



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۳۱۳۰

تجدید نظر اول

۱۳۹۲

INSO

3130

1st.Revision

2014

اندازه‌گیری نیتروژن کل در روغن‌های روان
کننده و نفت کوره به روش اصلاح شده
کجدال

**Determination of total nitrogen in
lubricating oils and fuel oils by modified
kjeldahl method**

ICS: 75.100 , 75.160.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و 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 می دهد 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 استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

"اندازه‌گیری نیتروژن کل در روغن‌های روان کننده و نفت کوره به روش اصلاح شده کج‌لدال" (تجدید نظر اول)

رئیس:

نظری، سیمین
(دکترای شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابراهیمی زاده، وحید
(فوق لیسانس مکانیک)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت ملی حفاری

خطیبی، زهره
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت انطباق آوران

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

دستوری رزاز، مهدی
(فوق لیسانس مهندسی)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

دوستی خواه، سمیرا
(لیسانس شیمی)

کارشناس

رضایی نژاد، رامش
(فوق لیسانس شیمی)

سرپرست آزمایشگاه پتروشیمی بندر امام

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

کارشناس شرکت پترو فناوری آسه

محمودی، اکرم
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر بردیا

مکوندی، علی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۲	۴ وسایل
۲	۵ مواد و/ یا واکنشگرها
۳	۶ نمونه برداری
۳	۷ روش انجام آزمون
۵	۸ محاسبات
۶	۹ کنترل کیفیت
۶	۱۰ دقت و انحراف
۸	پیوست الف (اطلاعاتی) پایش کنترل کیفیت
۹	پیوست ب (اطلاعاتی) احتیاط لازم

پیش گفتار

استاندارد " روش اندازه‌گیری نیتروژن کل در روغن‌های روان کننده و نفت کوره به روش اصلاح شده کجلدال " نخستین بار در سال ۱۳۶۹ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی شرکت پرشیا پژوهش شریف و تایید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در شانزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۲/۱۱/۰۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه، ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر 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 ۳۱۳۰ : سال ۱۳۶۹، است.

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

ASTM D 3228: 2008, Standard Test Method for Total Nitrogen in Lubricating Oils and Fuel Oils by Modified Kjeldahl Method

اندازه‌گیری نیتروژن کل در روغن‌های روان کننده و نفت کوره به روش اصلاح شده کجدال

هشدار- در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری نیتروژن در روغن‌های روان کننده در گستره غلظتی 0.03% تا 0.10% کسر جرمی و در نفت کوره در گستره غلظتی 0.15% تا 2.0% کسر جرمی است.

این استاندارد برای تجزیه کنسانتره‌ها و بسته‌های افزودنی کاربرد دارد. این استاندارد در مورد ترکیبات دارای اتصالات N-O و N-N کاربرد ندارد. اما نمونه‌های مورد استفاده در برنامه مشارکتی برای اندازه‌گیری دقت روش آزمون با افزودنی‌های بدون خاکستر موجود حاوی نیتروژن ترکیب شده‌اند. بازیابی کامل نیتروژن موجود در این افزودنی‌ها به دست آمده است. غلظت نیتروژن معیاری جهت نشان دادن مقدار نیتروژن موجود در ماده افزودنی نیتروژن دار می‌باشد. آگاهی از این غلظت می‌تواند برای پیش‌بینی کارایی روغن، مورد استفاده قرار گیرد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که مدرکی با ذکر تاریخ ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر 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 روش

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

2-3 ASTM D 6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

2-4 ASTM E 200, Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solutions for Chemical Analysis

۳ اصول آزمون

نمونه در مخلوطی از سولفوریک اسید غلیظ، پتاسیم سولفات، جیوه اکسید و مس سولفات هضم می‌شود. پس از هضم جهت رسوب دادن جیوه، سدیم سولفید افزوده می‌شود. مخلوط به وسیله سود

سوزآور قلیایی می‌شود. نیتروژن به صورت آمونیاک به داخل محلول بوریک اسید تقطیر می‌شود. آمونیاک با سولفوریک اسید استاندارد در حضور شناساگر بنفش متیل^۱ تیترا می‌شود.

