش خاکستری خشک استفاده شود، عناصری مانند گوگرد در طی سوختن، تبخیر می‌شوند.

۶ وسایل

۱-۶ ترازوی تجزیه‌ای، با قابلیت توزین تا حد 0.001 g یا 0.0001 g ، با ظرفیت 150 g .

۲-۶ طیف‌سنجی نشر اتمی جفت شده با پلاسمای القایی، هر یک از طیف‌سنج‌های ترتیبی و یا پیوسته در صورت مجهز بودن به مشعل کوارتز و یک مولد رادیو فرکانس جهت تشکیل و پایداری پلازما مناسب هستند. طول موج‌های پیشنهادی برای اندازه‌گیری فلزات در محلول‌های گریس حل شده در جدول ۳ ارائه شده است.

۳-۶ پمپ پریستالتیک، (پیشنهادی)، استفاده از یک پمپ پریستالتیک جهت فراهم کردن جریان ثابت محلول به طور اکید توصیه می‌شود، سرعت پمپ کردن باید در گستره 0.5 ml/min تا 3 ml/min باشد. لوله‌های پمپ باید قادر باشند حداقل 6 h در معرض حلال مقاومت کنند.

۴-۶ ظرف محلول نمونه، ویال‌های شیشه‌ای یا پلی‌اولفینی یا بطری‌هایی با ظرفیت مناسب همراه با درپوش سرپیچ‌دار بدون روکش‌های فلزی.

۵-۶ گرم‌خانه ریزموج^۱، گرم‌خانه‌های ریزموج آزمایشگاهی تجارتي با قدرت کافی (برای مثال حداقل W ۱۰۰۰) مناسب می‌باشند. ظروف هضم ریزموج نیز به صورت تجاری قابل دسترس می‌باشند.

۶-۶ سامانه ریزموج هضم نمونه، همراه با ظروف پلی‌تترافلورواتیلنی (PTFE) بسته‌عاری از سیلیسیم. ضروری است ظروف قادر به تحمل فشار ایجاد شده از هضم 0.2 g نمونه باشند. (فشار در ظروف 100 ml و 0.2 g نمونه به بیش از 100 psi می‌رسد). استفاده از سامانه‌های هضم ریزموجی نمایش دهنده دما و فشار جهت ایمنی و درستی آماده‌سازی نمونه پیشنهاد می‌شوند.

۶-۷ در این روش آزمون مواد دربردارنده اسیدها و نمونه‌ها باید از جنس مواد پلیمری بی اثر مناسب (برای مثال PFA و TFM) که نسبت به امواج ریزموج، شفاف بوده و در برابر واکنشگرها مقاوم باشند. برای توانمندی در فشارهای بالاتر، جهت استحکام، دوام و ایمنی ممکن است ظرف دارای لایه‌های درونی از دیگر مواد شفاف به ریزموج‌ها باشد. توصیه می‌شود حجم درونی ظروف حداقل ۴۵ ml و قادر به تحمل فشارهای دست کم ۳۰ atm و با قابلیت آزادسازی کنترل شده فشار باشند. این ویژگی‌ها ظروف واکنشی مناسب، ایمن و بادوام را فراهم می‌آورند که در طراحی‌های مناسب توسط بسیاری از تولیدکنندگان در دسترس می‌باشند.

۶-۸ صفحه چرخان، برای اطمینان از توزیع یکنواخت تابش ریزموج به کل سامانه توصیه می‌شود سرعت صفحه حداقل ۳ r/min باشد.

۶-۹ ظروف احتراق، ظروف تبخیر پلاتینی یا ویکور^۱ با گنجایش ۲۵۰ ml.

۶-۱۰ بالن‌های حجم‌سنجی، پلی پروپیلنی یا دیگر مواد مشابه با گنجایش ۲۵ ml و ۵۰ ml.

۶-۱۱ کوره الکتریکی، با قابلیت کنترل دما در دمای $(25 \pm 5)^\circ C$ و به اندازه کافی برای قرار دادن چند بشر ۲۵۰ ml. توانایی ورود اکسیژن مزیتی برای کوره محسوب می‌شود و یک ویژگی اختیاری است.

۶-۱۲ لامپ گرم کننده، لامپ گرم کننده مادون قرمز تجارتي.

