



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۸۶

تجدیدنظر دوم

۱۳۹۳

INSO

1786

2nd.Revision

2015

روغن‌های روان‌کننده - تعیین فسفر در
روغن‌های روان‌کننده و مواد افزودنی -
روش آزمون

**Lubricating oils — Determination of
phosphorus in lubricating oils and additives
-Test method**

ICS:75.100

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال 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 می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل میدهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱ کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International organization for Standardization

2- International Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«روغن‌های روان‌کننده - تعیین فسفر در روغن‌های روان‌کننده و مواد افزودنی - روش آزمون»
(تجدید نظر دوم)

رئیس:

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا نمایندگی

دانشگاه بوعلی سینا همدان

دبیر:

صنعتگر دلشاد، الهام
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

بابازاده، فرشته
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس استاندارد

بیگلری، حسن
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

شیخ علیزاده، کاملیا
(کارشناس شیمی)

پالایشگاه نفت پارس

صیافی، سید مهدی
(کارشناس شیمی)

شرکت پالایش الموت آبادان

عندلیبی، مریم
(کارشناس شیمی)

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه راک

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۲	۵ نمونه‌برداری
۲	۶ اکسیداسیون نمونه
۵	۷ روش نورسنجی (مولیبیدی وانادو)
۹	۸ روش وزن‌سنجی
۱۲	۹ کنترل کیفیت (QC)
۱۲	۱۰ گزارش آزمون
۱۳	۱۱ دقت و اریبی
۱۶	پیوست الف (اطلاعاتی) کنترل کیفیت

پیش‌گفتار

استاندارد «روغن‌های روان‌کننده - تعیین فسفر در روغن‌های روان‌کننده و مواد افزودنی - روش آزمون» نخستین بار در سال ۱۳۵۶ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت رویان پژوهان سینا و تایید کمیسیون‌های مربوط برای دومین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در چهل و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۱۰ تصویب شد. اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۸۶ سال ۱۳۸۶ است.

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

ASTM D1091:2011, Standard Test Methods for Phosphorus in Lubricating Oils and Additives

روغن‌های روان‌کننده - تعیین فسفر در روغن‌های روان‌کننده و مواد افزودنی - روش آزمون

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

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش‌هایی برای اندازه‌گیری مقدار فسفر در روغن‌های روان‌کننده کارنکرده، مواد افزودنی روغن‌های روان‌کننده و کنسانتره آن‌ها می‌باشد. این روش‌های آزمون تمام ترکیبات فسفوری موجود در روغن از جمله ترکیبات فسفر سه ظرفیتی یا پنج ظرفیتی، فسفین‌ها، فسفات‌ها، فسفونات‌ها، سولفیدهای فسفوری و غیره را شامل می‌شوند، زیرا ترکیبات اشاره شده به طور کمی از طریق اکسیداسیون نمونه در حین تجزیه شیمیایی در محلول آبی به یون ارتوفسفات تبدیل می‌شوند.

۱-۲ آگاهی از مقدار فسفر و نیز مواد افزودنی حاوی فسفر در روغن‌های روان‌کننده یا مواد افزودنی می‌تواند در پیش‌بینی ویژگی‌های کارایی به کار رود. این استاندارد برای اکثر کاربردهایی که نیاز به تعیین مقدار فسفر دارند، مناسب است.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

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

- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی
- 2-3 ASTM D4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products
- 2-4 ASTM D6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

۳ اصول آزمون

۱-۳ مواد آلی موجود در نمونه را خارج کرده، فسفر به وسیله اکسیداسیون با سولفوریک اسید، نیتریک اسید و هیدروژن پروکسید تبدیل به یون فسفات می‌شود. سپس طبق یکی از بندهای زیر عمل می‌شود:

اکسیداسیون نمونه	مطابق بند ۶
روش نورسنجی (مولیبیدی وانادو) ^۱	مطابق بند ۷
روش وزن سنجی	مطابق بند ۸

۲-۳ هنگامی که مقدار فسفر کمتر از ۲٪ تخمین زده شود از روش نورسنجی و هنگامی که مقدار آن بیش از ۲٪ تخمین زده شده باشد، از روش وزن سنجی استفاده می‌شود.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۴ خلوص واکنشگرها

در انجام همه آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با خلوص آزمایشگاهی استفاده شود. چنانچه از موادی با درجات خلوص پایین‌تر استفاده می‌نمائید توجه کنید که ناخالصی‌های موجود در صحت اندازه‌گیری اثری نداشته باشند.

۲-۴ خلوص آب

به غیر از موارد مشخص شده، از آب مقطر نوع دو یا سه مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۵ نمونه‌برداری

۱-۵ نمونه‌برداری را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ یا استاندارد ASTM D4177 انجام دهید.

۲-۵ دقت کنید آزمون، نماینده واقعی ماده مورد آزمون و نمونه نماینده کاملی از واحد آزمون باشد.

۶ اکسیداسیون نمونه

۱-۶ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این روش آزمون، تعیین روشی برای جدا کردن مواد آلی از نمونه روغن‌های روان‌کننده کارنکرده و مواد افزودنی روغن روان‌کننده و کنسانتره آن‌ها و سپس تبدیل فسفر به یون فسفات می‌باشد.

۲-۶ اصول آزمون

مواد آلی موجود در نمونه به وسیله اکسیداسیون با سولفوریک اسید، نیتریک اسید و پرواکسید هیدروژن تجزیه شده و فسفر به یون فسفات تبدیل می‌شود. هیدروژن پروکسید باقی‌مانده با چند بار رقیق کردن با آب و تبخیر آن تا ایجاد دود سفید غلیظ خارج می‌شود.

۳-۶ وسایل

۱-۳-۶ بالن‌های هضم^۲، بالن‌های کج‌دال، با ظرفیت ۳۰۰ ml، در سمباده‌ای.

1- Molybdivanado
2- Digestion Flasks

۲-۳-۶ پایه هضم^۱، پایه هضم ساخته شده برای نگه‌داشتن یک یا چند بالن کج‌دال ۳۰۰ میلی‌لیتری با زاویه تقریبی ۴۵ درجه به نحوی باشد که حرارت مستقیم به ته بالن برسد و بدنه و گردن بالن از منبع حرارت عایق شود. حدود سه چهارم گردن بالن باید با هوا در دمای محیط خنک شود (ترجیحاً جریان هوای مستقیم، مقابل گردن بالن باشد). استفاده از یک چراغ گازی یا اجاق برقی با ظرفیت زیاد به عنوان منبع حرارت مناسب می‌باشد.

۴-۶ مواد و / یا واکنشگرها

۱-۴-۶ هیدروژن پروکسید (۳۰٪)، هیدروژن پروکسید غلیظ (H₂O₂) که بیش از ۰/۰۰۰۲٪ فسفر نداشته باشد. (هشدار- محلول‌های غلیظ بسیار سمی و اکسیدکننده قوی هستند).