۴ وسایل

۴-۱ بورت، با ظرفیت ۵۰ ml، مدرج شده در قسمت‌های ۰٫۱ ml، برای هر یک از محلول‌های تیترانت یک عدد بورت. اندازه‌های دیگر نیز ممکن است استفاده شود.

۴-۲ بالن ارلن مایر، با ظرفیت ۳۰۰ ml. اندازه‌های دیگر نیز ممکن است استفاده شود.

۴-۳ گرم کن، الکتریکی یا گازی

۴-۴ دستگاه تقطیر کجدال

یادآوری- دستگاه کجدال نیمه خودکار در دسترس به صورت تجاری قابل قبول است. در این موارد سازنده اندازه بورت‌ها و ارلن‌هایی را که ممکن است استفاده شود، تعیین می‌کند.

۶-۵ بالن کجدال، با ظرفیت ۵۰۰ ml

۵ مواد و/یا واکنشگرها

در طول آزمون به جز در موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرها با درجه خلوص مشخص استفاده کنید. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.

۵-۱ آب، به غیر از موارد ذکر شده، باید از آب درجه ۲ و ۳ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده شود.

۵-۲ محلول بوریک اسید (H_3BO_3)، با غلظت ۴۰ g/l

۴۰ g بوریک اسید را در یک لیتر آب جوشان حل کنید.

۵-۳ کاتالیزور، برای هر آزمون ۹٫۹ g پتاسیم سولفات (K_2SO_4) و ۰٫۴۱ g جیوه اکسید (HgO) و ۰٫۰۸ g مس سولفات ($CuSO_4$) را با دقت وزن کرده و مخلوط کنید.

۵-۴ محلول شناساگر بنفش متیل، محلول آبی دارای تقریباً ٪ ۰٫۱ ماده فعال (با بنفش متیل اشتباه نشود). محلول‌های شناساگر مناسب دیگر نیز ممکن است استفاده شوند.

۵-۵ محلول سدیم هیدروکسید ($NaOH$)، با غلظت ۱۰۰۰ g/l

۱۰۰۰ g سدیم هیدروکسید را در یک لیتر آب حل کنید.

هشدار- سدیم هیدروکسید موجب سوختگی می‌شود و سمی است.

۵-۶ محلول سدیم سولفید (Na_2S)، با غلظت ۴۰ g/l

۴۰ g سدیم سولفید را در آب گرم $90^{\circ}C$ حل کرده، سرد کنید و به حجم ۱ l برسانید.

۵-۷ ساکاروز (NIST)، با خلوص استاندارد اولیه
۵-۸ سولفوریک اسید، سولفوریک اسید غلیظ (چگالی ۱٫۸۴)

هشدار- سولفوریک اسید موجب سوختگی شدید می‌شود و اکسید کننده قوی است.

۵-۹ سولفوریک اسید استاندارد، با غلظت 0.05 M ، 3 ml سولفوریک اسید غلیظ (H_2SO_4) را به آرامی در یک بشر مناسب حاوی 500 ml آب بریزید. آب و اسید را مخلوط کرده بگذارید سرد شود. سپس آن را در یک بالن حجم‌سنجی 1 l بریزید و تا خط نشانه آن را با آب رقیق کنید و به خوبی بهم بزنید و با محلول سدیم هیدروکسید 0.1 mol/l و شناساگر فنل فتالین تا تقریب 0.0005 mol/l آن را استاندارد کنید محلول سود را هم در مقابل پتاسیم هیدروژن فتالات ($\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$) با خلوص استاندارد اولیه استاندارد کنید.

یادآوری- از محلول‌های سولفوریک اسید و سدیم هیدروکسید از قبل استاندارد شده در دسترس تجاری نیز می‌توان استفاده کرد.

