



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۴۴۵۱
تجدیدنظر اول
۱۳۹۵

INSO
14451

1st. Revision
2017

فراورده‌های نفتی – تعیین عناصر ناچیز در
سوخت‌های میان تقطیری به روش
طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده
القایی (ICP-AES)

Petroleum products – Determination of
trace elements in middle distillate fuels by
inductively coupled plasma atomic emission
spectrometry (ICP-AES)

ICS: 75.160.20

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 پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

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

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فرآورده‌های نفتی – تعیین عناصر ناچیز در سوخت‌های میان تقطیری به روش طیف‌سنجی نشر

اتمی پلاسماي جفت شده القايي (ICP-AES)»

(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)

شیخ علیزاده، کاملیا

پالایشگاه نفت پارس

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

صیافی، سید محمد

شرکت پالایش الموت آبادان

(کارشناسی شیمی)

طاهری‌نیا، یونس

اداره کل استاندارد استان همدان

(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
۵	۴ اصول آزمون
۶	۵ تداخلات
۶	۶ وسایل
۷	۷ مواد و/یا واکنشگرها
۸	۸ نمونه‌برداری و آزمون‌ها
۸	۹ آماده‌سازی وسایل
۹	۱۰ آماده‌سازی استانداردها و آزمون‌ها
۱۱	۱۱ انتخاب طول موج و تصحیح زمینه
۱۱	۱۲ کالیبراسیون
۱۲	۱۳ روش آزمون
۱۴	۱۴ روش محاسبه
۱۴	۱۵ بیان نتایج
۱۴	۱۶ کنترل کیفیت
۱۵	۱۷ گزارش آزمون
۱۵	۱۸ دقت و اریبی
۱۸	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) تذکرات مفید برای اجرای روش آزمون این استاندارد
۲۴	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) کنترل کیفیت
۲۵	کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فراورده‌های نفتی – تعیین عناصر ناچیز در سوخت‌های میان تقطیری به روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES)» 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 ۱۴۴۵۱: سال ۱۳۹۰ می‌شود.

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

ASTM D 7111: 2016 Standard Test Method for Determination of Trace Elements in Middle Distillate Fuels by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)

مقدمه

تجزیه عناصر ناچیز برای نشان دادن میزان آلودگی سوخت‌های میان تقطیری کاربرد دارد. وجود عناصر ناچیز در سوخت توربین‌ها می‌تواند در دماهای بالا موجب خوردگی و رسوب‌گذاری روی اجزاء توربین شود. برای حفاظت موتور از رسوب‌گذاری بعضی از سوخت‌های دیزل باید دارای الزامات عناصر ناچیز باشند. وجود مقادیر کم مس در سوخت‌های میان تقطیری مخصوص هواپیما، ناپایداری حرارتی سوخت را به طرز چشمگیری تسریع می‌کند که موجب اکسیداسیون و تولید رسوب‌های نامحلول در موتور می‌شود. منابع آلوده‌کننده سوخت عبارتند از آب دریا پمپ شده به داخل مخازن سوخت دیزل (به عنوان جرم تعادل) در هدایت کشتی‌ها و همچنین بعضی از نفت‌کش‌ها که دارای مخازن کثیفی هستند. محصولات خوردگی از مخازن بدون آستر، پمپ‌ها، لوله‌ها و مبدل‌های حرارتی ناشی می‌شوند.

فراورده‌های نفتی – تعیین عناصر ناچیز در سوخت‌های میان تقطیری به روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES)

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 روش آزمونی برای اندازه‌گیری عناصر انتخابی در سوخت‌های میان تقطیری^۱ به وسیله طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی (ICP-AES)^۲ است. این استاندارد در محدوده غلظتی به طور تقریبی ۰٫۱ mg/kg تا ۲ mg/kg برای اندازه‌گیری عناصر مذکور در جدول ۱ کاربرد دارد. این استاندارد ممکن است برای غلظت‌هایی خارج از محدوده مذکور نیز استفاده شود، با این حال ممکن است از دقت کافی برخوردار نباشد. سوخت‌های میان تقطیری که این استاندارد برای آن‌ها کاربرد دارد، شامل تمام برش‌های تقطیری با محدوده نقطه جوش 150°C تا 390°C می‌باشند. این محدوده به طور عمده شامل سوخت‌های دیزل و سوخت‌های توربین هواپیما می‌شود.

۱-۲ این روش آزمون برای تجزیه ذرات ریز نامحلول کاربرد ندارد. با اینحال ذرات خیلی ریز (کمتر از میکرومتر) به داخل پلاسما انتقال یافته و در تجزیه کمی وارد می‌شوند.

۱-۳ ممکن است در صورت وجود اجزای فرار در نمونه، نتایج حاصل از این روش آزمون از مقدار صحیح بیشتر باشد. برای مثال هگزامتیل دی‌سیلوکسان که موجب می‌شود مقدار سیلیس بیش از حد واقعی حاصل شود.

جدول ۱- عناصر و طول‌موج‌های پیشنهادی

عناصر	طول موج nm
آلومینیوم	۳۹۶٫۱۵۳، ۳۰۸٫۲۱۵
باریم	۴۹۳٫۴۰۸، ۴۵۵٫۴۰۳
کلسیم	۳۹۳٫۳۶۶
کروم	۲۸۳٫۵۶۳، ۲۶۷٫۷۱۶
کبالت	۲۳۸٫۸۹۲، ۲۳۶٫۳۷۵، ۲۲۸٫۶۱۵

1- Middle Distillate Fuels

2- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

عنصر	طول موج nm
مس	۳۲۴٫۷۵۲
آهن	۲۵۹٫۹۳۹
لیتیم	۶۷۰٫۷۸۴
سرب	۲۸۳٫۳۰۶، ۲۲۴٫۶۸۸، ۲۲۰٫۳۵۳
منیزیم	۲۷۹٫۵۵۳
منگنز	۲۵۷٫۶۱۰
مولیبدن	۲۸۱٫۶۱۶، ۲۰۴٫۵۹۷، ۲۰۲٫۰۳۰
نیکل	۳۴۱٫۴۷۶، ۲۲۱٫۶۴۸
فسفر	۲۱۳٫۶۱۸، ۲۱۴٫۹۱۴، ۱۸۵٫۹۴۴، ۱۷۸٫۲۸۷، ۱۷۷٫۴۹۵
پالادیم	۳۴۲٫۱۲۴، ۳۴۰٫۴۵۸
پلاتین	۲۱۴٫۴۲۳
پتاسیم	۷۶۶٫۴۹۰
سدیم	۵۸۸٫۹۹۵
سیلیسیم	۲۵۱٫۶۱۱
نقره	۳۲۸٫۰۶۸
استرانسیم	۴۰۷٫۷۷۱
قلع	۱۸۹٫۹۹۱، ۲۸۳٫۹۹۹
تیتانیم	۳۳۴٫۹۴۰
وانادیم	۳۱۰٫۲۳۰
روی	۲۱۳٫۸۵۷

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 2880, Specification for Gas Turbine Fuel Oils

2-2 ASTM D 3605, Test Method for Trace Metals in Gas Turbine Fuels by Atomic Absorption and Flame Emission Spectroscopy

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۴۲۵: سال ۱۳۹۳، اندازه گیری مقادیر ناچیز فلزات در سوخت های توربین گازی به روش اسپکتروسکوپی جذب اتمی و نشر شعله ای، با استفاده از استاندارد ASTM D3605:2011 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، روش های نمونه برداری دستی از مواد و فرآورده های نفتی، با استفاده از استاندارد ASTM D 4057: 1988 تدوین شده است.

2-4 ASTM D 4306, Practice for Aviation Fuel Sample Containers for Tests Affected by Trace Contamination

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 6792, Guide for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories.

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۵۹۳: سال ۱۳۹۴، فرآورده های نفتی - سیستم کیفیت در آزمایشگاه های فرآورده های نفتی و روان کننده ها - آزمایشگاه های 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، فرآورده های نفتی و روان کننده ها - بهینه سازی، کالیبراسیون و معتبر سازی روش طیف سنجی 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 زیر به کار می رود:

۱-۳

کالیبراسیون

calibration

تعیین مقادیر عوامل معنی دار، از طریق مقایسه با مقادیر مربوط به مجموعه ای از استانداردهای مرجع.