۲-۴-۶ نیتریک اسید، نیتریک اسید غلیظ با چگالی نسبی ۱/۴۲ (HNO₃)

۳-۴-۶ سولفوریک اسید، سولفوریک اسید غلیظ با چگالی نسبی ۱/۸۴ (H₂SO₄)

۴-۴-۶ روغن سفید^۲، عاری از فسفر.

۵-۴-۶ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)، ترجیحاً قسمت‌هایی از یک یا چند فرآورده نفتی مایع پایدار که نماینده‌ای از نمونه‌های آزمون می‌باشند. این نمونه‌های QC می‌توانند، جهت اعتباردهی مراحل آزمون مطابق با بند ۹ به کار روند.

۵-۶ روش انجام آزمون

۱-۵-۶ مقداری از ماده مورد تجزیه را مطابق با جدول ۱ وزن کنید و در بالن کج‌دال ۳۰۰ میلی‌لیتری بریزید. به منظور جلوگیری از چسبیدن آزمون در گردن بالن می‌توان از هر روش مناسبی برای ریختن آزمون به داخل بالن استفاده کرد (به یادآوری بند ۲-۵-۶ مراجعه کنید). سولفوریک اسید (به میزان ۳ ml در روش نورسنجی و ۱۰ ml در روش وزن‌سنجی) را به بالن اضافه کنید. همچنین یک گلوله شیشه‌ای به قطر ۶ mm (به یادآوری بند ۴-۵-۶ مراجعه کنید) در بالن بیاندازید. بالن را به منظور مخلوط کردن محتویات آن بچرخانید.

جدول ۱- مقدار نمونه

مقدار فسفر، %	وزن تقریبی نمونه، g	دقت توزین، g، ±
روش نورسنجی (مولبیدی وانادو)		
۰/۰۰۲ تا ۰/۲	۲	۰/۰۰۴
۰/۲ تا ۲	۰/۲	۰/۰۰۰۴
روش وزن‌سنجی		
۲ تا ۵	۲	۰/۰۰۴
۵ تا ۱۰	۱	۰/۰۰۳
۱۰ تا ۱۵	۰/۷	۰/۰۰۲
۱۵ تا ۲۵	۰/۴	۰/۰۰۱

1- Digestion Rack

2- White Oil

۶-۵-۲ در صورتیکه مقدار فسفر کم باشد، به منظور به دست آوردن صحت کافی، لازم است که احتیاط بیشتری در نقل و انتقال صورت گیرد. احتیاط‌های عمومی، تمیزی، دقت و اجتناب از آلودگی باید کاملاً مدنظر قرار گیرند. همچنین باید تمام لوازم شیشه‌ای قبل از استفاده با اسید یا برخی پاک‌کننده‌های غیرتجاری شستشو داده شوند. پاک‌کننده‌های تجاری اغلب محتوی فسفات‌های قلیایی هستند که به شدت بر روی سطح شیشه می‌چسبند و با شستشوی عادی از سطح شیشه برداشته نمی‌شوند، لذا لازم است که وسایل شیشه‌ای مخصوصی تنها جهت استفاده در اندازه‌گیری مقدار فسفر به کار برده شوند.

یادآوری- در آزمون معمول می‌توان از حجم اشغال شده به وسیله گلوله شیشه‌ای (۰/۱ ml) صرفنظر کرد. بعضی ترکیبات آلی فسفردار گاهی در هنگام جوش موجب ضربه‌های شدید می‌شوند که با استفاده از گلوله شیشه‌ای می‌توان این ضربه‌ها را کم کرد. در بعضی موارد به علت مصرف سنگ‌های جوش تجاری و وارد شدن ذرات آن در محلول بر اثر سایش در روش هضم شدید، این مشکل پیش می‌آید که حتی پس از سانتریفیوژ کردن، محلول کاملاً صاف برای اندازه‌گیری فسفر (به بند ۷ مراجعه کنید) به روش نورسنجی حاصل نمی‌شود.

۶-۵-۳ با انجام روش یکسان و به کارگیری مقادیر یکسان از همه واکنشگرها و مقدار یکسان نمونه روغن سفید عاری از فسفر، یک آزمون شاهد انجام دهید. این محلول شاهد در روش نورسنجی به کار می‌رود (به بند ۷ مراجعه کنید).

۶-۵-۴ بالن را بر روی پایه هضم و زیر هواکش قرار دهید و در حالی که گردن بالن را ترجیحاً با استفاده از جریان هوا (به یادآوری ۱ مراجعه کنید) سرد می‌کنید، بالن را به آرامی حرارت دهید تا نمونه سیاه شود. حرارت را تا هنگام ایجاد دود سفید غلیظ ادامه دهید (به یادآوری ۲ مراجعه کنید). در حالیکه محلول می‌جوشد به طور مداوم ۱ ml نیتریک اسید را قطره قطره (به یادآوری ۳ مراجعه کنید) به منظور اکسید کردن مواد آلی به محلول اضافه کنید. هنگامی که جوشش نیتریک اسید تمام شد و دود سفید غلیظ ظاهر گشت، عمل را با افزودن ۱ ml دیگر نیتریک اسید تکرار کنید (به یادآوری ۴ مراجعه کنید). افزودن نیتریک اسید به مقدار ۱ ml را آنقدر تکرار کنید تا رنگ مخلوط هضم، تیره‌تر از رنگ کاه نباشد. این رنگ نشان می‌دهد که تقریباً کلیه مواد آلی اکسید شده‌اند.

یادآوری ۱- مقدار هوای مصرفی برای خنک کردن گردن بالن را باید گاه‌گاهی کاهش داد یا حتی قطع کرد تا بدین وسیله بخارات و دودها بتوانند خارج شوند و نمونه به صورت دود سفید غلیظ بیرون رود. به هر حال این عمل را تا وقتی که نمونه در حال تجزیه شدن است، نباید انجام داد. جریان هوا را باید هر بار قبل از افزایش نیتریک اسید و هیدروژن پروکسید برقرار کرد (به بند ۶-۵-۴ مراجعه کنید).

یادآوری ۲- به منظور کم کردن احتمال از دست رفتن فسفر باید از تبخیر بیش از اندازه سولفوریک اسید جلوگیری کرد. دقت کنید که بالای سطح مایع نباید حرارت داده شود، زیرا مشاهده شده است که در آزمون‌های دارای ترکیبات معدنی (نمک‌های باریوم و سرب) امکان آن وجود دارد که فسفر به صورت فسفات یا همراه با سولفات در شیشه نفوذ یا در سطح شیشه رسوب کرده و سبب افت مقدار فسفر شود. بنابراین بهتر است ظروف خشک شده را پس از استفاده از وجود هرگونه لایه مات حاصل از مواد ذوب شده بررسی کنید.