۷ مواد و/یا واکنشگرها

۷-۱ خلوص واکنشگرها، در همه آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با درجه خلوص واکنشگر استفاده شود. ممکن است از درجه‌های دیگر نیز استفاده شود، به شرط آنکه خلوص ماده به حد کافی بالا باشد تا اندازه‌گیری، بدون کاهش درستی آن انجام شود.

۷-۲ سولفوریک اسید غلیظ، H_2SO_4

هشدار- باعث سوختگی‌های شدید شده و به شدت خورنده می‌باشد.

۷-۳ نیتریک اسید غلیظ، HNO_3

هشدار- باعث سوختگی‌های شدید شده و به شدت خورنده می‌باشد.

۷-۴ هیدروکلریک اسید غلیظ، HCl

هشدار- باعث سوختگی‌های شدید می‌شود.

۷-۵ هیدروفلوئوریک اسید، HF

هشدار- باعث سوختگی‌های شدید می‌شود.

۶-۷ محلول‌های استاندارد آبی، استانداردهای تک عنصری آبی جداگانه با غلظت‌های ۱۰۰ mg/l از فلزات مورد اندازه‌گیری. این استانداردها با انحلال ترکیبات فلزی خالص در آب یا اسیدهای رقیق شده تهیه می‌شوند. همچنین می‌توان این استانداردها را به صورت تجاری خریداری کرد.

۱-۶-۷ استفاده از استانداردهای آبی چند عنصری مجاز است.

۲-۶-۷ استاندارد داخلی، محلول‌های آبی کبالت، ایندیوم، اسکاندیوم، ایتیریم یا دیگر استانداردهای تک عنصری با غلظت اسمی ۵۰۰ mg/kg، که از اجزاء سازنده آزمون گریس یا استاندارد کالیبراسیون نباشند.

۷-۷ آب، آب مقطر یا آب یون‌زدایی شده، آب مورد استفاده باید آب درجه ۲، مطابق با استاندارد ASTM D1193 باشد.

۸-۷ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)، به طور ترجیحی بخش‌هایی از یک یا چند ماده گریس که پایدار و معرف نمونه‌های مورد آزمون هستند. این نمونه‌های کنترل کیفیت را می‌توان برای کنترل اعتبار فرایند آزمون مطابق با بند ۱۴ استفاده کرد.

۸ نمونه‌برداری

هدف از نمونه‌برداری، به دست آوردن نمونه‌ای است که بیانگر نمونه واقعی باشد، بنابراین نمونه‌برداری را مطابق با استاندارد ASTM D4057 انجام دهید. فنون نمونه‌برداری خاص می‌تواند بر درستی این روش آزمون موثر باشد.

۹ آماده‌سازی نمونه‌ها

۱-۹ هضم خاکستر سولفات

۱-۱-۹ به طور تقریبی مقدار $g (1 \pm 0.1)$ تا $g (2 \pm 0.1)$ نمونه گریس را در ظروف پلاتینی یا ویکور با اندازه مناسب وزن کنید. نمونه را بر روی صفحه داغ تا زمانی که به $0.5 g$ کاهش پیدا کند، بسوزانید. استفاده از یک لامپ گرم کننده برای کمک به این فرایند مجاز است.

۲-۱-۹ پس از خنک شدن باقیمانده حاصل از سوختن، $1 ml$ تا $2 ml$ سولفوریک اسید غلیظ اضافه کرده و به دقت بر روی صفحه داغ حرارت دهید و تا مادامی که دودی متصاعد نشود حرارت دادن را ادامه دهید. مواظب باشید محتوای ظرف به بیرون نپاشد.

۳-۱-۹ نمونه حاصل از سوختن را در کوره با دمای $^{\circ}C (525 \pm 25)$ تا هنگامی که اکسیداسیون کربن کامل شود، قرار دهید. این مرحله در حدود $2 h$ طول می‌کشد.

۹-۱-۴ اگر باقی مانده سیاه رنگ باشد نشان دهنده کامل نبودن خاکستری است، در این صورت زیربند ۹-۱-۲ را جهت سولفاته شدن کامل، تکرار کنید.

۹-۱-۵ در حدود ۵ ml از نیتریک اسید غلیظ، هیدروکلریک اسید غلیظ و یا دیگر اسیدهای معدنی مناسب را به باقیمانده اضافه کنید و تا انحلال جامدات باقی مانده به آرامی حرارت دهید.

۹-۱-۶ محلول را با آب یونزدایی شده تا خط نشانه در بالن‌های حجمی ۲۵ ml یا ۵۰ ml رقیق کنید. یادآوری- رقیق‌سازی ممکن است بر اساس حجمی و یا وزنی انجام شود.