۲-۳

منحنی کالیبراسیون

calibration curve

نمایش ترسیمی یا ریاضی از ارتباط بین مقادیر معلوم و پاسخ‌های اندازه‌گیری به‌دست آمده از سامانه اندازه‌گیری.

۳-۳

استاندارد کالیبراسیون

calibration standard

استانداردی که دارای یک مقدار پذیرفته شده (مقدار مرجع) برای استفاده در کالیبراسیون وسیله اندازه‌گیری یا سامانه است.

۴-۳

حد تشخیص

detection limit

یک مقدار حدی معین که مشخص‌کننده‌ی کمترین غلظتی است که بتوان به صورت قابل اطمینان و به صورت معین شده در روش تجزیه‌ای مورد استفاده تعیین کرد.

۵-۳

طیف‌سنجی نشری

emission spectroscopy

اندازه‌گیری انرژی طیفی نشری از/ یا به وسیله جسمی که در معرض انواعی از تحریک‌های دارای انرژی‌دار برای مثال نور یا تخلیه الکتریکی، قرار دارد.

۶-۳

پلازما جفت شده القایی

inductively coupled plasma

تخلیه الکتریکی که در دمای بالا در اثر عبور یک گاز قابل یونش از داخل یک میدان مغناطیسی ایجاد شده به‌وسیله سیم پیچ پیچیده شده دور لوله عبور گاز ایجاد می‌شود.

۷-۳

فرکانس رادیویی

radio frequency

محدوده فرکانسی بین ۳ kHz تا ۳۰۰ GHz.

۸-۳

استاندارد

standard

یک مرجع فیزیکی یا شیمیایی که به عنوان مبنایی برای مقایسه یا کالیبراسیون استفاده می‌شود.

۹-۳

حد تشخیص

detection limit

کمترین غلظت برای هر عنصر که به وسیله ICP قابل تعیین است و عبارت است از سه برابر انحراف استاندارد ۱۰ آزمون تکراری محلول شاهد برای هر عنصر.

۱۰-۳

استاندارد داخلی

internal standard

یک استاندارد شیمیایی دارای یک مقدار پذیرفته شده که برای تعیین نسبت شدت نشر یک عنصر به شدت نشر استاندارد داخلی به نمونه سوخت و استاندارد کالیبراسیون اضافه می‌شود.

جدول ۲- استانداردهای داخلی، طول موج‌های پیشنهادی و غلظت‌های تقریبی مورد استفاده

غلظت mg/kg	طول موج، nm	استاندارد داخلی
۱ تا ۲	۳۶۱٫۳۸۳	اسکاندیوم
۱ تا ۵	۳۷۱٫۰۲۹	ایتریم

۴ اصول آزمون

استانداردهای کالیبراسیون با افزودن مواد استاندارد آلی فلزی در نفت سفید تهیه می‌شوند. یک ماده استاندارد داخلی به استانداردهای کالیبراسیون و نمونه‌های سوخت اضافه می‌شود. استانداردهای کالیبراسیون و نمونه‌های سوخت داخل دستگاه ICP-AES پاشش می‌شود. غلظت‌های عناصر در سوخت از طریق مقایسه نسبت‌های شدت نشر در سوخت و استانداردهای کالیبراسیون به شدت نشر استانداردهای داخلی محاسبه می‌شوند.

۵ تداخلات

- ۱-۵ طول موج‌های عنصری فهرست شده در جداول ۱ و ۲ در محدوده غلظتی این روش آزمون، با تمام دیگر عناصر فهرست شده در جداول ۱ و ۲ تداخل‌های طیفی ندارند.
- ۲-۵ چنانچه تداخل طیفی وجود داشته باشد، بنابراین می‌توان از طول موج‌های تجزیه‌ای به غیر از طول موج‌های فهرست شده در جداول ۱ و ۲ استفاده کرد مشروط بر آنکه طول موج جدید حساسیت مناسب برای هدف این استاندارد را داشته باشد.
- ۳-۵ رویکرد دیگر، نرم افزار طیف‌سنج ICP ارائه شده توسط سازنده است که می‌توان برای انجام اصلاحات برای تداخل‌هایی که با انتخاب طول موج و اصلاح زمینه نیز قابل اجتناب نباشند، استفاده کرد.
- ۴-۵ یک روش تجربی برای اصلاح تداخلات طیفی به تفصیل در استاندارد ASTM D5185 ارائه شده است.

۶ وسایل

- ۱-۶ طیف‌سنج نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی، هر یک از طیف‌سنج‌های ترتیبی یا پیوسته با قابلیت اندازه‌گیری شدت‌های نشری عناصر موردنظر (و عناصر فهرست شده در جدول یک). برای تجزیه و تحلیل عناصر در طول موج کمتر از ۱۹۰ nm، یک مسیر نوری تحت خلاء یا گاز بی‌اثر موردنیاز است.
- ۲-۶ مه‌پاش^۱، برای کاهش احتمال گرفتگی ناشی از ذرات ریز، مه‌پاش‌کننده سخت از نوع بابینگتون^۲ توصیه می‌شود.
- ۳-۶ محفظه پاشش^۳ مناسب برای مواد آلی
- ۴-۶ پمپ پرستالتیک^۴، پمپ پرستالتیک برای برقراری جریان ثابتی از مایع به داخل ICP لازم است. برای استفاده با سوخت‌ها و نفت سفید، لوله‌های پمپاژ ویتون^۵ موردنیاز است.
- ۵-۶ صافی غشایی، به قطر ۴۷ mm و اندازه منافذ ۰/۸ μm یا ۱ μm
- ۶-۶ نگه‌دارنده صافی غشایی، مناسب برای صافی به قطر ۴۷ mm و همراه با ظرف صاف کردن
- ۷-۶ پیپت، با گنجایش ۱۰۰۰ μm
- ۸-۶ بالن‌های حجمی شیشه‌ای، با گنجایش ۲۵ ml، ۵۰ ml
- ۹-۶ بطری‌های شیشه‌ای یا پلی‌اتیلنی، ۱۲۵ ml

1- Nebulizer
2- Babington-type
3- Spray Chamber
4- Peristaltic Pump
5- Viton

۶-۱۰ ترازوی تجزیه‌ای، با قابلیت اندازه‌گیری تا ۰/۱ mg

۷ مواد و/یا واکنشگرها

در تمام آزمون باید از مواد و واکنشگرهای با درجه تجزیه‌ای^۱ 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.

۷-۱ استانداردهای آلی فلزی، استانداردهای آلی فلزی تک عنصری و چند عنصری، ۱۰۰ mg/kg از هر عنصر.

۷-۲ استانداردهای داخلی، ایتريم، کبالت، اسکندیم یا دیگر استانداردهای آلی فلزی تک عنصری محلول در سوخت که از اجزای سازنده نمونه سوخت یا استاندارد کالیبراسیون باشد، ۵۰۰۰ mg/kg

۷-۳ نفت سفید، مقدار عناصر مورد آزمون در نفت سفید مورد استفاده باید کمتر از حد تشخیص دستگاه باشد. به صورتی که در زیربند ۱۰-۱ ذکر شده است، از طریق پایش طول‌موجی برای طول‌موج‌های عناصر مورد آزمون، می‌توان وجود عناصر مورد آزمون را ردیابی کرد.

۷-۴ گاز آرگون، با خلوص حداقل ۹۹/۹۹۵ %

۷-۵ گاز نیتروژن، با خلوص حداقل ۹۹/۹۹۹ %

۷-۶ نیتریک اسید، محلول آبی ۱۰ %

هشدار - نیتریک اسید موجب سوختگی‌های شدید می‌شود.

۷-۷ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)، به طور ترجیحی شامل یک یا چند نوع سوخت یا نفت سفید که از پایداری کافی برخوردار بوده و معرف نمونه‌های مورد آزمون باشد. از نمونه‌های QC می‌توان به صورتی که در بند ۱۶ شرح داده شده است، برای بررسی صحت فرایند آزمون استفاده کرد. چنانچه نمونه QC سوختی مناسب، در دسترس نباشد محلول‌های QC غلیظ را در موقع بررسی QC، طبق زیربند ۱۰-۳ تا حدود غلظتی موردنیاز با نفت سفید رقیق کنید. برای نگهداری محلول‌های آلی فلزی غلیظ و برای اندازه‌گیری سدیم از بطری‌های پلی‌اتیلنی استفاده کنید.