یادآوری ۳- چنانچه نیتریک اسید قطره قطره افزوده نشود، ممکن است موجب خروج مقدار زیادی بخار از بالن شود و سبب خروج فسفر همراه با بخار گردد.

یادآوری ۴- به منظور به حداقل رساندن کاهش مقدار سولفوریک اسید در فرآیند هضم، توصیه می‌شود مرحله ایجاد دود سفید غلیظ در فواصل افزودن نیتریک اسید، طولانی نشود.

۵-۵-۶ بالن را کمی خنک کرده و ۱۰ قطره (۰/۵ ml) هیدروژن پروکسید بیافزایید. محلول را تا هنگام ایجاد دود سفید غلیظ حرارت دهید و در حین جوشیدن با احتیاط ۱ ml نیتریک اسید را به صورت قطره قطره به محلول اضافه کنید، هنگامی که جوشش نیتریک اسید تمام شد و مجدد دود سفید غلیظ ظاهر گشت، عمل افزودن هیدروژن پرواکسید و نیتریک اسید را تا بی‌رنگ شدن مخلوط هضم و اکسید شدن کامل مواد آلی ادامه دهید. معمولاً انجام چهار بار این عمل کافی است. مقدار کل هیدروژن پروکسید مصرفی باید یادداشت شود و همین مقدار برای هر آزمون و نمونه شاهد به کار رود.

۶-۵-۶ هنگامی که اکسیداسیون کامل شد، اجازه دهید بالن خنک شود، پایین دهانه و گردن آن را با کمترین مقدار آب (۵ ml) بشویید و محتویات بالن را مخلوط کنید. بالن را به پایه هضم برگردانید و حرارت دادن را تا ایجاد دود سفید غلیظ ادامه دهید. عمل افزودن آب و حرارت دادن را تا ایجاد دود غلیظ چند بار تکرار کنید. این عمل تمام مقادیر جزئی هیدروژن پروکسید را خارج خواهد کرد.

هشدار- باید نسبت به خروج کلیه بقایای جزئی هیدروژن پروکسید هنگام دود کردن مطابق با بند ۵-۵-۶ احتیاط کامل شود تا موجب هیچ تداخل رنگی در آزمون هنگام اندازه‌گیری فسفر به روش نورسنجی که شرح آن در بند ۸ داده شده است، نشود.

۷ روش نورسنجی (مولیبدی وانادو)

۱-۷ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این روش آزمون تعیین روش اندازه‌گیری مقدار کل فسفر در نمونه‌هایی که غلظت آن در نمونه اصلی کمتر از ۲٪ جرمی است (به یادآوری مراجعه کنید) می‌باشد. این مقدار بر اساس آزمون اولیه در نمونه‌های آماده شده با روش اکسیداسیون اسیدی شرح داده شده در بند ۶ محاسبه شده است.

یادآوری- برای غلظت‌های فسفر بیشتر یا معادل با ۲٪ به بندهای ۵-۷ تا ۸-۷ مراجعه کنید.

۲-۷ اصول آزمون

پس از اکسید کردن مواد آلی در آزمون و تبدیل کمی فسفر به یون فسفات، اسیدیته مخلوط هضم تنظیم شده و مخلوط تا حجم مناسب رقیق می‌شود. محلول‌های آمونیم وانادات و آمونیم مولیبدات به ترتیب به محلول اضافه می‌شوند. افزایش محلول مولیبدات به مخلوط اسیدی وانادات- فسفات، موجب تشکیل پلی‌اسید ناجور^۱ یعنی مولیبدی وانادوفسفریک اسید زرد رنگ می‌شود. اگر چه ترکیب دقیق مولیبدی وانادو فسفریک اسید به درستی معلوم نیست، محلول‌های این ترکیب هنگامی که به دقت مطابق با شرایط مشخص تشکیل می‌شوند، مشاهده شده است که در اندازه‌گیری عبور نوری آن‌ها در طول موج ۴۲۰ nm تا ۴۷۰ nm (به عنوان تابعی از مقدار فسفر) از قانون بیر لامبرت تبعیت می‌کنند.

1- Heteropoly acid

۳-۷ وسایل

۱-۳-۷ نورسنج فتوالکتریکی، طیفسنجی مناسب است که در فاصله طول موج‌های ۴۳۰ nm تا ۴۶۰ nm، قادر به جدا کردن طیفی با پهنای ۵ nm باشد. دستگاه باید مجهز به وسایلی کمکی برای به کارگیری سل‌های یک، دو و پنج سانتیمتری باشد و یک منبع از این‌ها باید در دسترس باشد. استفاده از دستگاه‌های دیگر نظیر نورسنج فیلتردار فتوالکتریکی مجاز می‌باشد.

یادآوری- اگر چه مقایسه رنگ به طریق چشمی برای این کار مناسب نیست، ولی در صورت لزوم می‌توان از آن استفاده کرد.

۴-۷ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۴-۷ محلول آمونیوم مولیبدات، $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ، مقدار ۵۰ g آمونیوم مولیبدات را در آب گرم حل کرده و آن را تا حجم یک لیتر رقیق کنید. محلول را قبل از استفاده صاف کنید.

۲-۴-۷ محلول آمونیوم وانادات، (NH_4VO_3) ، مقدار ۲٫۵ g آمونیوم وانادات را در ۵۰۰ ml آب داغ حل کرده و به آن ۲۰ ml نیتریک اسید غلیظ (با چگالی نسبی ۱٫۴۲) اضافه نموده و آن را تا حجم یک لیتر رقیق کنید.

۳-۴-۷ محلول استاندارد فسفات، (KH_2PO_4) ، مقدار ۰٫۴۳۹۳ g پتاسیم دی‌هیدروژن فسفات را در آب حل کرده و آن را تا حجم یک لیتر رقیق کنید. برای نتیجه بهتر باید از نمک فسفات که دو بار متبلور شده و قبل از استفاده در خلا خشک شده است، استفاده کرد (۱ ml از این محلول معادل ۰٫۱ mg فسفر می‌باشد).

۴-۴-۷ اسید سولفوریک (H_2SO_4) ، اسید سولفوریک غلیظ (با چگالی نسبی ۱٫۸۴).

۵-۴-۷ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)، ترجیحا قسمت‌هایی از یک یا چند فرآورده نفتی مایع پایدار که نماینده‌ای از نمونه‌های آزمون می‌باشند. این نمونه‌های QC می‌توانند، جهت اعتباردهی مراحل آزمون مطابق با بند ۹ به کار روند.