۵-۱۰ سولفوریک اسید، با غلظت 0.05 M

محلول استاندارد سولفوریک اسید، با غلظت 0.05 M ، را 10 بار رقیق کرده و مطابق بند ۵-۹ استاندارد کنید.

۵-۱۱ نمونه‌های کنترل کیفی، ترجیحا قسمت‌هایی از یک یا چند ماده نفتی مایع که پایدار بوده و نماینده نمونه مورد نظر باشد. از نمونه‌های کنترل کیفی برای بررسی اعتبار فرایند آزمون مطابق بند ۹ می‌توان استفاده کرد.

۶ نمونه برداری

نمونه برداری را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ انجام دهید.
مطمئن شوید که نمونه به طور کامل نماینده ماده مورد آزمون بوده و قسمتی از نمونه مورد آزمون، کاملاً نماینده‌ای از کل نمونه باشد.

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ 10 g تا 1.5 g نمونه توزین شده را با تقریب 0.1 mg در یک بالن کج‌دال بریزید به طوری که نمونه با گردن بالن تماس پیدا نکند. مخلوط کاتالیزور را به بالن افزوده و برای اجتناب از پاشش، دو یا سه عدد سنگ جوش در آن بیندازید.

۷-۲ دهانه بالن کج‌دال را با 20 ml سولفوریک اسید غلیظ بشویید و برای تسهیل عمل اختلاط نمونه، کاتالیزور و سولفوریک اسید درون بالن را به طور دورانی هم بزنید.

۷-۳ محتویات بالن کج‌دال را بر روی گرم‌کن مخصوص هضم گرم کنید و دوباره آن را هم بزنید. سعی کنید از حرارت کم استفاده کنید تا کف کردن متوقف شود. نمونه‌هایی که کف تولید نکرده یا زغال نشده را باید به مدت 20 دقیقه در معرض دمای کم قرار دهید. محلول درون بالن کج‌دال باید به طور تناوبی با دقت چرخانده شود. تدریجا حرارت را بالا ببرید تا محلول به جوش آید.

۴-۷ حداقل ۱۵ ml از مایع در بالن کجدال در مدت زمان هضم باقی بماند. در صورتی که حجم به مقدار فوق نمی‌رسد به مقدار ۵ ml تا ۱۵ ml سولفوریک اسید به آن بیفزایید. هنگامی که محتویات بالن به اندازه کافی سرد شده باشد از اسید سولفوریک برای شستشوی گردن بالن کجدال استفاده کنید تا بخارات تری اکسید گوگرد فروکش کند. حجم اسید اضافه شده به مواد کربن دار موجود در بالن کجدال بستگی دارد. پس از این که تمام مواد کربنی هضم و محلول صاف شد هضم را به مدت دو ساعت دیگر با سرعت جوشش زیاد ادامه دهید. کل حجم مایع باقی مانده در بالن کجدال پس از هضم باید تقریباً برابر حجم محلول شاهد در بالن کجدال باشد.

یادآوری- در صورتی که محلول کاملاً شفاف باشد، ممکن است برای بعضی نمونه‌ها مدت زمان هضم دو ساعت نیاز نباشد.

۵-۷ حرارت را قطع کنید ولی بگذارید بالن کجدال همچنان در هود یا زیر کانال هواکش باقی بماند تا کل بخارات SO_3 فروکش کند. بالن کجدال را از گیره باز کنید و آن را تا دمای اتاق سرد کنید.

۶-۷ یک بالن دریافت با ظرفیت ۳۰۰ ml حاوی ۲۵ ml محلول H_3BO_3 و ۵ قطره شناساگر بنفش متیل در زیر متراکم کننده طوری قرار دهید که انتهای لوله خروجی تا کف ارلن دریافت ادامه یابد.

۷-۷ حدود ۲۷۵ ml آب بردارید و مقداری از آن را به بالن کجدال بیفزایید و محتویات آن را هم بزیند تا لایه نمک حل شود (یادآوری را ببینید) آب باقی مانده را به آن بیفزایید و محتویات بالن کجدال را تا دمای اتاق سرد کنید.