۸ نمونه برداری و آزمونه‌ها

۸-۱ نمونه برداری باید طبق استاندارد ASTM D4057 انجام شود. ظروف مناسب نمونه برای سوخت‌های هوایی در استاندارد ASTM D4306 توضیح داده شده‌اند. برای تجزیه سدیم از ظروف پلی‌اتیلنی استفاده کنید.

۸-۲ نمونه‌ها باید قبل از آزمون به خوبی مخلوط شوند.

۸-۳ در صورت مشاهده ذرات ریز در نمونه، آن را از میان صافی غشایی با منافذ $0.8 \mu\text{m}$ تا $1 \mu\text{m}$ (از جنس نایلون، TFE-فلوروکربن، سلولز استات/سلولز نیترات یا دیگر مواد سازگار) داخل ارلن اسیدشویی شده صاف کرده و محلول زیر صافی را برای آزمون نگه دارید. با روش مشابه، نفت سفید مورد استفاده برای تهیه این نمونه‌ها را صاف کنید.

۹ آماده‌سازی وسایل

۹-۱ طیف‌سنج، طیف‌سنج ICP را مطابق دستورالعمل سازنده آماده کنید و پارامترهای آن را برای مواد آلی و عناصر موردنظر تنظیم کنید. توصیه می‌شود تمام نمونه‌ها (استانداردها، شاهد، سوخت‌ها) را سه بار اندازه‌گیری کنید. در جدول ۱ طول‌موج‌های توصیه شده ارائه شده است، با این حال طول‌موج‌های دیگری را نیز می‌توان به واسطه تغییرات دستگاهی احتمالی یا تداخلات طیفی استفاده کرد. مسیر نوری را می‌توان توسط آرگون یا دیگر گازهای خیلی خالص (برای مثال نیتروژن) پیشنهاد شده توسط سازنده پاک‌سازی کرد. قبل از احتراق پلاسما، مشعل^۱ کوارتزی دستگاه را برای اطمینان از تمیزی بازبینی کنید. اگر تجمع کربن مشاهده شود، مشعل را تعویض کرده و توصیه‌های سازنده را برای رفع این مشکل، انجام دهید. مدت زمان توصیه شده توسط سازنده برای گرم شدن دستگاه توام با پاک‌سازی اپتیک دستگاه را سپری کنید. در صورت لزوم، لوله‌های پمپاژ را تعویض کنید و برداشت محلول را تا میزان مطلوب تنظیم کنید. مشعل را روشن کنید سپس پاشش نفت سفید به دستگاه را شروع کنید. دوره گرم شدن و پایدار شدن پلاسما را برای مدت زمان مشخص شده توسط سازنده ادامه دهید.

۹-۲ ظروف شیشه‌ای و پلاستیکی، ظروف شیشه‌ای و پلاستیکی را با اسید نیتریک ۱۰٪ (با درجه تجزیه‌ای) شستشو داده و به دنبال آن چندین بار با آب مقطر، آبکشی کنید. ظروف شیشه‌ای و پلاستیکی را که از قبل حاوی محلول‌های غلیظ از عناصر مورد نظر بوده‌اند را استفاده نکنید.

۱۰ آماده‌سازی استانداردها و آزمون‌ها

۱-۱۰ خلوص نفت سفید

نفت سفید بی بو (فاقد آروماتیک‌ها) قابل دسترس است. برای دستگاه‌های ICP که دارای پایش بصری پیک-های نشر می‌باشند، خلوص نفت سفید را از طریق پاشش نفت سفید و مشاهده نواحی طیفی مربوط به نشر عناصر موردنظر ارزیابی کنید. عدم مشاهده پیک‌های نشر در این نواحی نشان دهنده رضایت بخش بودن خلوص نفت سفید می‌باشد.

۱-۲-۱۰ محلول‌های ذخیره استاندارد داخلی

۱-۲-۱۰ استاندارد داخلی تک عنصری انتخابی توسط آزمون گر ممکن است به وسیله امکانات (طول موج، حساسیت) دستگاه ICP در دسترس، تحت تاثیر قرار بگیرد. توصیه می‌شود تک عنصر انتخابی به عنوان استاندارد داخلی، جزئی از آزمون سوخت و استانداردهای کالیبراسیون نباشد. در این روش آزمون ایتیریم آلی فلزی به خوبی به عنوان استاندارد داخلی عمل کرده و پیشنهاد می‌شود.

۱-۲-۲ یک محلول ذخیره استاندارد داخلی را از استاندارد آلی فلزی 5000 mg/kg تک عنصری و نفت سفید آماده کنید. غلظت آن را به طور تقریبی ۵۰ برابر غلظت موردنیاز در آزمون سوختی و استانداردهای کاری تهیه کنید. حداقل 50 g از محلول ذخیره استاندارد داخلی را تهیه کنید. محلول ذخیره استاندارد داخلی را به صورت هفتگی تهیه کنید.

۱-۲-۳ روش زیر مثالی برای تهیه محلول ذخیره استاندارد داخلی ایتیریم با غلظت 50 mg/kg است: بر روی یک ترازوی تجزیه‌ای ابتدا وزن یک ظرف شیشه‌ای یا پلی اتیلنی (برای مثال یک بطری 125 ml ، برای اندازه‌گیری سدیم از بطری پلی اتیلنی استفاده کنید) را صفر کرده سپس با تقریب 0.001 g ، مقدار 0.5 g از محلول استاندارد داخلی آلی فلزی ایتیریم 5000 mg/kg را داخل آن وزن کنید. به آن نفت سفید اضافه کنید تا جرم محلول به 50.0 g برسد. جرم محلول را با تقریب 0.001 g تعیین کنید. درپوش ظرف را گذاشته و به خوبی مخلوط کنید. غلظت محلول ذخیره استاندارد داخلی مشابه با روش مذکور برای استاندارد کالیبراسیون در بند ۱۴ تعیین می‌شود.

۱-۳-۱۰ استاندارد کاری

۱-۳-۱۰ تهیه یک استاندارد کاری 2 mg/kg در این روش آزمون به صورت یک مثال توضیح داده می‌شود. بسته به حساسیت طیف‌سنج ICP (برای مثال دید شعاعی یا محوری، نوع آشکارساز و مدت زمان استفاده ICP) و عناصر موردنظر در نمونه سوخت ممکن است غلظت‌های استاندارد کاری بیشتر یا کمتر تهیه شوند. مناسب بودن غلظت استاندارد کاری بعد از کالیبراسیون را از طریق تجزیه یک نمونه نفت سفید حاوی غلظت معلومی (برای مثال 1.0 mg/kg) از عناصر موردنظر، تعیین کنید. اگر مقادیر اندازه‌گیری شده در

حدود ۵٪ غلظت تهیه شده باشند، قابل قبول هستند. استانداردهای آلی فلزی قابل دسترس به صورت تجارتي، با غلظت‌های گواهی شده عناصر، برای این روش آزمون مناسب می‌باشند.

۱۰-۳-۲ محلول استاندارد کالیبراسیون (با غلظت ۲mg/kg)، بر روی یک ترازوی تجزیه‌ای ابتدا وزن یک ظرف شیشه‌ای یا پلی اتیلنی (برای مثال یک بطری ۱۲۵ ml، برای اندازه‌گیری سدیم از بطری پلی اتیلنی استفاده کنید) را صفر کرده سپس با تقریب ۰/۰۰۰۱ g، مقدار یک گرم از محلول استاندارد آلی فلزی ۱۰۰ mg/kg (برای تمام عناصر موردنظر) را داخل آن وزن کنید. به آن نفت سفید اضافه کنید تا جرم محلول به ۵۰/۰ g برسد. جرم محلول را با تقریب ۰/۰۰۰۱ g تعیین کنید. درپوش ظرف را گذاشته و به خوبی مخلوط کنید. غلظت‌های عناصر را طبق بند ۱۴ محاسبه کنید. این مقادیر را برای ترسیم منحنی کالیبراسیون استفاده کنید (به بند ۱۲ مراجعه شود). محلول استاندارد کالیبراسیون را به صورت روزانه و هنگام تجزیه نمونه‌ها تهیه می‌شوند.