۵-۷ کالیبراسیون و استاندارد کردن

۱-۵-۷ در یازده عدد بالن ۱۰۰ میلی‌لیتری در سمداده‌ای به ترتیب ۰ ml، ۰٫۴ ml، ۰٫۸ ml، ۱٫۶ ml، ۲٫۴ ml، ۴٫۰ ml، ۴٫۸ ml، ۸٫۰ ml، ۱۶ ml و ۳۲ ml از محلول استاندارد فسفات بریزید. سپس به هر یک از آن‌ها مقدار کافی سولفوریک اسید (با هر غلظت در دسترس) بیافزایید تا پس از رقیق کردن آن‌ها تا ۱۰۰ ml غلظت نهایی اسید به ۰٫۵ نرمال (۰٫۲۵ مولار) نرمال برسد. حجم محلول‌ها را با آب مقطر به حدود ۵۵ ml تا ۶۰ ml برسانید و ۱۰ ml محلول آمونیوم وانادات و محلول آمونیوم مولیبدات با هم زدن کافی در حین افزایش به ترتیب ذکر شده بیافزایید، سپس محلول‌ها را تا ۱۰۰ ml رقیق کنید، در بالن را ببندید و هر یک از محلول‌ها را کاملا مخلوط کنید. بالن‌ها را به مدت حداقل ۴۵ دقیقه و حداکثر ۶۰ دقیقه باقی بگذارید تا رنگ ایجاد شود.

۷-۵-۲ نورسنج را برای قرائت ۱۰۰٪ عبور و استفاده از سل یک سانتیمتری با محلول استاندارد که مقدار فسفر آن صفر است (محلول شاهد) در طول موج ۴۶۰ nm تنظیم کنید. اگر چه سل‌های جذب معمولاً تشابه زیادی به یکدیگر دارند، ولی برای آزمون دقیق‌تر توصیه می‌شود از دو سل، یکی برای محلول شاهد و دیگری جهت محلول‌های استاندارد یا محلول نمونه استفاده شود. مقدار عبور محلول‌های حاوی ۰٫۴ mg، ۰٫۸ mg، ۱٫۶ mg، ۲٫۴ mg و ۳٫۲ mg فسفر را اندازه‌گیری کنید. این محلول‌های استاندارد باید به ترتیب مقادیر کاهشی بین ۹۰٪ تا ۲۰٪ نور عبوری را بدهند. پس از هر اندازه‌گیری، محلول شاهد را در مسیر نور قرار دهید. این کار باید در نور عبوری ۱۰۰٪ با تقریب ۰٫۲٪ انجام شود. خواندن درصد نور عبوری محلول استاندارد و محلول شاهد را تکرار کنید. خواندن را برای هر یک از محلول‌ها سه بار انجام دهید. با استفاده از کاغذ نیمه‌لگاریتمی، مقدار فسفر را به ازاء میانگین نور عبوری رسم کنید. منحنی حاصل باید خط راست باشد.

۷-۵-۳ به همین ترتیب نمودارهای کالیبراسیون را در طول موج ۴۶۰ nm برای سل‌های دو سانتیمتری و پنج سانتیمتری با غلظت‌های استاندارد که مقدار نور عبوری آن‌ها ۲۰٪ تا ۹۰٪ است، رسم کنید.

۷-۵-۴ سرانجام یک منحنی کالیبراسیون را برای سل پنج سانتیمتری با برقراری طول موج در ۴۳۰ nm رسم کنید. در این طول موج مولیبدی وانادو فسفریک اسید دارای جذب نوری بالایی است و در نتیجه منحنی به دست آمده شیب تندی خواهد داشت. مزایای این کالیبراسیون در طول موج ۴۶۰ nm عبارتست از:

الف- حساسیت را در ناحیه دارای غلظت‌های کمتر، افزایش می‌دهد.

ب- تایید مستقلاً برای اندازه‌گیری‌ها در طول موج ۴۶۰ nm را فراهم می‌سازد. تطبیق بین اندازه‌گیری‌های در دو طول موج دلیل بر عدم وجود تداخل است.

۷-۶ روش انجام آزمون

۷-۶-۱ به نمونه تجزیه شده و خنک شده در بالن کج‌دال (بند ۵-۵-۶) به طور تجربی مقدار کافی سولفوریک اسید بیافزاید تا اسیدیته محلول تقریباً به نصف غلظت موجود در آغاز روش اکسیداسیون اسیدی (بند ۵-۵-۶) برسد. این عمل همیشه لازم نمی‌باشد (به یادآوری مراجعه کنید). بالن و محتویات آن را خنک کرده و با استفاده از حدود ۵۰ ml آب، محتویات را به بالن ۱۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید.

هشدار- در هنگام افزودن آب به سولفوریک اسید باید دقت زیادی به عمل آید. توصیه می‌شود آب را هر بار به مقدار کم و به آرامی بیافزاید تا از جداره بالن که به اندازه کافی خنک شده، پایین رود.

یادآوری- اسیدیته محلول پس از اکسیداسیون اسیدی اهمیت دارد، ایجاد یک رنگ زرد مایل به نارنجی در محلول خنثی یا اسیدی زیاد سبب تداخل در آزمون می‌شود. اسیدیته برای ایجاد رنگ مناسب باید در محدوده ۰٫۴ نرمال تا ۰٫۶ نرمال باشد. اگر مقدار هدر رفتن سولفوریک اسید در مراحل دود کردن در روش اکسیداسیون اسیدی در حداقل نگه‌داشته شود، ممکن است نیاز به تنظیم اسیدیته نباشد. به هر جهت ممکن است به منظور رسانیدن اسیدیته محلول به حدود نرمالیه بهینه، نیاز به تبخیر بیشتر سولفوریک اسید باشد.

۷-۶-۲ مقدار ۱۰ ml از هر یک از محلول‌های آمونیم وانادات (به یادآوری مراجعه کنید) و آمونیم مولیبدات را به بالن بیافزایید. این موضوع حایز اهمیت است که محلول‌های ذکر شده را به ترتیبی که در بالا اشاره شده است با هم زدن کافی بین هر افزایش اضافه شوند تا ترکیب کمپلکس موردنظر حاصل شود. سپس حجم محلول را به ۱۰۰ ml برسانید، در آن را ببندید و کاملاً مخلوط کنید. بالن‌ها را به مدت حداقل ۴۵ دقیقه و حداکثر ۶۰ دقیقه باقی بگذارید تا رنگ ایجاد شود. دمای محلول را با دقت $\pm 5^{\circ}\text{C}$ نسبت به دمای کالیبراسیون نگه‌دارید.

یادآوری- آخرین مقدار جزئی هیدروژن پروکسید نیز باید از محلول خارج شود، زیرا مقدار خیلی کم آن سبب ایجاد بیشترین رنگ کمپلکس هیدروژن پراکسید- وانادیم می‌شود. بدیهی است وجود هرگونه مقدار جزئی هیدروژن پروکسید با افزایش واکنشگر وانادیم موجب پیدایش رنگ قهوه‌ای مایل به قرمز می‌شود. چنانچه چنین موردی پیش آید، نمونه باید دور ریخته شود و مرحله اکسیداسیون اسیدی دوباره بر روی نمونه جدید تکرار شود.