یادآوری - جهت تسهیل حل شدن نمک ممکن است حرارت دادن محتویات بالن کجدال ضروری باشد.

۸-۷ برای ته نشین کردن جیوه به محتویات سرد شده بالن کجدال ۲۵ ml محلول سدیم سولفید بیفزایید و آن را تکان دهید تا مخلوط شود.

هشدار ۱- هنگامی که به بالن کجدال سرد شده، محلول سدیم سولفید می‌افزایید، مقدار زیادی هیدروژن سولفید متصاعد می‌شود. بنابراین آزمون را در زیر یک هود یا تهویه مناسب انجام دهید.

هشدار ۲- احتیاط زیادی باید در دور ریختن جیوه سولفید به کار رود. در آزمایشگاه‌هایی که نیتروژن به دفعات زیادی به روش کجدال اندازه‌گیری می‌شود، روش‌های بازیابی جیوه باید مورد نظر قرار گیرد.

۹-۷ بالن کجدال را در مخلوط آب و یخ قرار دهید و محتویات آن را تا دمای تقریباً معادل $4/5^{\circ}C$ سرد کنید. ۷۵ ml محلول سود (۱۰۰۰ g/l) را به آهستگی در گردن بالن کجدال که به صورت مایل نگه داشته شده است، بدون هم زدن بریزید و بگذارید دو لایه تشکیل شود.

۱-۹-۷ با دقت بالن کجدال را از حمام یخ بردارید به طوری که لایه‌ها مخلوط نشود و با احتیاط آن را در گیره تقطیر کجدال قرار دهید.

۷-۹-۲ بالن کجدال را بلافاصله به دستگاه تقطیر وصل کنید و محتویات آن را تکان دهید تا کاملاً مخلوط شود.

بلافاصله پس از افزودن سود و تشکیل لایه باید بالن هضم را به دستگاه تقطیر وصل کنید ولی قبل از آن بالن را بچرخانید تا اسید و باز مخلوط شوند. هر نوع اختلاطی قبل از اتصال بالن انجام بگیرد حرارت تولید شده ممکن است موجب آزاد کردن آمونیاک و خارج شدن آن از سیستم گردد. این از دست دادن آمونیاک باعث کم شدن مقدار آمونیاک بازیابی شده می‌شود و در نتیجه مقدار نیتروژن موجود در نمونه کمتر از مقدار واقعی نشان داده می‌شود.

۷-۱۰ فوراً بالن حاوی مواد تجزیه شده را به شدت حرارت دهید. درست قبل از این که محلول شروع به جوشیدن نماید حرارت را کم کنید و به مدت ۵ دقیقه آن را در جوش کم نگه دارید. جهت جلوگیری از مکیده شدن محلول H_3BO_3 به داخل متراکم کننده هنگامی که محلول هضم سرد می‌شود، باید بالن را سریعاً حرارت داد. سرعت تقطیر اولیه نباید خیلی سریع باشد چون بیشتر آمونیاک در اولین دقایق تقطیر می‌شود و اگر مقدار زیادی آمونیاک وجود داشته باشد، ممکن است تمام آن جذب محلول H_3BO_3 نشود. حرارت را زیاد کنید تا جوشش سریع شده و حجم محتویات بالن دریافت کننده تقریباً به ۱۳۰ ml برسد.

۷-۱۱ بالن دریافت را پایین آورده زیر لوله خروجی متراکم کننده قرار دهید. سر لوله را با آب بشویید. پس از یک دقیقه تقطیر اضافی حرارت را قطع کنید و بگذارید متراکم کننده تخلیه شود.

یادآوری ۱- حجم کل در ارلن دریافت تقریباً ۱۵۰ ml است. جهت سهولت می‌توانید ارلن دریافت را در محل ۱۳۰ ml و ۱۵۰ ml آن نشانه‌گذاری کنید.