۱۰-۳-۳ استاندارد کاری، استاندارد کاری با محلول استاندارد کالیبراسیون و محلول ذخیره استاندارد داخلی بدین صورت تهیه می‌شود: با استفاده از پیپت، ۱۰۰۰ µl از محلول ذخیره استاندارد داخلی را به یک بالن حجمی ۵۰ ml منتقل کنید. بالن را تا خط نشانه با محلول استاندارد تهیه شده در زیربند ۱۰-۳-۲ پر کنید. درپوش بالن را گذاشته و به خوبی مخلوط کنید. استانداردهای کاری را به صورت روزانه و هنگام تجزیه نمونه‌ها تهیه کنید.

۱۰-۳-۳-۱ استفاده از محلول ذخیره استاندارد داخلی ایتیریم مذکور در زیربند ۱۰-۳-۲، غلظت ۱/۰ mg/kg از استاندارد داخلی را در استاندارد کاری فراهم می‌کند.

۱۰-۴ استاندارد کنترلی

به طور مشابه با استاندارد کاری (زیربند ۱۰-۳) در حدود غلظت‌های عنصری مورد انتظار برای نمونه‌های سوخت مورد آزمون، یک استاندارد کنترلی را تهیه کنید. بهتر است استاندارد کنترل از منابع دیگر، غیر از استاندارد آلی فلزی گواهی شده تهیه شود.

۱۰-۵ آزمون‌ها

با استفاده از پیپت، ۱۰۰۰ µl از محلول ذخیره استاندارد داخلی را به یک بالن حجمی ۵۰ ml منتقل کنید. بالن را تا خط نشانه با سوخت مورد آزمون پر کنید. بدین ترتیب آزمون سوختی فراهم می‌شود که غلظت استاندارد درونی آن با استاندارد کاری یکسان است. در صورت کم بودن نمونه سوخت، می‌توان حجم بالن و حجم محلول استاندارد درونی ذخیره اضافه شده را متناسب با آن کاهش داد. چون مقدار محلول استاندارد درونی ذخیره اضافه شده به استاندارد کاری و آزمون سوختی یکسان است، به ضریب تصحیح رقیق سازی نیازی نمی‌باشد.

۱۱ انتخاب طول موج و تصحیح زمینه

۱۱-۱ طول موج‌های پیشنهادی برای عناصری که باید تعیین شوند و برای استانداردهای داخلی به ترتیب در جداول ۱ و ۲ ارائه شده است. برای تطبیق دادن دستگاه‌های ICP مختلف و عملکرد آن‌ها، می‌توان از طول موج‌هایی غیر از موارد مذکور در این جداول استفاده کرد. طول موج‌هایی با بهترین شدت، شکل پیک و بدون تداخل‌ها را انتخاب کنید. چون اندازه‌گیری مقادیر ناچیز عناصر مد نظر است، اصلاح زمینه موردنیاز است. بنابراین توصیه می‌شود در صورت امکان برای تمام عناصر، بدون اندازه‌گیری شدت طول موج عنصر، خط پایه برای هر پیک نشری توسط نزدیکترین نقاط به طرفین پیک تنظیم شود (شکل یک را ببینید). بعد از تنظیم خط پایه، از استاندارد کنترلی به منظور آزمون پاسخ سامانه و کالیبراسیون مطابق با زیربند ۱۱-۲ استفاده کنید.

۱۱-۲ انتخاب مناسب طول موج‌ها برای تصحیح‌های زمینه به شدت برای تعیین سدیم بحرانی است، زیرا خط نشری غالب سدیم (۵۸۸٫۹۹۵ nm) با خط نشری آرگون تداخل می‌کند. پیشنهاد می‌شود در صورت امکان طی مراحل تکمیل روش، طیف نمونه‌ها و استانداردها در طول موج نشری سدیم مقایسه شوند تا از خطی بودن علامت اطمینان حاصل شود.

یادآوری- بعضی از طول موج‌های نشری در داخل یک پس‌زمینه قرار می‌گیرند (برای مثال، نشر سدیم در ۵۸۸٫۹۹۵ nm)؛ از این رو ممکن است اندازه‌گیری بر اساس پس‌زمینه دارای پیک‌های نهان، به نتایج نادرستی منجر شود. برای طول موج‌های نشری روی یک پس‌زمینه، پیشنهاد می‌شود تصحیح پس‌زمینه در طول موج‌های بیشتر و کمتر از طول موج نشری انجام شود. به علاوه، در بعضی از دستگاه‌های ICP بر پایه لوله تکثیر کننده نوری که دارای تفکیک کمتری هستند، ممکن است مستلزم انتخاب نقاط دربردارنده پس‌زمینه باشد که این نیز می‌تواند به نتایج نادرست منتهی شود.

۱۲ کالیبراسیون

۱۲-۱ یک کالیبراسیون دو نقطه‌ای، شامل شاهد نفت سفید و استاندارد کاری، وسیله را به داخل محدوده خطی طیف‌سنج هدایت می‌کند. باید هر زمان که نمونه‌های سوختی از یک محموله جدید آزمون می‌شوند کالیبراسیون انجام شود.

۱۲-۲ استاندارد کنترل را برای تعیین اینکه تمام عناصر در کالیبراسیون باشند، تجزیه کنید. هر عنصر باید در محدوده ۵٪ غلظت تهیه شده باشد تا آزمون نمونه‌های سوختی ادامه یابد. در غیر این صورت، تنظیم دستگاه و کالیبراسیون مجدد آن تا اینکه تمام عناصر در محدوده ۵٪ مقادیر استاندارد کنترل قرار بگیرند، ضروری است.

۱۲-۳ در بین استانداردها (و نمونه‌های سوختی) نفت سفید را پاشش کنید تا سامانه قبل از اجرای بعدی پاک‌سازی شود. چنانچه عناصر مورد تجزیه دارای غلظت بالایی هستند، برای اجرای بعدی شدت علامت عنصر را بعد از پاشش نفت سفید بررسی کنید تا از کامل بودن پاک‌سازی مطمئن شوید.

۴-۱۲ اغلب طیف‌سنج‌های ICP دارای نرم افزارهایی هستند که به طور خودکار محاسبات مربوط به ترسیم منحنی کالیبراسیون را هنگام استفاده از یک استاندارد داخلی انجام می‌دهند. شدت‌های نشر عنصر به شدت‌های نشری استاندارد درونی تقسیم می‌شوند. شدت‌های نشری که در ادامه، در این بند و بند ۱۳، به آنها ارجاع می‌شود، مساحت پیک‌هایی هستند که نسبت به خط مبنا اصلاح شده‌اند.

منحنی کالیبراسیون با ترسیم ارتباط بین نسبت شدت برای عنصر e در استاندارد کاری (R_{ws}) نسبت به غلظت عنصر e در استاندارد کالیبراسیون (C_{cs}) حاصل می‌شود. و R_{ws} را از معادله ۱ محاسبه می‌شود:

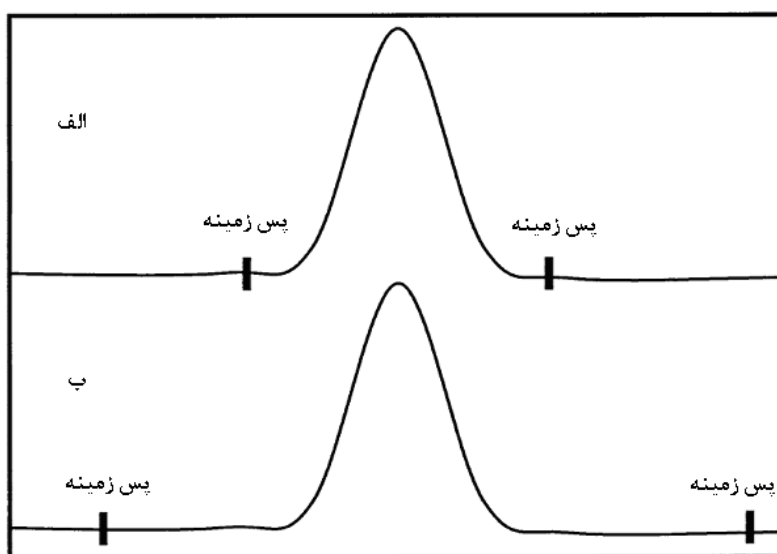
$$R_{ws} = (I_{ws} - I_b) / I_{int\ s} \quad (۱)$$

که در آن:

I_{ws} شدت نشر برای عنصر e در استاندارد کاری؛

I_b شدت نشر برای عنصر e در شاهد نفت سفید؛

$I_{int\ s}$ شدت نشر استاندارد داخلی در محلول استاندارد کاری.