۹-۲ هضم با گرم‌خانه ریزموج ظرف بسته

۹-۲-۱ به دقت در حدود ۰/۱ g تا ۱ g نمونه گریس را در ظروف هضم پلی تترافلورو اتیلنی (PTFE)^۱ که دارای مکانیسم کاهش فشار است، وزن کنید. ۴ ml از نیتریک اسید غلیظ، هیدروکلریک اسید غلیظ یا سایر اسیدهای معدنی مناسب را اضافه کنید.

یادآوری ۱- هنگام هضم نمونه‌های حاوی ترکیبات فرار و یا ترکیبات آلی آسان اکسید شونده، قبل از گذاشتن درپوش ظرف، با احتیاط واکنش را ببینید، اگر واکنش نمونه‌ای که کمتر از ۰/۱ g وزن دارد شدید بود، اجازه دهید واکنش‌ها انجام شده و بعد در ظرف را ببندید. اگر هم واکنشی رخ نداد، نمونه‌ای بیشتر از ۱ g را می‌توان به کار برد.

یادآوری ۲- بعضی از مدل‌های گرم‌خانه ریزموج قادرند همزمان چندین ظروف هضم نمونه را فراوری کنند.

۹-۲-۲ کنترل دمای دستگاه‌های ریزموج دارای ظروف بسته اصلی‌ترین مکانیسم کنترلی روش آزمون به شمار می‌آید. کنترل دمایی نیازمند حسگرهایی است که در طی آنالیز در یک یا چند ظرف قرار گرفته باشند. توصیه می‌شود سامانه‌های تجزیه ریزموج، دما را در حد $\pm 2,5^{\circ}C$ حس کنند و امکان تنظیم قدرت خروجی ریزموج در مدت ۲s را داشته باشند.

۹-۲-۳ همه ظروف هضم و بالن‌های حجمی باید با دقت با اسید شسته و با آب فوق خالص آبکشی شوند. توصیه می‌شود همه ظروف هضم (فقط روکشهای از جنس پلیمرهای فلئوئوری)، هنگامی که تجزیه را از نمونه‌های با غلظت بالا به نمونه‌های با غلظت پایین تغییر می‌دهیم، به ترتیب با هیدروکلریک اسید (۱ + ۱) داغ (با دمای بیشتر از $80^{\circ}C$ اما کمتر از دمای جوش) برای مدت زمان حداقل ۲ h و سپس با نیتریک اسید (۱ + ۱) داغ (با دمای بیشتر از $80^{\circ}C$ اما کمتر از دمای جوش) برای حداقل ۲ h شستشو داده شوند و با آب فوق خالص آبکشی و در محل تمیز خشک شوند. توصیه می‌شود این فرایند تمیز کردن، قبل از استفاده ظروف هضم نامعلوم و یا ظروف مشکوک به آلودگی استفاده شود. توصیه می‌شود بالن‌های حجمی شیشه‌ای و یا پلیمری و ظروف نگه‌داری با اسیدهای رقیق‌تر (به طور تقریبی کسر حجمی ۱۰٪) مناسب برای پلاستیک‌ها شستشو داده شده و با آب فوق خالص آبکشی و در محل تمیز خشک شوند.

۹-۲-۳-۱ می‌توان از دیگر روش‌های تمیز کردن نیز در صورت رضایتمند بودن استفاده کرد.

۹-۲-۴ توصیه می‌شود آزمایشگر از پتانسیل واکنش‌های شدید آگاه باشد. اگر واکنش‌های شدیدی در ابتدای اضافه کردن واکنشگر رخ دهد یا به وجود مواد آسان اکسید شونده در نمونه شک وجود داشته باشد، اجازه دهید نمونه در ظرف هضم بدون درپوش، پیش هضم شود. در این مرحله، به‌منظور لحاظ کردن مسائل ایمنی (برای مثال آزاد شدن سریع کربن دی‌اکسید از کربنات‌ها، مواد آلی آسان اکسید شونده و ...) می‌توان حرارت را بیشتر کرد. هنگامی که واکنش اولیه متوقف شد، می‌توان روش هضم نمونه را ادامه داد.

۹-۲-۵ ظرف را مطابق با دستورالعمل سازنده ببندید. مطابق با توصیه سازنده ظرف را به طور صحیح در سامانه ریزموج قرار دهید و حسگرهای دما و فشار مناسب را مطابق با مشخصات سازنده به ظرف متصل کنید.