یادآوری ۲- به شرطی می‌توان از دستگاه تقطیر- هضم در دسترس تجاری استفاده کرد که همان واکنش‌های شیمیایی بند ۷ رخ دهند. در چنین مواردی برای جزئیات هضم و تقطیر از دستورکارهای سازنده پیروی کنید.

۷-۱۲ محتویات ارلن دریافت را با H_2SO_4 استاندارد ۰٫۰۰۵ M تا نقطه پایانی که رنگ خاکستری محلول از بین برود و رنگ ارغوانی باقی بماند، تیترا کنید. اگر در عمل تیتراسیون بیش از ۵۰ ml سولفوریک اسید مصرف شد، تیتراسیون را با سولفوریک اسید ۰٫۰۵ M ادامه دهید. حجم اسید استاندارد را با تقریب ۰٫۰۰۵ ml بخوانید.

یادآوری- از تیتراکننده‌های رنگ سنجی خودکار در دسترس تجاری می‌توان به جای تیتراکننده‌های دستی بند ۷-۲ استفاده کرد.

۷-۱۳ یک آزمون شاهد برای هر سری از نمونه‌ها انجام دهید و در تمام اندازه‌گیری‌ها به روشی یکسان عمل کنید. فقط به جای نمونه ۱٫۰ g ساکاروز به کار برید. ۲۰ ml اولیه سولفوریک اسید مصرفی، برای تجزیه ساکاروز به کار می‌رود.

۸ محاسبات

مقدار نیتروژن موجود در نمونه را مطابق فرمول ۱ محاسبه کنید .

$$\% = [(A - B) \times M_1 + C \times M_2] \times 2 \times 0.01401 \times 100 / W \quad (1)$$

که در آن :

A حجم سولفوریک اسید 0.1005 M لازم برای تیتراژ نمونه بر حسب میلی لیتر؛

B حجم سولفوریک اسید 0.1005 M لازم برای تیتراژ شاهد بر حسب میلی لیتر؛

C حجم سولفوریک اسید 0.1005 M لازم برای تیتراژ نمونه بر حسب میلی لیتر؛

M₁ برابر با 0.1005 M (مولاریته سولفوریک اسید 0.1005 M)؛

M₂ برابر با 0.1005 M (مولاریته سولفوریک اسید 0.1005 M)؛

0.01401 معادل وزنی بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

100 ضریب تبدیل به درصد؛

W وزن نمونه مورد استفاده بر حسب گرم.

به طور جایگزین مقدار نیتروژن را مطابق فرمول ۲ محاسبه کنید.

$$\% \text{ جرمی نیتروژن} = [(A - B) \times 0.01 + C \times 0.1] \times 0.01401 \times 100 / W \quad (2)$$

که در آن :

A حجم سولفوریک اسید 0.1005 M لازم برای تیتراژ نمونه بر حسب میلی لیتر؛

B حجم سولفوریک اسید 0.1005 M لازم برای تیتراژ شاهد بر حسب میلی لیتر؛

C حجم سولفوریک اسید 0.1005 M لازم برای تیتراژ نمونه بر حسب میلی لیتر؛

0.01 نرمالیه سولفوریک اسید 0.1005 M؛

0.01401 معادل وزنی بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

100 ضریب تبدیل به درصد؛

W وزن نمونه مورد استفاده بر حسب گرم.

۹ کنترل کیفیت

کارایی دستگاه یا روش آزمون را به وسیله تجزیه یک نمونه کنترل کیفی تایید کنید.

۱۰ دقت و انحراف

۱-۱۰ دقت

یادآوری - دقت واحد تقطیر - هضم در دسترس تجاری و تیتراژهای رنگ سنجی خودکار بیان شده در یادآوری بند

۴-۴، یادآوری ۲ بند ۷-۱۱ و یادآوری بند ۷-۱۲، در حال حاضر مشخص نیست.

۱-۱-۱۰ روغن‌های روان کننده، دقت روش آزمون حاصل از بررسی آماری نتایج آزمون درون

آزمایشگاهی به صورت زیر می‌باشد.