شکل ۱- انتخاب درست (الف) و نادرست (ب) پس‌زمینه

۱۳ روش آزمون

۱-۱۳ حدود تشخیص ICP را برای تمام عناصر موردنظر، بدین صورت تعیین کنید: با استفاده از استاندارد داخلی یک شاهد نفت سفید را با انتقال $1000 \mu\text{L}$ محلول ذخیره استاندارد داخلی توسط پیپت به داخل بالن

حجمی ۵۰ ml و به حجم رساندن آن با نفت سفید، تهیه کنید. درپوش بالن را گذاشته و به خوبی به هم بزنید. تحت همان شرایطی که برای استانداردهای کالیبراسیون دو نقطه‌ای عمل شد، برای تمام عناصر موردنظر ۱۰ تجزیه متوالی را انجام دهید. از طریق نرم افزار ICP، انحراف استاندارد ۱۰ نتیجه را برای هر عنصر تعیین کنید. حد تشخیص هر عنصر سه برابر انحراف استاندارد آن است. توصیه می‌شود حدود تشخیص به صورت روزانه بعد از کالیبراسیون تعیین شود.

۱۳-۲ نمونه سوخت را تحت شرایط یکسان با استانداردهای کالیبراسیون دو نقطه‌ای تجزیه کنید. بین نمونه‌های سوخت برای پاک‌سازی سامانه از بقایای عناصر نمونه قبلی، نفت سفید را پاشش کنید. نرم افزار ICP غلظت هر عنصر را نشان می‌دهد.

۱۳-۳ مطابق با زیربند ۱۲-۴، تجزیه نمونه سوخت نیز طبق معادله ۲ یک نسبت شدتی را نتیجه می‌دهد:

$$R_f = I_f / I_{int f} \quad (2)$$

که در آن:

R_f نسبت شدتی برای یک عنصر e در سوخت؛

I_f شدت نشر عنصر e در سوخت؛

$I_{int f}$ شدت نشر استاندارد داخلی اضافه شده به سوخت.

بنابراین نرم افزار ICP از طریق مقایسه با منحنی کالیبراسیون، طبق معادله ۳، غلظت‌های عناصر را تعیین می‌کند:

$$C_f = (R_f \times C_{cs}) / R_{ws} \quad (3)$$

که در آن:

C_f غلظت عنصر e در سوخت، برحسب mg/kg؛

C_{cs} غلظت عنصر e در استاندارد کالیبراسیون، برحسب mg/kg؛

R_f نسبت شدتی عنصر e در سوخت؛

R_{ws} نسبت شدتی عنصر e در استاندارد کاری.

۱۳-۳-۱ معادله ۳ در صورتی به کار می‌رود که چگالی استانداردهای کاری و آزمون مشابه باشند. در صورتی که چگالی آزمون و استانداردهای کاری بیش از ۶٪ اختلاف داشته باشند، درستی نتایج محاسبه شده به وسیله معادله ۳ تحت تاثیر قرار خواهد گرفت. تاثیر اختلاف چگالی را می‌توان با ضرب نمودن نتایج معادله ۳ (C_f) در چگالی استاندارد کاری، تقسیم بر چگالی آزمون تصحیح کرد. همچنین استانداردهای کاری را می‌توان با استفاده از رقیق‌کننده‌های دارای چگالی مشابه با آزمون رقیق کرد.

یادآوری- روش مذکور در بند ۱۳-۳ تنها در صورتی به کار می‌رود، که استاندارد داخلی به صورت کامل اختلاف انتقال نمونه و مه‌پاش را بین نمونه و استاندارد جبران نماید. این امر در مورد اختلاف چگالی‌های بزرگتر به کار نمی‌رود. با این حال،

سوخت‌های میان تقطیری که این استاندارد برای آن‌ها کاربرد دارد، شامل تمام برش‌های تقطیری با محدوده نقطه جوش 150°C تا 390°C می‌باشند و تفاوت در چگالی نباید در مورد اختلاف‌های انتقال نمونه و مه‌پاش تاثیرگذار باشد.

۴-۱۳ بعد از هر پنج نمونه سوخت، یک بار استاندارد کنترل را تجزیه کنید. چنانچه نتیجه در محدوده ۵٪ غلظت تهیه شده آن نباشد، دستگاه را مجدد کالیبره کرده و نمونه‌های سوختی را بعد از آخرین تجزیه استاندارد کنترل قابل قبول، مجدد تجزیه کنید.

۱۴ روش محاسبه

غلظت‌های عناصر در محلول استاندارد کالیبراسیون را با استفاده از معادله ۴ محاسبه کنید:

$$C_{cs} = (M_{100} / M_{cs}) \times C_{100} \quad (۴)$$

که در آن:

C_{cs} غلظت عنصر e در محلول استاندارد کالیبراسیون، برحسب mg/kg؛

C_{100} غلظت عنصر e در استاندارد آلی فلزی با غلظت ۱۰۰ mg/kg؛

M_{100} جرم استاندارد آلی فلزی با غلظت ۱۰۰ mg/kg، برحسب گرم؛

M_{cs} جرم محلول تهیه شده از استاندارد آلی فلزی با غلظت ۱۰۰ mg/kg و نفت سفید، برحسب گرم.

۱۵ بیان نتایج

غلظت عناصر را برحسب mg/kg تا دو رقم اعشار گزارش کنید. چنانچه غلظت تعیین شده کمتر از حد تشخیص دستگاه^۱ (BDL) باشد، توصیه می‌شود نتیجه به‌دست آمده همراه با حد تشخیص تعیین شده برای عنصر بیان شود.

۱۶ کنترل کیفیت

۱-۱۶ عملکرد دستگاه و روش انجام آزمون را با آنالیز نمونه کنترل کیفیت (QC) تأیید کنید (به زیربند ۷-۷ مراجعه شود).

۱-۱۶ در صورت در دسترس نبودن نمونه‌های کنترل کیفیت مناسب برای سوخت، نمونه‌های (QC) را به طور روزانه طبق روش مذکور در زیربند ۱۰-۳ در غلظت‌های مناسب واقع در محدوده کاری تهیه کنید.

1- Below the detection limit

۱۶-۱-۲ وقتی که آیین‌نامه‌های تضمین کیفیت (QA) / کنترل کیفیت (QC) از قبل برای تسهیل آزمون تدوین شده باشند، هنگام تایید قابل اعتماد بودن نتایج قابل استفاده می‌باشند.

۱۶-۱-۳ در صورت نبود این آیین‌نامه‌ها، می‌توان از پیوست الف به عنوان سامانه QC/QA استفاده کرد.

۱۷ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید شامل اطلاعات زیر باشد:

۱۷-۱ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛

۱۷-۲ تمام اطلاعات موردنیاز برای شناسایی نمونه مورد آزمون؛

۱۷-۳ نتایج آزمون، شامل نتایج اندازه‌گیری‌های مجزا و میانگین آن‌ها که به صورت مشخص شده در هر قسمت محاسبه و طبق بند ۱۵ بیان شده‌اند.

۱۷-۴ هرگونه انحراف از روش آزمون که ممکن است بر نتایج تاثیرگذار باشد؛

۱۷-۵ تاریخ آزمون.

۱۸ دقت و اریبی^۱

۱۸-۱ دقت

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

۱۸-۲ تکرارپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمون‌گر، 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 ۳ بیشتر از حد مجاز است.

۱۸-۳ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و منفرد که توسط آزمون‌گرهای 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 ۳ بیشتر از حد مجاز است.

یادآوری- مقادیر تجدیدپذیری و تکرارپذیری محاسبه شده برای غلظت $1/0 \text{ mg/kg}$ در جدول ۴ نشان داده شده است.

۴-۱۸ اریبی

به دلیل نبود مواد مرجع، اریبی قابل محاسبه نمی باشد.