۹-۲-۶ کنترل فشار برای یک ماتریس خاص زمانی قابل استفاده است که شرایط دستگاه از طریق کنترل دما ثابت شده باشد. به دلیل اینکه هر ماتریس واکنش‌های متفاوتی را دارا می‌باشد، باید یک روش کار مبتنی بر کنترل دما برای هر نوع ماتریس خاص، قبل استفاده از سامانه کنترل فشار تدوین شود. در پایان برنامه ریزموج، اجازه دهید ظروف برای حداقل ۵ min قبل از بیرون آوردن آن‌ها از سامانه ریزموج، خنک شوند.

۹-۲-۷ برنامه گرم‌خانه ریزموج را برای گرم کردن در ۱۲۵ W به مدت ۱۵ min و سپس افزایش به ۱۹۰ W وات به مدت ۱۵ min دیگر تنظیم کنید.

یادآوری ۱- ممکن است مدل‌های مختلف گرم‌خانه ریزموج مستلزم برنامه‌ی دمایی متفاوتی باشند.

یادآوری ۲- باید دقت کافی به عمل آید تا دما و فشار داخلی در حد توانایی ظروف هضم مورد استفاده، نگه داشته شود. گرما و فشار بیش از حد سبب تغییر شکل و نشست ظروف هضم تحت فشار می‌شود.

۹-۲-۸ جزئیات مربوط به توصیه‌های ایمنی که مختص نوع سامانه هضم ریزموج هستند، در دامنه شمول این استاندارد نیست. به کاربر این روش آزمون توصیه می‌شود راهنمای دستگاه و منابع دیگر را برای عملکرد ایمن سامانه هضم مطالعه کند و نیز از هضم نمونه‌هایی که خارج از هدف و دامنه کاربرد این استاندارد هستند پرهیز کند چرا که ممکن است فشارهای مکانیکی بالاتر از ظرفیت ظروف ایجاد شده و سبب شکستگی ظروف و تخریب سامانه هضم شود.

هشدار ۱- هنگام جابجایی ظروف پس از گرم شدن به دلیل اینکه، آن‌ها دارای فشار داخلی بالایی می‌باشند، احتیاط کنید.

هشدار ۲- لایه‌های بیرونی ظروف اغلب همانند مواد روکش در برابر اسیدها و یا واکنشگرها مقاوم نیستند و باید برای حفظ عملکرد و ایمنی مورد نیاز دچار تخریب فیزیکی یا زوال شیمیایی نشوند. ممکن است آزمایش‌های معمول مواد ظروف برای اطمینان از استفاده ایمن آن‌ها نیاز باشد.

هشدار ۳- یکی دیگر از نگرانی‌های ایمنی، مربوط به استفاده از ظرف دربسته بدون کاهنده فشار می‌باشد. دما یک متغیر مهم کنترلی برای واکنش است. رسیدن به دماهای بالا مستلزم فشار است، اما باید نکات ایمنی رعایت شود. با این حال بسیاری از ظروف هضم ساخته شده از پلیمرهای بی‌اثر مناسب، ممکن است وقتی تحت فشارهای خاصی قرار می‌گیرند دچار شکاف، ترکیدگی و انفجار شوند. فقط ظروف پلیمری بی‌اثر مناسب (از قبیل PFA یا TFM و سایر) با مکانیسم کاهش فشار یا ظروف دارای روکشی از جنس مواد پلیمری مناسب با مکانیسم کاهش فشار قابل قبول هستند. بنابراین توصیه می‌شود کاربران از گرم‌خانه‌های ریزموج خانگی (آشپزخانه) استفاده نکنند یا برای هضم‌های اسیدی ریزموج به وسیله این روش آزمون از به‌کار بردن ظروف بسته شونده نامناسب بدون مکانیسم کاهش فشار اجتناب کنند. برای جلوگیری از خطرات ایمنی از تجهیزات ریزموج با درجه آزمایشگاهی استفاده کنید.

هشدار ۴- توصیه می‌شود آزمایشگاه‌ها از گرم‌خانه‌های ریزموج خانگی در این روش آزمون استفاده نکنند. چند مسأله ایمنی قابل توجه است. اول، هنگامی که از یک اسید مانند نیتریک اسید برای هضم نمونه در ظروف بسته در واحد ریزموج استفاده می‌شود، احتمال خوردگی ابزار ایمنی که از خاموش شدن سامانه الکترونیکی ریزموج در هنگام باز بودن درب آن جلوگیری می‌کند، وجود دارد. که در نتیجه آن ممکن است کاربر در معرض انرژی ریزموج قرار گیرد. استفاده از یک سامانه دارای ابزار ایمنی ایزوله و مقاوم در برابر خوردگی از بروز آن جلوگیری می‌کند.