۷-۶-۳ هنگامی که هرگونه ماده نامحلول موجود باشد، قسمتی از محلول را به لوله سانتریفیوژ منتقل کرده و با سرعت ۱۲۰۰ دور در دقیقه به مدت پنج دقیقه سانتریفیوژ کنید. محلول شفاف بالایی را داخل سل جذب بریزید. در صورت نیاز می‌توان قسمتی از محلول را به وسیله لوله شیشه‌ای صافی‌دار خارج کرد. باید از بکارگیری کاغذ صافی اجتناب شود، زیرا ممکن است کمپلکس رنگی بر روی آن جذب شود.

۷-۶-۴ در صورتی که مقدار تقریبی فسفر معلوم باشد، طول مسیر سل جذبی باید به نحوی انتخاب شود که درصد نور عبوری بین ۲۵٪ تا ۵۰٪ باشد. به‌منظور کاهش اشتباه در اندازه‌گیری نورسنجی، لازم است شرایط را طوری انتخاب کرد که عدد خوانده شده بین حدود اعداد بالا باشد. در صورتی که مقدار فسفر معلوم نباشد، آزمایشگر با استفاده از تجربه و مشاهده چشمی قادر به انتخاب بهترین سل خواهد بود. در حالتی که رنگ آزمون خیلی تیره باشد و مانع خواندن مستقیم شود، حجم معینی از آن را به بالن دیگری منتقل کرده و با استفاده از محلول شاهد آن را تا خط نشانه رقیق کنید، تا غلظت کلیه محلول‌ها در یک حد مشخص نگه‌داشته شود. کلیه اندازه‌گیری‌ها را در طول موج ۴۶۰ nm انجام دهید، به استثنای مواردی که غلظت فسفر بسیار پایین باشد (کمتر از ۰٫۲۵ میلی‌گرم در ۱۰۰ میلی‌لیتر) اندازه‌گیری باید در طول موج ۴۳۰ nm انجام شود. با قرار دادن محلول شاهد در مسیر نوری، عقربه گالوانومتر را بر روی ۱۰۰٪ تنظیم کنید. نمونه را در مسیر نور، قرار دهید و درصد نور عبوری را تا ۰٫۱٪ بخوانید. سپس محلول شاهد را در مسیر نور قرار دهید. اختلاف این تنظیم با تنظیم اولیه باید در حدود ۰٫۲٪ باشد. در صورت لزوم، عقربه گالوانومتر را دوباره بر روی ۱۰۰٪ تنظیم کنید، تا دست کم سه قرائت از نمونه به دست آید. اختلاف این اعداد حداکثر باید ۰٫۲٪ باشد. با استفاده از میانگین اعداد قرائت شده، مقدار فسفر را از منحنی‌های کالیبراسیون به دست آورید.

۷-۶-۵ **محلول شاهد کلی**، اگر چه محلول شاهد در تهیه منحنی‌های کالیبراسیون مورد استفاده قرار گرفته است، ولی اندازه‌گیری شاهد کلی باید بر روی یک نمونه روغن سفید عاری از فسفر انجام گیرد که در نتیجه نباید هیچگونه فسفری در یک چنین شاهدی به دست آید.

۷-۷ محاسبات

درصد جرمی فسفر را با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$\text{درصد جرمی فسفر} = \frac{(P_s - P_b) \times D \times 100}{1000 \times S} \quad (1)$$

که در آن:

- P_s مقدار فسفر موجود در آزمون که از منحنی استاندارد قرائت می‌شود، بر حسب میلی‌گرم؛
 P_b مقدار فسفر موجود در محلول شاهد که از منحنی استاندارد قرائت می‌شود، بر حسب میلی‌گرم؛
 D ضریب رقیق‌سازی در صورتی که مطابق با بند ۷-۶-۴ قسمتی از حجم محلول استفاده شود؛
 S جرم آزمون، بر حسب گرم.

۸ روش وزن‌سنجی

۱-۸ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این روش آزمون، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار کل فسفر در نمونه‌هایی که غلظت آنها در نمونه اصلی بیشتر از ۲٪ جرمی (به یادآوری مراجعه کنید) می‌باشد، این مقدار بر اساس آزمون اولیه در نمونه‌های آماده شده با روش اکسیداسیون اسیدی شرح داده شده در بند ۶ محاسبه شده است.
یادآوری- برای غلظت‌های فسفر کمتر از ۲٪ جرمی به بند ۷ مراجعه کنید.

۲-۸ اصول آزمون

پس از اکسید کردن مواد آلی موجود در آزمون و تبدیل کمی فسفر به یون فسفات، یون فسفات با رسوب دادن مولیبیدی فسفات آمونیم در محلول نیتریک اسید از فلزهای مزاحم جدا می‌شود. پس از اینکه محلول آمونیاکی یون فسفات به دست آمد، فسفر به صورت فسفات آمونیم منیزیم رسوب داده می‌شود. رسوب پس از حرارت دادن که به صورت پیرو فسفات منیزیم در می‌آید، وزن می‌شود.

۳-۸ وسایل

۱-۳-۸ کوره الکتریکی مافلی، که بتواند در دماهای مختلف در محدوده دمایی 200°C تا 1100°C عمل نماید و دما را در $(1050 \pm 50)^{\circ}\text{C}$ نگه‌دارد.

۲-۳-۸ بوتله صافی‌دار، بوتله چینی ۲۵ میلی‌لیتری با کف متخلخل که بتواند رسوب ریز را نگه‌داری کند.

۴-۸ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۴-۸ آمونیم هیدروکسید، (NH_4OH) ، آمونیم هیدروکسید غلیظ با چگالی نسبی ۰٫۹۰.

۲-۴-۸ آمونیم هیدروکسید $(5+3)$ ، سه حجم آمونیم هیدروکسید با چگالی نسبی ۰٫۹۰ را با پنج حجم آب مخلوط کنید.

۳-۴-۸ آمونیم هیدروکسید (۲۴+۱)، یک حجم آمونیم هیدروکسید با چگالی نسبی ۰/۹۰ را با ۲۴ حجم آب مخلوط کنید.

۴-۴-۸ بلورهای آمونیوم نیترات، (NH_4NO_3)

۵-۴-۸ محلول آمونیوم نیترات، مقدار ۵۰ g آمونیوم نیترات را در آب حل کرده و آن را تا حجم یک لیتر رقیق کنید.

۶-۴-۸ هیدروکلریک اسید، (HCl)، هیدروکلریک اسید غلیظ با چگالی نسبی ۱/۱۹.

۷-۴-۸ مخلوط منیزیمی، مقدار ۵۰ g منیزیم کلرید ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) و ۱۰۰ g آمونیوم کلرید (NH_4Cl) را در ۴۰۰ ml آب حل کرده و کمی آمونیوم هیدروکسید اضافی به آن بیفزایید. محلول را به مدت یک شب نگه داشته و پس از صاف کردن آن را با هیدروکلریک اسید اسیدی کرده و تا حجم یک لیتر رقیق کنید.