جدول ۳- تکرارپذیری و تجدیدپذیری

عنصر	گستره ^a mg/kg	تکرارپذیری ^b mg/kg	تجدیدپذیری mg/kg
آلومینیوم	۰/۱۳-۱/۷۷	۰/۰۹۶۹۲ X ^{۰/۵۲۰۲}	۰/۳۶۸۹ X ^{۰/۵۲۰۲}
باریم	۰/۱۱-۱/۹۲	۰/۰۵۸۹۶ X ^{۰/۷۵۲۰}	۰/۲۳۵۳ X ^{۰/۷۵۲۰}
کلسیم	۰/۱۰-۱/۷۷	۰/۰۸۸۷ X ^{۰/۷۳۹۱}	۰/۳۰۹۷ X ^{۰/۷۳۹۱}
کروم	۰/۱۱-۱/۷۳	۰/۰۵۸۳۹ X ^{۱/۰۳۵۰}	۰/۲۸۶۹ X ^{۱/۰۳۵۰}
کبالت	۰/۱۵-۱/۶۰	۰/۲۰۰۷ (X + ۰/۰۰۰۱) ^{۰/۴۵۷۷}	۰/۸۵۰۸ (X + ۰/۰۰۰۱) ^{۰/۴۵۷۷}
مس	۰/۱۱-۱/۸۵	۰/۰۳۴۷۰ (X + ۰/۰۶۵۷۹)	۰/۲۴۹۵ (X - ۰/۰۹۵۴۸)
آهن	۰/۱۱-۱/۷۱	۰/۰۵۳۱۲ X ^{۰/۹۱۱۴}	۰/۲۷۱۷ X ^{۰/۹۱۱۴}
لیتیم	۰/۱۰-۱/۸۳	۰/۰۶۹۴۱ (X - ۰/۰۲۴۸۴)	۰/۰۹۷۰۳ (X + ۰/۰۴۷۱۶)
سرب	۰/۰۸-۱/۷۳	۰/۱۱۶۶ X ^{۰/۶۹۳۴}	۰/۶۰۳۹ X ^{۰/۶۹۳۴}
منیزیم	۰/۱۰-۱/۷۶	۰/۰۴۸۲۰ X ^{۰/۶۵۷۰}	۰/۲۲۰۰ X ^{۰/۶۵۷۰}
منگنز	۰/۱۰-۱/۷۵	۰/۰۴۵۲۲ X ^{۰/۹۷۵۹}	۰/۲۵۱۷ X ^{۰/۹۷۵۹}
مولیبدن	۰/۱۱-۱/۷۴	۰/۰۸۲۰۴ X ^{۰/۹۵۹۱}	۰/۳۷۲۵ X ^{۰/۹۵۹۱}
نیکل	۰/۱۰-۱/۷۲	۰/۰۵۲۷۴ (X + ۰/۰۳۴۴۴)	۰/۲۸۱۱ (X - ۰/۰۱۸۲۴)
فسفر	۰/۲۰-۱/۸۰	۰/۱۳۹۶ X ^{۰/۵۲۲}	۱/۳۰۸۹ X ^{۰/۵۲۲}
پتاسیم	۰/۱۹-۱/۸۰	۰/۰۱۱۹۱ X ^{۰/۳۶۶۱}	۰/۵۲۱۲ X ^{۰/۳۶۶۱}
پالادیم	۰/۱۲-۱/۸۸	۰/۱۵۳۰ X ^{۰/۹۱۴۴}	۱/۱۹۲۴ X ^{۰/۹۱۴۴}
پلاتین	۰/۴۹-۱/۵۲	۰/۲۲۸۸ X ^{۰/۷۴۸۹}	۱/۳۴۸۸ X ^{۰/۷۴۸۹}
سدیم	۰/۲۱-۲/۰۳	۰/۰۲۹۱۶ (X + ۱/۸۴۱۴)	۰/۲۴۳۳ (X + ۱/۸۴۱۴)
سیلیسیم	۰/۱۷-۱/۹۵	۰/۰۷۱۰۶ X ^{۰/۳۹۷۶}	۰/۲۳۹۹ X ^{۰/۳۹۷۶}
نقره	۰/۰۸-۲/۰۲	۰/۰۷۲۳۶ X ^{۰/۵۶۲۶}	۰/۳۰۲۵ X ^{۰/۵۶۲۶}
استرانسیم	۰/۰۸-۱/۷۸	۰/۱۵۵۷ (X + ۰/۰۱۲۵) ^{۰/۶۳۱۹}	۰/۷۵۱۲ (X + ۰/۰۱۲۵) ^{۰/۶۳۱۹}
قلع	۰/۳۸-۱/۴۳	۰/۱۰۹۹ (X + ۰/۰۲۴۱) ^{۰/۲۶۰۶}	۰/۹۹۲۶ (X + ۰/۰۲۴۱) ^{۰/۲۶۰۶}
تیتانیوم	۰/۱۱-۱/۷۳	۰/۰۴۹۹۳ X ^{۰/۶۰۰۲}	۰/۲۱۷۵ X ^{۰/۶۰۰۲}
وانادیم	۰/۱۰-۱/۷۲	۰/۰۶۶۳۷ X ^{۰/۵۸۴۱}	۰/۳۳۵۹ X ^{۰/۵۸۴۱}
روی	۰/۰۹-۱/۶۵	۰/۰۵۵۰۷ X ^{۰/۷۴۰۲}	۰/۳۵۹۳ X ^{۰/۷۴۰۲}
^a گستره میانگین های نمونه در مطالعه بین آزمایشگاهی ^b X غلظت میانگین بر حسب mg/kg می باشد.			

جدول ۴ - دقت محاسبه شده در غلظت ۱۰ mg/kg

عنصر	تکرارپذیری mg/kg	تجدیدپذیری mg/kg
آلومینیوم	۰٫۰۹۷	۰٫۳۶۹
باریم	۰٫۰۵۹	۰٫۲۳۵
کلسیم	۰٫۰۸۹	۰٫۳۱۰
کروم	۰٫۰۵۸	۰٫۲۸۷
کبالت	۰٫۲۰۱	۰٫۸۵۱
مس	۰٫۰۳۵	۰٫۲۲۶
آهن	۰٫۰۵۳	۰٫۲۷۲
لیتیم	۰٫۰۶۹	۰٫۱۴۳
سرب	۰٫۱۱۷	۰٫۶۰۴
منیزیم	۰٫۰۴۸	۰٫۲۲۰
منگنز	۰٫۰۴۵	۰٫۲۵۲
مولیبدن	۰٫۰۸۲	۰٫۳۷۳
نیکل	۰٫۰۷۱	۰٫۲۷۶
فسفر	۰٫۱۳۶۹	۱٫۳۰۹
پتاسیم	۰٫۱۱۹	۰٫۵۲۱
پالادیم	۰٫۱۵۳	۱٫۱۹۲
پلاتین	۰٫۲۲۹	۱٫۳۴۹
سدیم	۰٫۰۸۳	۰٫۶۹۱
سیلیسیم	۰٫۰۷۱	۰٫۲۴۰
نقره	۰٫۰۷۲	۰٫۳۰۳
استرانسیم	۰٫۱۵۷	۰٫۷۵۷
قلع	۰٫۱۱۱	۱٫۰۰۵
تیتانیوم	۰٫۰۵۰	۰٫۲۱۸
وانادیم	۰٫۰۶۶	۰٫۳۳۶
روی	۰٫۰۵۵	۰٫۳۵۹

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

تذکرات مفید برای اجرای روش آزمون این استاندارد

الف-۱ هنگام جابه‌جایی نمونه‌ها از آیین کارهای مناسب آزمایشگاهی استفاده نمایید. برخی از نمونه‌ها دارای غلظت‌های کم از گونه مورد آزمون می‌باشند. به منظور اجتناب از آلودگی، توصیه می‌شود همه نمونه‌ها با دقت جابه‌جا شوند. توصیه می‌شود ظروف نمونه را فقط هنگام آماده کردن نمونه‌ها برای تجزیه باز کنید.

الف-۲ در زیر هود کار کنید و اقدامات ایمنی مذکور در آیین‌نامه‌های ایمنی را انجام دهید.

الف-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.