هشدار ۵- به طور معمول در طی فرایند هضم بخارهای اکسیدهای نیتروژن سمی، هیدروژن فلوراید و کلر سمی (در اثر افزایش هیدروکلریک اسید) ایجاد می‌شوند. بنابراین همه مراحل مربوط به باز کردن ظروف ریزموج یا ظروف ریزموج باز باید با تهویه مناسب انجام شوند.

هشدار ۶- توصیه می‌شود آزمایشگر جهت حفاظت از دست‌ها از دستکش و محافظ صورت استفاده کند، و نباید هیچ‌گاه اجازه دهد محلول‌های حاوی اسید با پوست و ریه‌ها تماس پیدا کنند.

۹-۲-۹ بعد از کامل شدن چرخه گرمادهی، ظروف تحت فشار گرما داده شده را برای حداقل یک ساعت در حمام یخ قرار داده تا خنک شوند. به طور کمی نمونه حل شده را به بالن حجمی ۲۵ ml منتقل کرده و با آب یون‌زدایی شده به حجم برسانید (به یادآوری زیربند ۹-۱-۶ مراجعه شود).

یادآوری ۱- هنگام باز کردن ظرف تحت فشار، باید دقت داشت تا محتویات آن به بیرون پرتاب نشود.

یادآوری ۲- در پایان مراحل انحلال فوق‌الذکر، اگر نمونه گریس حاوی فلزات دیرگدازی از قبیل سیلیسیم، مولیبدن، باریم و غیره باشد، ممکن است مقداری باقیمانده‌های نامحلول وجود داشته باشد. در چنین مواردی ممکن است استفاده از هیدروفلوئوریک اسید، جهت انحلال مواد باقیمانده لازم باشد. اگر هیدروفلوئوریک اسید استفاده می‌شود، باید طی مراحل انحلال از لوازم آزمایشگاهی مقاوم در برابر هیدروفلوئوریک اسید استفاده شود. همچنین توصیه می‌شود اگر سیلیسیم اندازه‌گیری می‌شود برای به حداقل رساندن آسیب به اجزاء شیشه‌ای (مرطوب شونده با محلول) طیف‌سنج نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی از سامانه ورودی نمونه مقاوم در برابر HF، استفاده شود. ممکن است بعد از هضم مقداری باقیمانده آلی نیز در ظروف هضم ریزموج باقی بمانند، آن‌ها را می‌توان به صورت باقیمانده‌های آلی امتزاج ناپذیر شناور یا «حلقه‌ای» در اطراف سطح مایع ظرف هضم ریزموج شناسایی کرد که به احتمال زیاد از ماده مورد تجزیه عاری بوده و حاوی هیچ فلزی نیست.

۱۰ آماده‌سازی دستگاه طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی

۱-۱۰ دستگاه

طراحی‌های مختلف برای دستگاه‌ها، منابع تحریک مختلف برای طیف‌سنج‌های نشر اتمی القایی و تفاوت در طول موج‌های انتخابی تجزیه‌ای برای طیف‌سنج‌ها، در عمل تعیین جزئیات مربوط به شرایط عملیاتی را غیرممکن می‌سازد. از دستورالعمل‌های سازنده برای کارکرد دستگاه استفاده کنید.

۱-۱۰-۲ پمپ پرستالتیک

اگر از پمپ پرستالتیک استفاده می‌شود، لوله‌های پمپ را بررسی کرده و در صورت لزوم قبل از شروع استفاده، آن‌ها را تعویض کنید. سرعت مکش محلول را بررسی کنید و سرعت مطلوب را تنظیم کنید.

۱-۱۰-۳ منبع تحریک ICP

منبع پلاسما را حداقل ۳۰ min قبل از اجرای آنالیز روشن کنید. در طی گرم شدن آب یا محلول اسیدی رقیق شده (۵٪) را مه‌پاش کنید.

یادآوری- برخی از سازندگان دستگاه حتی مدت زمان گرم کردن بیشتری را جهت به حداقل رساندن تغییرات در شیب منحنی‌های کالیبراسیون پیشنهاد می‌کنند.