۸-۴-۸ محلول شناساگر متیل رد (۱ g/l)، مقدار ۰/۵ g متیل رد را در ۳۰۰ ml الکل (اتیل الکل ۹۵٪ یا الکل تقلیبی) حل کرده و با آب تا حجم ۵۰۰ ml رقیق کنید.

۹-۴-۸ واکنشگر مولیبدات، مقدار ۱۰۰ g آمونیوم مولیبدات ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) را در ۴۰۰ ml آب حل کنید. ۸۰ ml محلول آمونیوم هیدروکسید (با چگالی نسبی ۰/۹۰) به آن افزوده و در صورت ایجاد رسوب، آن را صاف کنید. ۴۰۰ ml نیتریک اسید (با چگالی نسبی ۱/۴۲) را با ۶۰۰ ml آب مخلوط کنید. واکنشگر آمونیوم مولیبدات را از افزودن آرام یک حجم محلول آمونیوم مولیبدات به دو حجم نیتریک اسید رقیق در حالی که به سرعت هم زده می‌شود، بلافاصله قبل از مصرف، تهیه کنید.

۱۰-۴-۸ نیتریک اسید (۱+۱)، یک حجم نیتریک اسید (با چگالی نسبی ۱/۴۲) را با یک حجم آب رقیق کنید.

۱۱-۴-۸ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)، ترجیحا قسمت‌هایی از یک یا چند فرآورده نفتی مایع پایدار که نماینده‌ای از نمونه‌های آزمون می‌باشد. این نمونه‌های QC می‌توانند، جهت اعتباردهی مراحل آزمون طبق بند ۹ به کار روند.

۵-۸ روش انجام آزمون در نمونه‌هایی که فقط دارای فلزات قلیایی می‌باشند

۱-۵-۸ بالن کجدال (بند ۵-۵-۶) را خنک کرده و محلول را به یک بشر ۴۰۰ ml منتقل کنید، بالن را با مقادیر کمی آب شستشو داده و به محلول اضافه کنید تا حجم محلول به ۱۰۰ ml برسد. محلول را به مدت پنج تا ۱۰ دقیقه بجوشانید و سپس آن را تا دمای محیط سرد کنید. آنقدر آمونیوم هیدروکسید (چگالی نسبی ۰/۹۰) به محلول بیافزایید تا در مقابل متیل‌رد، خنثی شود. محلول را با هیدروکلریک اسید (چگالی نسبی ۱/۱۹) اسیدی کنید و ۱ ml اسید اضافی به آن بیافزایید.

۲-۵-۸ در حین هم زدن محلول، ۲۰ ml مخلوط منیزیمی را به آرامی به آن بیافزایید و آن را در حمام یخ زیر دمای محیط خنک کنید. در حالی که محلول مدام هم زده می‌شود، آنقدر محلول آمونیوم هیدروکسید (چگالی نسبی ۰/۹) به آن بیافزایید تا محلول بازی شود. هم زدن را تا تشکیل بیشتر رسوب

ادامه دهید (به یادآوری بند ۸-۵-۳ مراجعه کنید). سپس ۵ ml آمونیم هیدروکسید اضافی (چگالی نسبی ۰/۹۰) را به آن بیفزایید و اجازه دهید رسوب به مدت یک شب باقی بماند.

۸-۵-۳ محلول را از میان یک بوته چینی صافی دار که وزن شده، صاف کنید و رسوب را با محلول آمونیم هیدروکسید (۱+۲۴) شستشو داده و در گرمخانه خشک کنید. بوته را در کوره سرد قرار داده و به تدریج دما را بالا ببرید تا به حد قرمزی برسد. رسوب را در دمای $(105.0 \pm 5.0)^\circ\text{C}$ به مدت ۳۰ دقیقه تا ۴۰ دقیقه حرارت دهید. حرارت دادن را در زمان‌های یکسان تا رسیدن به وزن ثابت تکرار کنید.

یادآوری- برای اندازه‌گیری با بالاترین صحت، معمولاً لازم است عمل رسوب‌گیری بر روی نمونه‌های معدنی معلوم انجام شود. گاهی اوقات رسوب‌گیری دوباره به بدست آوردن نتایج صحیح‌تر کمک می‌کند.

۸-۶ روش انجام آزمون در نمونه‌هایی که دارای فلزاتی به جز فلزات قلیایی می‌باشند

۸-۶-۱ بالن کجدال (بند ۶-۵-۵) را خنک کرده و به آن ۴۰ ml تا ۵۰ ml آب بیفزایید و آن را تا دمای محیط خنک کنید. محلول را به وسیله کاغذ صافی بدون خاکستر با بافت متوسط صاف کنید. محلول صاف شده را در یک ارلن دهان گشاد درسمباده‌ای ۵۰۰ میلی‌لیتری جمع کنید. بالن کجدال و کاغذ صافی را کاملاً با آب شسته و مایع حاصل از شستشو را به محلول صاف شده قبلی اضافه کنید و کاغذ صافی را دور بیندازید. محلول را به مدت چند دقیقه بجوشانید و سپس آن را تا نزدیک دمای محیط خنک کنید. آنقدر آمونیم هیدروکسید (چگالی نسبی ۰/۹) به آن بیفزایید تا محلول در مقابل شناساگر متیل‌رد خنثی شود. سپس آنقدر به آن، محلول نیتریک اسید (۱+۱) بیفزایید تا رنگ به قرمز تغییر کند. محلول را تا حجم تقریبی ۱۵۰ ml رقیق کنید.

۸-۶-۲ مقدار ۱۵ g بلور آمونیم نترات (NH_4NO_3) را به محلول اضافه کرده و ظرف را بچرخانید تا وقتی که حل شود. دما را در 35°C تا 40°C تنظیم کنید و ۲۴۰ ml واکنشگر تازه تهیه شده مولیبدات را به آن بیفزایید. در بالن را بگذارید، به مدت ۴ تا ۶ دقیقه به شدت تکان دهید و اجازه دهید حداقل به مدت ۲ ساعت یا ترجیحاً یک شب بماند. محلول را به وسیله کاغذ صافی بدون خاکستر با درجه متوسط صاف کنید. رسوب را با محلول آمونیم نترات شستشو دهید. سعی نکنید که کلیه رسوب را از بالن بر روی کاغذ صافی منتقل کنید، بلکه بالن را برای عملیات بعدی نگه‌دارید. رسوب را چندین بار با محلول شستشو بشویید. اجازه ندهید محلول شستشو به جدار قیف بالای لبه کاغذ صافی برخورد کند.