الف-۴ آلودگی یک رخداد معمول در آزمایشگاه است و کنترل آن می‌تواند مشکل باشد، مگر آنکه اقدامات احتیاطی مناسب در نظر گرفته شده باشد. اطمینان حاصل کنید که همه ظروف شیشه‌ای و غیره که در تماس با نمونه‌ها و استانداردها می‌باشند، سبب ایجاد آلودگی نشوند. ظروف را در نیتریک اسید رقیق با کسر حجمی ۵٪ به مدت چند ساعت غوطه‌ور کنید و سپس به طور کامل با آب یون‌زدایی شده آبکشی کنید. زایلن، نفت سفید و دیگر حلال‌های رقیق‌کننده که با انواع پلاستیک‌ها سازگار باشند را می‌توان استفاده کرد. توصیه می‌شود همه ظروف پلاستیکی را با مواد FEP یا PFA جایگزین کنید.

الف-۵ از ظروف شیشه‌ای یا پلاستیکی که حاوی محلول‌هایی با غلظت‌های بالا از عناصر موردنظر می‌باشند، استفاده نکنید.

الف-۶ به منظور به حداقل رساندن آلودگی در طی آماده‌سازی استاندارد/نمونه، همه محلول‌ها را در ظروف PP یا PFA/FEP یا ظروف از قبل تمیز شده آماده کنید. توصیه می‌شود سامانه ورود نمونه را تمیز کرده و بر اساس حجم نمونه و غلظت گونه مورد آزمون به صورت دوره‌ای آن را بررسی کنید.

الف-۷ حلال‌ها و واکنشگرهایی که دارای سطوح قابل توجهی از گونه‌های مورد تعیین نمی‌باشد را انتخاب کنید.

الف-۸ همگن بودن نمونه‌ها در ظروف نمونه بسیار مهم است تا بتوان یک آزمایش معرف کل نمونه را به دست آورد. مخلوط کردن و روش‌های نمونه‌برداری را به ویژه برای نمونه‌های سنگین‌تر به کار برید. در صورت استفاده از تکان دادن دستی، ظروف نمونه را به شدت به مدت ۳۰ s بلافاصله قبل از برداشت نمونه

برای تجزیه تکان دهید. همگن سازهای فراصوت و مخلوط کن ورتکس^۱ در انجام یکنواخت سازی نمونه ها مفید می باشند.

الف-۹ در صورت مشاهده ذرات ریز در نمونه، آن را از میان صافی غشایی با منافذ $0.45 \mu\text{m}$ ، $0.8 \mu\text{m}$ یا $1 \mu\text{m}$ (از جنس نایلون، TFE-فلوروکربن، سلولز استات/ سلولز نیترات یا دیگر مواد سازگار) داخل ارلن اسیدشویی شده صاف کرده و محلول زیر صافی را برای آزمون نگه دارید. از روش مشابه برای محلول شاهد مورد استفاده برای آنالیز این نمونه ها پیروی کنید.

الف-۱۰ توصیه می شود آزمون تحت شرایط آزمایشگاهی معمول و با استفاده از یک کاربر با تجربه مناسب در مورد تکنولوژی ICP-AES انجام شود.

الف-۱۱ قابلیت اندازه گیری دستگاه به وسیله کیفیت نگهداری دستگاه، پروتکل های محیطی آزمایشگاه، سن تجهیزات و دیگر پارامترها ممکن است تحت تاثیر واقع شود.

الف-۱۲ مشعل را قبل از استفاده از لحاظ وجود ترک بررسی کنید. مشعل های دارای ترک را دور بریزید. از مشعل های تمیز که حاوی رسوب کربن نمی باشند، استفاده کنید.

الف-۱۳ لوله های مه پاش را به صورت روزانه به منظور وجود سوراخ یا ترک بررسی کنید و در صورت لزوم تعویض کنید. سرعت مکش مه پاش را به صورت روزانه به منظور بررسی انسداد بررسی کنید. در صورتی که سرعت نرمال نمی باشد، آن را تمیز کنید.

الف-۱۴ تغییرات ناشی از تجمع رسوب ها بر روی مه پاش را در طی مرحله تعیین با مه پاش کردن استاندارد کنترلی تنظیم کنید.

الف-۱۵ هنگامی که تشکیل توده کربن در مشعل مشکل ساز می باشد، شرایط آزمایشگاهی زیر را به منظور حذف این مشکل تنظیم کنید. این تنظیمات عبارتند از:

- کاهش سرعت مکش نمونه؛
- افزایش سرعت جریان گاز آرگون کمکی؛
- استفاده از محفظه پاشش سرد؛
- پایین آوردن مشعل نسبت به پیچه REF؛
- رقیق سازی نمونه؛
- انجام دیگر تنظیمات مذکور در دستورالعمل دستگاه.

الف-۱۶ استفاده از پمپ‌های پریستالتیک با سرعت متغیر برای تحویل نمونه به مه‌پاش اکیدا توصیه می‌شود. سرعت جریان به طور نوعی در گستره ۰/۰۵ ml/min تا ۰/۱ ml/min می‌باشد. لوله‌های پمپ پریستالتیک را به صورت روزانه بررسی کرده و لوله‌های خراب را تعویض نمایید.

الف-۱۷ پس از روشن کردن پلاسما اجازه دهید دستگاه حداقل به مدت ۳۰ min گرم شود. برخی از دستگاه‌ها جهت به حداقل رساندن تغییرات در شیب منحنی‌های کالیبراسیون با توجه به توصیه‌های تولیدکننده به دوره‌های گرم کردن طولانی مدت ممکن است نیاز داشته باشند.

الف-۱۸ نمونه‌ها و استانداردهای کالیبراسیون را تا حد امکان به منظور به حداقل رساندن اثرات انتقالی مه‌پاش ناشی از نمونه‌های با گرانش بالا و نیز برای کاهش تداخلات طیفی رقیق کنید.

الف-۱۹ از یک نمونه شاهد برای همه حلال‌ها و دیگر واکنشگرهای اضافه شده به استانداردها و نمونه‌ها جهت کنترل آلودگی استفاده کنید. هنگامی که مقادیر شاهد قابل توجه باشند، تصحیحات برای شاهد را انجام داده یا از واکنشگرهایی که دارای مقادیر قابل توجه شاهد نمی‌باشند، استفاده کنید.

الف-۲۰ از استانداردهای شاهد و کنترلی مناسب بعد از هر پنج بار پاشش نمونه یا حداقل پس از گذشت ۳۰ min از زمان آخرین تجزیه استفاده کنید. در صورتی که شدت خالص استانداردها به نسبت کنترل‌های قبلی ۵٪ تغییر کند، کالیبراسیون را مجدد انجام دهید. محلول شاهد باید دارای همه واکنشگرها و حجم‌های یکسان مورد استفاده در آماده‌سازی نمونه باشند.

الف-۲۱ دستگاه را پس از روشن شدن پلاسما استاندارد کنید. کالیبراسیون را قبل از هر گروه از نمونه‌های مورد تجزیه و پس از هرگونه تغییر در شرایط دستگاه مانند تغییراتی که در رفتار دستگاه ایجاد می‌شود، انجام دهید.

الف-۲۲ توصیه می‌شود استاندارد کنترلی مجزایی را در طول یک سری از نمونه‌ها جهت بررسی تغییرات کالیبراسیون تجزیه کنید. یک کنترل بعد از هر پنج بار پاشش نمونه یا حداقل پس از گذشت ۳۰ min از زمان آخرین تجزیه توصیه می‌شود. در صورتی که شدت خالص استانداردها به نسبت کنترل‌های قبلی ۵٪ تغییر کند، کالیبراسیون را مجدد انجام دهید.

الف-۲۳ توصیه می‌شود استانداردهای کالیبراسیون کاری با سطوح غلظتی کم را به صورت تازه و در هنگام تجزیه محلول‌های ذخیره با غلظت‌های بالاتر (به عنوان مثال ۵۰۰ mg/kg یا ۱۰۰۰ mg/kg) آماده کنید.

الف-۲۴ آماده‌سازی استانداردهای کالیبراسیون را به صورت تجربی تعیین کنید و در صورت نیاز به صورت تازه تهیه کنید.

الف-۲۵ هنگام آماده‌سازی استانداردهای چندعنصری اطمینان حاصل کنید که واکنشگرهای مختلف متقابلاً در حلال به کار رفته قابل حل بوده و ترکیبات نامحلول با یکدیگر واکنش نمی‌دهند. از آنجایی که

استانداردها با حلال رقیق می‌شوند، بیش از مدت زمانی که به وسیله تولیدکننده تضمین شده است، پایدار نمی‌باشند.

الف-۲۶ تکنیک افزایش استاندارد را برای نمونه‌های مشخص یا سایر تداخلات به کار برید.