۱-۱۰-۴ پایش طول موج

هرگونه پایش طول موج که در عملکرد معمولی دستگاه مشخص شده است را اجرا کنید.

۱-۱۰-۵ 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 (به زیربند ۵-۱ مراجعه شود) و زمان انتگرال‌گیری. انتگرال‌گیری‌های چندتایی (به طور نمونه ۳ بار) برای هر اندازه‌گیری مورد نیاز هستند. زمان یک اندازه‌گیری نوعی ۱۰ s می‌باشد.

یادآوری- شرایط عملیاتی دستگاه به شرح ذیل می‌باشد. از دیگر شرایط مشخص شده برای سایر دستگاه‌ها می‌توان استفاده کرد.

قدرت	۱۱۰۰-۱۵۰۰w
گاز خنک‌کننده، آرگون	۱۲-۱۷ l/min
گاز کمکی، آرگون	۰٫۲-۱ l/min
گاز مه‌پاش، آرگون	۰٫۷-۱٫۱ l/min
سرعت مکش نمونه	۱-۲ ml/min

۱۱ آماده‌سازی استانداردهای کالیبراسیون

۱-۱۱ استاندارد شاهد

محلول شاهدی را با اضافه کردن غلظت‌های یکسانی از اسیدهای رقیق شده مورد استفاده برای انحلال نمونه (به طور معمول نیتریک اسید ۵٪) تهیه کنید.

۲-۱۱ استانداردهای کاری

استانداردهای کاری را با رقیق کردن محلول‌های استاندارد ذخیره (به زیربند ۶-۷ مراجعه شود) تا سطح مناسب، به طور معمول غلظت ۱ mg/l تا ۱۰ mg/l، با محلول نیتریک اسید تهیه کنید.

۳-۱۱ استانداردهای کنترلی

استانداردهای کنترلی را به همان روش استانداردهای کاری آماده کنید طوری که غلظت عناصر در استانداردهای کنترلی مشابه غلظت عناصر در محلول‌های آزمون باشد.

۴-۱۱ محلول‌های ذخیره استانداردهای داخلی (اختیاری)

۱-۴-۱۱ ممکن است استاندارد داخلی تک عنصری انتخاب شده توسط آزمایش‌گر تحت تأثیر امکانات دستگاه ICP- AES در دسترس (طول موج‌های در دسترس، حساسیت) قرار بگیرد. توصیه می‌شود تک عنصر انتخاب شده به عنوان استاندارد داخلی، از اجزاء سازنده نمونه گریس مورد آزمون یا استاندارد کالیبراسیون نباشد. در جدول ۳ برخی از استانداردهای داخلی که به طور معمول استفاده می‌شوند و طول‌موج‌های پیشنهادی و غلظت‌های تقریبی مورد استفاده برای این روش آزمون ارائه شده است.

۲-۴-۱۱ محلول ذخیره استاندارد داخلی را از مواد استاندارد تک عنصری ۵۰۰ mg/kg و رقیق‌سازی مناسب با محلول اسیدی رقیق تهیه کنید. غلظتی را تهیه کنید که به طور تقریبی ۵۰ برابر غلظت موردنیاز در آزمون گریس و استاندارد کاری باشد. محلول ذخیره استاندارد داخلی را به صورت هفتگی و تازه تهیه کنید.

جدول ۳- استانداردهای داخلی^a

غلظت تقریبی برای استفاده mg/kg	طول موج‌های پیشنهادی nm	استاندارد داخلی
۵	۲۳۸٫۸۹۲	کبالت
۱۰	۲۳۰٫۶۱	ایندیم
۱-۲	۳۶۱٫۳۸۳، ۲۵۵٫۲۳۷	اسکاندیوم
۱-۵	۳۷۱٫۰۲۹، ۳۱۷٫۳۰۶، ۲۴۴٫۳۰۶	ایتیریم

^a استفاده از سایر استانداردهای داخلی، طول‌موج‌ها و غلظت‌های تقریبی مجاز است.

۱۲ کالیبراسیون

۱-۱۲ گستره خطی باید یکبار برای دستگاه مورد استفاده تعیین شود. این کار با پاشش استانداردهای میانی بین استاندارد شاهد و کاری و ترزیک استانداردهای حاوی غلظت‌های بالاتر از استانداردهای کاری انجام می‌شود. آنالیز محلول‌های آزمون باید در گستره خطی پاسخ انجام شود.