۸-۶-۳ یک بشر تمیز ۴۰۰ میلی‌لیتری را زیر قیف قرار دهید و رسوب محتوی در کاغذ صافی را در بشر محتوی محلول آمونیم هیدروکسید (۳+۵) حل کنید. مقدار کمی از محلول آمونیم هیدروکسید را برای حل کردن رسوب‌هایی که بر روی جدار ارلن (بند ۸-۶-۲) باقی مانده است، به کار برید. این محلول را روی کاغذ صافی بریزید. ارلن، کاغذ صافی و قیف را چهار بار با آب داغ و یکبار با محلول آمونیم هیدروکسید (۳+۵) و یکبار دیگر با آب شستشو دهید. هرگونه باقیمانده موجود بر روی کاغذ صافی را دور بریزید. حجم محلول را با تبخیر به ۹۰ ml تا ۱۰۰ ml برسانید و آن را با هیدروکلریک اسید، اسیدی کنید و ۱ ml اسید اضافی به آن بیفزایید. در این مرحله، ایجاد هرگونه رسوب مولیبدی فسفات اهمیتی ندارد.

۸-۶-۴ ml ۲۰ از مخلوط منیزیمی را به آرامی به محلولی که در حال هم خوردن است، اضافه کنید. محلول را در حمام یخ تا زیر دمای محیط خنک کنید. محلول آمونیم هیدروکسید (چگالی نسبی ۰/۹۰) را به آرامی به محلول در حالی که مدام هم زده می‌شود، بیفزایید تا محلول بازی شود. هم زدن را تا زمانی که بیشتر رسوب تشکیل شود، ادامه دهید (به یادآوری بند ۸-۱ مراجعه کنید). سپس ۵ ml دیگر آمونیم هیدروکسید (چگالی نسبی ۰/۹۰) را به آن اضافه کنید و اجازه دهید به مدت یک شب باقی بماند.

۸-۶-۵ محلول را از طریق یک بوته چینی صافی‌دار وزن شده (با خلل و فرج) صاف کنید. رسوب را با محلول آمونیم هیدروکسید (۱+۲۴) شستشو دهید و آن را در گرمخانه خشک کنید. بوته را در یک کوره سرد قرار دهید و به تدریج دما را بالا برید تا به حد قرمزی برسد. سپس آن را در دمای $(1050 \pm 50)^\circ\text{C}$ به مدت ۳۰ دقیقه تا ۴۰ دقیقه حرارت دهید. حرارت دادن را در زمان‌های یکسان تا رسیدن به وزن ثابت تکرار کنید.

۸-۷ محاسبات

درصد جرمی فسفر را با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید:

$$\text{درصد جرمی فسفر} = (P \times 27.84) / W \quad (2)$$

که در آن:

P جرم پیرو فسفات منیزیم، بر حسب گرم؛

W جرم نمونه، بر حسب گرم.

۹ کنترل کیفیت (QC)

۹-۱ عملکرد تجهیزات یا روش آزمون را با انجام آزمون یک نمونه QC (بندهای ۶-۴-۵، ۷-۴-۵ و ۸-۴-۱۱) بررسی کنید.

۹-۲ وقتی که واحدهای کنترل کیفیت یا تضمین کیفیت (QA) امکان انجام آزمون را قبلاً تایید کرده باشند، از آن‌ها می‌توان برای تایید قابلیت اطمینان نتیجه آزمون استفاده کرد.

۹-۳ وقتی که پروتکل‌های کنترل کیفیت یا تضمین کیفیت امکان انجام آزمون را تایید نکرده باشند، از پیوست الف به عنوان روش QC یا QA می‌توان استفاده کرد.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۰ ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۰ گزارش نتایج با تقریب ۰/۱٪ جرمی.

۱۱ دقت و اریبی^۱

۱-۱۱ دقت این روش آزمون مطابق با راهنماهای پذیرفته شده اخیر مشخص نمی‌شود.

۲-۱۱ دقت این روش آزمون با بررسی آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی به شرح زیر می‌باشد:

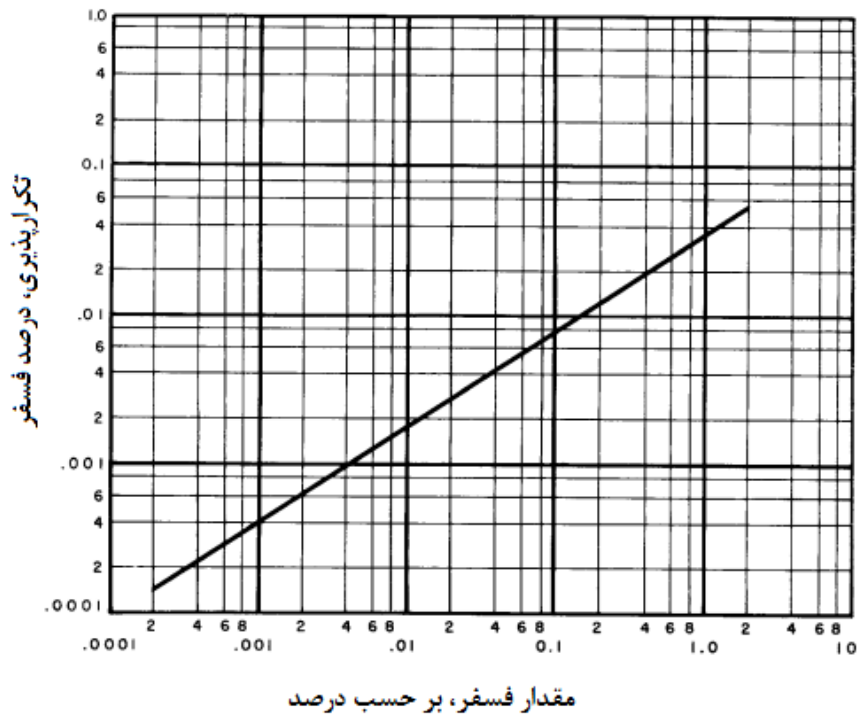
۱-۲-۱۱ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون متوالی که توسط یک آزمایشگر با وسایل یکسان و تحت شرایط یکسان، بر روی نمونه‌های یکسان به دست آمده است، در آزمون‌های مکرر و کاربرد صحیح این روش، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد آزمون می‌تواند از مقادیر زیر تجاوز کند.