الف-۲۷ برای بهتر شدن نتایج از روش براکتینگ^۱ برای کالیبراسیون استفاده کنید. این روش شامل اندازه‌گیری خوانش‌های شدت نشر برای محلول‌های کالیبراسیون قبل و بعد از هر محلول نمونه می‌باشد.

الف-۲۸ خطی بودن پاسخ غلظت/نشر را مطابق با دستورالعمل سازنده دستگاه بررسی کنید. همه تعیین‌ها را در این گستره غلظتی انجام دهید. محلول‌های استاندارد با غلظت‌هایی در بالای گستره خطی را آماده کنید. ماتریس محلول‌های استاندارد باید با محلول‌های نمونه تا حد امکان مشابه باشد. همه شدت‌های نشر را در گستره‌های خطی و کالیبراسیون حفظ کنید. در صورت لزوم محلول‌های نمونه را با حلال‌های عاری از گونه مورد آزمون رقیق کنید.

الف-۲۹ درستی غلظت‌های عناصر تجاری به دست آمده از استانداردهای کالیبراسیون را قبل از استفاده با مقایسه در برابر استانداردهای اولیه مناسب یا هر روش تجزیه‌ای مستقل بررسی کنید.

الف-۳۰ به صورت دوره‌ای، خطی بودن منحنی‌های کالیبراسیون را تعیین کنید. آنالیزهای کمی را فقط با منحنی‌های خطی اجرا کنید.

الف-۳۱ دستگاه را با استفاده از حداقل سه استاندارد کالیبراسیون و شاهد کالیبراسیون کالیبره کنید. ضریب کالیبراسیون باید معادل یا بزرگ‌تر از ۰/۹۹۵ باشد.

الف-۳۲ از طول‌موج‌های مشخص شده در این استاندارد برای اندازه‌گیری استفاده کنید. زیرا این طول‌موج‌ها با آزمون و بهینه‌سازی به دست آمده و عاری از تداخلات طیفی می‌باشند.

الف-۳۳ هنگامی که عناصری با غلظت بالاتر در یک نمونه قبلی در یک اندازه‌گیری مجزا وجود داشته باشد، در آنالیز نمونه بعدی ممکن است اثرات حافظه را ایجاد کند. اثرات حافظه از تجمع مواد در مشعل پلاسما و سامانه ورود نمونه ایجاد می‌شود. جهت به حداقل رساندن اثرات حافظه اجازه دهید به مدت زمان کافی (کمتر از ۶۰ s نباشد) عملیات شستشو بین اندازه‌گیری‌ها انجام شود. در صورتی که بعد از چند اندازه‌گیری، کاهش ناگهانی در وضعیت مشاهده شود، اثرات حافظه وجود دارد. همچنین توصیه می‌شود شاهد‌ها را به صورت دوره‌ای برای اثبات عاری بودن اثرات حافظه تجزیه کنید. زمان‌های شستشوی لازم برای عناصر خاص را قبل از تجزیه تخمین بزنید. برای دستورالعمل‌های بیشتر در مورد تداخلات به بند ۵ مراجعه شود.

1- Bracketing technique

الف-۳۴ تفاوت در گرانروی محلول‌های آزمون و محلول‌های استاندارد می‌تواند موجب بروز اختلاف در سرعت‌های برداشت نمونه شود که تاثیر عکس بر روی درستی آنالیز دارد. این اثرها را می‌توان با استفاده از یک پمپ پریستالتیک برای تحویل محلول‌ها به مه‌پاش و با استفاده از استاندارد داخلی یا افزایش استاندارد به حداقل رساند. استفاده از یک پمپ پریستالتیک جهت برقراری جریان ثابت از محلول به طور اکید پیشنهاد می‌شود.

الف-۳۵ ذرات معلق می‌توانند موجب انسداد مه‌پاش شوند که در نتیجه آن نتایج، کمتر از مقدار واقعی به دست می‌آید. همچنین سامانه ورود نمونه به انتقال ذرات معلق محدود شده و پلاسما این ذرات را به صورت ناقص اتمی می‌کند، که در نتیجه آن نتایج کمتر از مقدار واقعی به دست می‌آید. استفاده از مه‌پاش بابینگتون به کاهش این اثر کمک می‌کند.

الف-۳۶ استفاده از یک کنترل کننده جریان جرمی به منظور تنظیم گاز مه‌پاش توصیه می‌شود.

الف-۳۷ توصیه می‌شود حداقل سه اندازه‌گیری را برای همه نمونه‌ها (استانداردها، شاهد و سوخت‌ها) انجام دهید.

الف-۳۸ به بند تداخلات در این استاندارد برای تشخیص صحیح و به حداقل رساندن تداخلات طیفی مراجعه شود. همه تداخلات طیفی مورد انتظار از عناصر موجود در نمونه را بررسی کنید. از دستورالعمل سازنده برای بهبود و اعمال ضرایب تصحیح به منظور جبران این تداخلات استفاده کنید. از نرم افزارهای موجود در طیف‌سنج ICP برای تصحیحات تداخلاتی که نمی‌توان با انتخاب طول موج و تصحیح زمینه از آن اجتناب کرد، استفاده کنید. تا حد امکان با انتخاب هوشمندانه طول موج‌ها یا با مقایسه نتایج در دو طول موج متفاوت برای عنصر یکسان از تداخلات طیفی اجتناب کنید.

الف-۳۹ در هر دستگاه، کاربر باید تا حد امکان از حضور عناصر ناخواسته که باعث ایجاد تداخل در پیک‌های طیفی می‌شوند، آگاه باشد.

الف-۴۰ استانداردسازی داخلی یا روش افزایش استاندارد را به منظور تصحیح رانش دستگاهی و همچنین فرونشانی پاسخ دستگاهی که به وسیله ماتریس نمونه ایجاد می‌شود، استفاده نمایید. استانداردهای داخلی باید دارای رفتار آنالیزی مشابه با عناصر مورد تعیین باشند.

الف-۴۱ در انتخاب یک استاندارد داخلی، خلوص (عاری بودن از گونه مورد آزمون)، حساسیت، تداخلات، انرژی یونیزاسیون (استاندارد داخلی در برابر گونه مورد آزمون)، قابلیت انحلال / سازگاری با ماتریس نمونه و غیره را در نظر بگیرید.

الف-۴۲ در صورت استفاده از روش استاندارد داخلی، لازم است مقدار یکسانی از محلول ذخیره استاندارد داخلی به نمونه‌ها اضافه شود.

الف-۴۳ سطح بالایی از مواد جامد محلول در نمونه ممکن است بر روی مه‌پاش رسوب کنند که در نتیجه آن قطر موثر و شکل دهانه مه‌پاش و انتقال اتمی کاهش می‌یابد. مقدار مواد جامد حل شده نباید بیش از ۰٫۲٪ کسر جرمی/حجمی باشد.

الف-۴۴ ایجاد و پیاده‌سازی یک پروتکل کنترل کیفیت در دستیابی به کیفیت داده‌های موردنیاز کمک می‌کند. توصیه می‌شود که یک نمونه کنترل کیفیت برای هر پنج یا ده نمونه مورد استفاده، آنالیز شود. برای اطلاعات بیشتر در این مورد به استاندارد ASTM D6792 مراجعه شود.

الف-۴۵ نتایج را با استفاده از تعداد ارقام با معنی مشخص شده در این استاندارد گزارش کنید.

پیوست ب

(آگاهی‌دهنده)

کنترل کیفیت

ب-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.

ب-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).

ب-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 ، ASTM D6792 و ASTM MNL7 مراجعه شود). توصیه می‌شود هر داده خارج از کنترل محرکی برای بررسی علل اصلی باشد. نتایج این بررسی ممکن است، نه البته لزوماً، به کالیبراسیون مجدد دستگاه منجر شود.

ب-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 می‌شوند. 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. توصیه می‌شود دقت نمونه QC در برابر دقت این روش آزمون، کنترل شود تا از کیفیت داده‌ها اطمینان حاصل شود.

ب-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 موردنظر موجود باشد و باید تحت شرایط نگهداری همگن و پایدار باشد. برای راهنمایی‌های بیشتر در مورد QC و فنون کنترل نمودار به اسناد مربوطه مراجعه کنید (به استانداردهای ASTM D6299 ، ASTM D6792 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.