۲-۱۲ در آغاز آنالیز هر دسته از آزمون‌ها، یک کالیبراسیون دو نقطه متشکل از استاندارد شاهد و کاری را اجرا کنید. با استفاده از استاندارد کنترلی، کالیبره بودن هر عنصر را تعیین کنید. هنگامی که نتایج به دست آمده از استاندارد کنترلی در محدوده ۵٪ غلظت‌های مورد انتظار برای همه عناصر باشد، تجزیه آزمون را انجام دهید. در غیر این صورت تنظیمات مورد نیاز دستگاه را انجام داده و مجدد کالیبراسیون را تکرار کنید. این فرایند را بعد از هر ۵ نمونه با استاندارد کنترلی تکرار کنید.

۳-۱۲ ضرایب کالیبراسیون را از نسبت شدت‌ها محاسبه کنید. روش دیگر استفاده از برنامه‌های رایانه‌ای ارائه شده توسط سازندگان دستگاه، برای کالیبره کردن دستگاه می‌باشد.

۱۳ آنالیز نمونه‌ها

۱-۱۳ حدود تشخیص طیف‌سنج نشر اتمی جفت شده القایی را برای همه عناصر موردنظر به شرح زیر تعیین کنید:

یک محلول شاهد اسیدی رقیق را با افزودن $1000 \mu\text{l}$ محلول ذخیره استاندارد داخلی با پیپت به بالن حجمی 50 ml و پرکردن آن تا خط نشانه با اسید رقیق تهیه کنید. درپوش آن را گذاشته و به خوبی تکان دهید. این محلول را تحت شرایط/پارامترهای یکسان با تجزیه استانداردهای کالیبراسیون دو نقطه‌ای به صورت متوالی ۱۰ بار انجام دهید. با نرم‌افزار دستگاه ICP، انحراف استاندارد نتایج ۱۰ بار اندازه‌گیری را برای عناصر مورد نظر تعیین کنید. حد تشخیص هر عنصر با ضرب نمودن انحراف استاندارد آن در عدد ۳ به دست می‌آید. توصیه می‌شود حدهای تشخیص را روزانه بعد از انجام کالیبراسیون تعیین کنید.

۲-۱۳ محلول‌های آزمون را به همان روش استانداردهای کالیبراسیون (زمان انتگرال‌گیری مشابه، نقاط تصحیح زمینه (اختیاری)، شرایط پلاسما و ...). آنالیز کنید. بین آزمون‌ها برای مدت زمان حداقل 60 s آب را مه‌پاش کنید.

۳-۱۳ هنگامی که غلظت هر گونه مورد آزمون بیش از گستره خطی کالیبراسیون است، آزمون را رقیق کرده تا به گستره کالیبراسیون برسد و سپس مجدد آنالیز کنید.

۴-۱۳ استاندارد کنترلی را بعد از پاشش پنج نمونه، آنالیز کنید. اگر نتیجه در محدوده ۵٪ غلظت‌های مورد انتظار قرار نداشت، اقدامات اصلاحی را انجام داده، کالیبراسیون را تکرار کنید و محلول‌های آزمون را بعد از آخرین استاندارد کنترلی قابل قبول دوباره آنالیز کنید.

۱۴ کنترل کیفیت / تضمین کیفیت (الزامی)

- ۱-۱۴ عملکرد دستگاه و روش انجام آزمون را با آنالیز نمونه کنترل کیفیت تأیید کنید.
- ۱-۱-۱۴ وقتی که آیین‌نامه‌های کنترل کیفیت (QC) / تضمین کیفیت (QA) از قبل برای تسهیل آزمون تدوین شده باشند، می‌توانند هنگام تأیید قابل اعتماد بودن نتایج استفاده شوند.
- ۱-۱-۲ در صورت نبود این آیین‌نامه‌ها، می‌توان از پیوست الف به عنوان سیستم QA/QC استفاده کرد. یادآوری - برای راهنمایی‌های بیشتر در مورد آیین‌نامه‌های QA/QC به استاندارد ASTM D6792 مراجعه شود.
- ۱-۱-۲ توصیه می‌شود کاربران این روش آزمون با مرکز یا مراکزی که توان اجرای مفاد پیوست الف-۱ را دارند، قرارداد داشته باشند.

۱۵ روش محاسبه

غلظت‌های عناصر را با ضرب کردن غلظت‌های تعیین شده برای محلول آزمون رقیق شده در ضریب رقیق‌سازی محاسبه کنید. غلظت‌های عناصر را می‌توان به صورت دستی و در صورت در دسترس بودن امکانات نرم‌افزاری توسط نرم افزار دستگاه محاسبه کرد.