وزن سنجی	نورسنجی
شکل ۲ را ببینید	شکل ۱ را ببینید

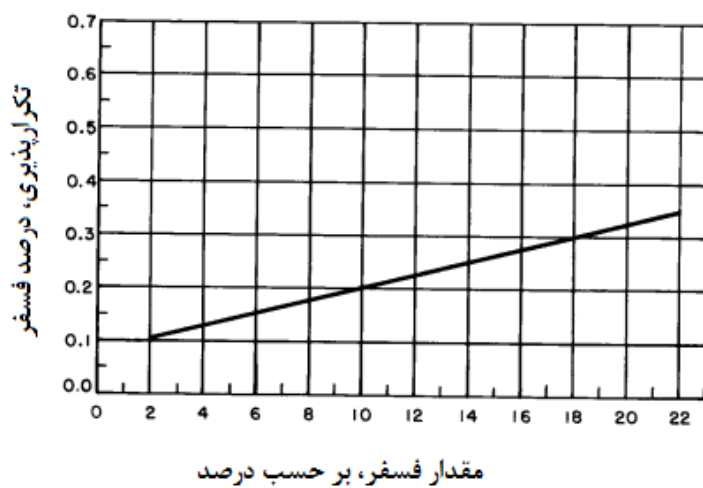
۱-۲-۱۱ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و مجزا که توسط دو آزمایشگر متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف بر روی نمونه‌های یکسان به دست آمده است، در آزمون‌های مکرر و کاربرد صحیح این روش، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد آزمون می‌تواند از مقادیر زیر تجاوز کند.

وزن سنجی	نورسنجی
شکل ۴ را ببینید	شکل ۳ را ببینید

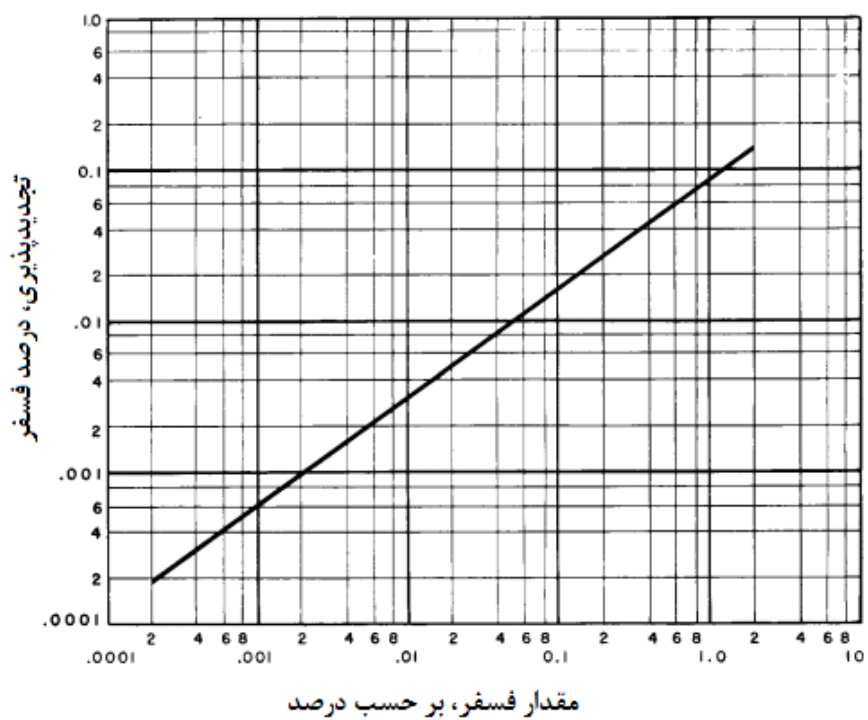
۳-۱۱ اریبی، تعیین مقدار اریبی این روش آزمون به دلیل عدم دسترسی به ماده مرجع استاندارد مناسب که دارای مقدار مشخص فسفر در هیدروکربن نفتی مایع باشد، میسر نیست.



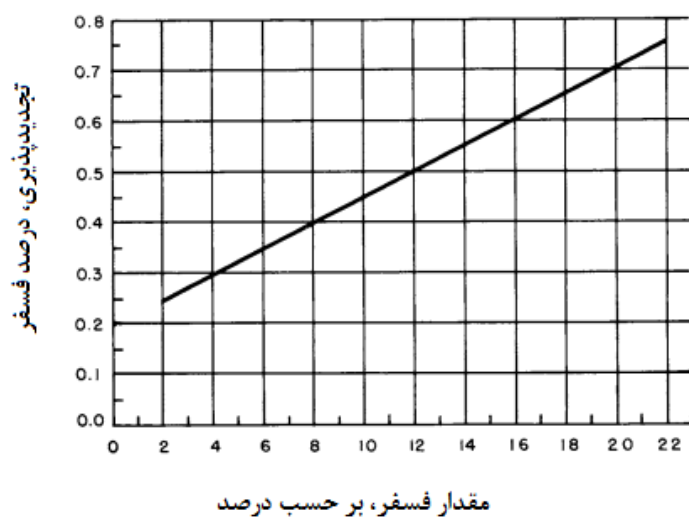
شکل ۱- تکرارپذیری روش آزمون با استفاده از روش نورسنجی



شکل ۲- تکرارپذیری روش آزمون با استفاده از روش وزن سنجی



شکل ۳- تجدیدپذیری روش آزمون با استفاده از روش نورسنجی



شکل ۴- تجدیدپذیری روش آزمون با استفاده از روش وزن سنجی

پیوست الف (اطلاعاتی) کنترل کیفیت

- الف-۱ عملکرد تجهیزات یا روش آزمون را با انجام آزمون یک نمونه QC بررسی کنید.
- الف-۲ قبل از بررسی مراحل اندازه‌گیری لازم است آزمایشگر میانگین مقدار را تعیین و محدوده نمونه QC را کنترل کند (به استاندارد ASTM D6299 مراجعه کنید).
- الف-۳ نتایج QC را ثبت کنید و برای معلوم کردن حالت کنترل آماری، مراحل کلی آزمون را با نمودارهای کنترل یا سایر روش‌های آماری معادل تحلیل کنید (به استاندارد ASTM D6299 مراجعه کنید). هر نتیجه خارج از محدوده کنترل باید علت‌یابی شود. نتایج این بررسی می‌تواند منجر به کالیبراسیون مجدد وسایل شود.
- الف-۴ در صورت عدم وجود هر یک از ویژگی‌های لازم روش آزمون، تکرار آزمون QC به میزان بحرانی بودن کیفیت اندازه‌گیری شده، ثبات مراحل آزمون شرح داده شده و نیازمندی‌های مشتری بستگی دارد. معمولاً، در آزمون نمونه‌های روزمره، یک نمونه QC آزمون می‌شود. با افزایش تعداد نمونه‌های روزمره، باید نمونه‌های QC بیشتری آزمون شوند. در هر صورت، وقتی که آزمون تحت کنترل آماری است، تکرار آزمون QC می‌تواند کمتر شود. دقت نمونه QC باید مطابق با دقت روش این استاندارد جهت تضمین اطلاعات کیفی، بررسی شود.
- الف-۵ در صورت امکان توصیه می‌شود که نوع نمونه QC، نماینده ترکیبات نمونه روزمره مورد آزمون باشد. نمونه‌های QC باید تحت شرایط انبارش همگن و پایدار باشد و برای دوره کاربرد موردنظر در دسترس قرار گیرند.