۱۶ بیان نتایج

غلظت‌ها را برحسب درصد جرمی یا mg/kg تا سه رقم معنی‌دار گزارش کنید.

۱۷ گزارش آزمون

- گزارش آزمون حداقل باید شامل اطلاعات زیر باشد:
- ۱-۱۷ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛
- ۲-۱۷ تمام اطلاعات مورد نیاز برای شناسایی نمونه مورد آزمون؛
- ۳-۱۷ نتایج آزمون، شامل نتایج اندازه‌گیری‌های مجزا و میانگین آن‌ها که به صورت مشخص شده در هر قسمت محاسبه و طبق بند ۱۶ بیان شده‌اند؛
- ۴-۱۷ هرگونه انحراف از روش آزمون که ممکن است بر نتایج تاثیرگذار باشد؛
- ۵-۱۷ تاریخ آزمون.

۱۸ دقت و اریبی^۱

۱-۱۸ دقت

دقت این روش آزمون با تجزیه و تحلیل آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی تعیین شده است.

۲-۱۸ 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 به دست آمده است که فقط در یک مورد از بیست مورد، از مقادیر جدول ۲ بیشتر از حد مجاز است.

۳-۱۸ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و منفرد که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت با مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است که فقط در یک مورد از بیست مورد، از مقادیر جدول ۲ بیشتر از حد مجاز است.

۴-۱۸ اریبی

به دلیل نبود مواد مرجع، بنابراین اریبی را نمی‌توان محاسبه کرد.

جدول ۲- دقت تجزیه گریس

تجدید پذیری	تکرار پذیری	گستره mg/kg	عناصر
$۶,۸۱۵۶X^{۰/۹}$	$۰,۲۱۶۳X^{۰/۹}$	۱۰-۶۰۰	آلومینیوم
$۴,۶۸۰۹X^{۰/۸۱۹۱}$	$۰,۳۰۵۱X^{۰/۸۱۹۱}$	۱۰-۲۳۰۰	آنتیموان
$۲,۹۵۰۳X^{۰/۷۵۲۸}$	$۰,۳۱۶۵X^{۰/۷۵۲۸}$	۵۰-۸۰۰	باریم
$۳,۰۵۷۱X^{۰/۷۰۶۷}$	$۲,۲۸۵۳X^{۰/۷۰۶۷}$	۲۰-۵۰۰۰	کلسیم
$۲,۵۷۳۷X^{۰/۷۴۷۵}$	$۰,۸۸۰۸X^{۰/۷۴۷۵}$	۱۰-۳۶۰	آهن
$۰,۱۴۷۶X^{۱/۰۳۵۲}$	$۰,۰۷۲۰X^{۱/۰۳۵۲}$	۳۰۰-۳۲۰۰	لیتیم
$۲,۶۱۵۵X^{۰/۶۸۱۳}$	$۰,۶۶۲۰۷X^{۰/۶۸۱۳}$	۳۰-۱۰۰۰۰	منیزیم
$۰,۴۷۱۷X^{۰/۹۴۷۴}$	$۰,۱۷۳۱X^{۰/۹۴۷۴}$	۵۰-۲۲۰۰۰	مولیبدن
$۴,۰۷۵۸X^{۰/۶۷۴۰}$	$۱,۲۴۶۵X^{۰/۶۷۴۰}$	۵۰-۲۰۰۰	فسفر
$۴,۸۰۹۹X^{۰/۹۹۳۵}$	$۱,۳۸۵۹X^{۰/۹۹۳۵}$	۱۰-۱۵۰۰۰	سیلیسیم
$۱۱,۵۷۱X^{۰/۵}$	$۶,۵۷۶۰X^{۰/۵}$	۳۰-۱۵۰۰	سدیم
$۱,۵۷۴۳X^{۰/۸۵۸۸}$	$۱,۰۵۰۷X^{۰/۸۵۸۸}$	۱۶۰۰-۲۸۰۰۰	گوگرد
$۰,۵۹۱۲X^{۰/۸۶۰۷}$	$۰,۱۹۰۴X^{۰/۸۶۰۷}$	۳۰۰-۲۲۰۰	روی

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

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

کنترل کیفیت عمومی برای انجام روش آزمون

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 آزمون 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).

کتابنامه

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