۱-۱-۱-۱۰ تکرار پذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون به دست آمده به وسیله یک آزمون گر با وسایل آزمون یکسان، تحت شرایط آزمون ثابت روی مواد آزمون یکسان، در مدت زمان طولانی و با روش آزمون صحیح و متداول فقط یک مورد از هر ۲۰ مورد می تواند بیش از 0.01 جرمی باشد.

۱-۱-۱-۱۰ تجدید پذیری، اختلاف بین دو نتیجه مستقل و منفرد به دست آمده به وسیله دو آزمون گر در آزمایشگاه های مختلف روی مواد شیمیایی یکسان در درازمدت با روش آزمون صحیح و متداول فقط یک مورد از هر ۲۰ مورد می تواند بیش از 0.02 جرمی باشد.

۱-۱-۲ برای سوخت های سنگین (نفت کوره)، دقت روش آزمون حاصل از بررسی آماری نتایج آزمون درون آزمایشگاهی به صورت زیر می باشد.

۱-۱-۲-۱-۱۰ تکرار پذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون به دست آمده به وسیله یک آزمون گر با وسایل آزمون یکسان، تحت شرایط آزمون ثابت روی مواد آزمون یکسان، در مدت زمان طولانی و با روش آزمون صحیح و متداول فقط یک مورد از هر ۲۰ مورد می تواند بیش از $0.066\sqrt{M}$ باشد.
که در آن:

M میانگین مقادیر است.

۱-۱-۲-۲-۱۰ تجدید پذیری، اختلاف بین دو نتیجه مستقل و منفرد به دست آمده به وسیله دو آزمون گر در آزمایشگاه های مختلف روی مواد شیمیایی یکسان در درازمدت با روش آزمون صحیح و متداول فقط یک مورد از هر ۲۰ مورد می تواند بیش از $0.190\sqrt{M}$ باشد.

که در آن :

M میانگین دو مقدار است.

۱-۲ انحراف

تا کنون اندازه گیری نشده است.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
پایش کنترل کیفیت

- الف-۱** عملکرد دستگاه یا روش آزمون را به تجزیه نمونه کنترل کیفی تایید کنید.
- الف-۲** قبل از پایش فرایند اندازه‌گیری، کاربر روش به تعیین مقدار میانگین و حدود کنترلی نمونه کنترل کیفیت نیاز دارد.
- الف-۳** نتایج کنترل کیفی و تجزیه به وسیله چارت‌های کنترلی و سایر روش‌های آماری معادل را برای تعیین حالت کنترل آماری فرایندهای آزمون یادداشت کنید. هر داده خارج از کنترل را برای ریشه‌یابی بررسی کنید. نتایج این بررسی ممکن است منجر به کالیبراسیون مجدد دستگاه شود اما نه لزوماً.
- الف-۴** تعداد آزمون کنترل کیفی به بحرانی بودن کیفیت مورد اندازه‌گیری اشاره شده در پایداری فرایند اندازه‌گیری و الزامات مشتری بستگی دارد. به طور کلی یک نمونه کنترل کیفی بهتر است در هر روز آزمون کردن به همراه نمونه‌های روتین آزمون شود. توصیه می‌شود تعداد کنترل کیفی در صورتی که تعداد زیادی از نمونه‌ها به‌طور معمول آنالیز شده‌اند، افزایش یابد. با این وجود، هنگامی که اشاره شده آزمون تحت کنترل آماری است، تعداد آزمون‌های کنترل کیفی ممکن است کاهش یابد.
- الف-۵** توصیه شده است در صورت امکان، نوع نمونه کنترل کیفی که به طور منظم آزمون می‌شود، نماینده ماده آنالیز شده به‌طور معمول باشد. توصیه می‌شود یک مجموعه از مواد نمونه کنترل کیفی برای دوره زمانی مورد استفاده موجود بوده و باید تحت شرایط نگه‌داری پایدار و یکنواخت باشد.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

احتیاط لازم

ب-۱ نیتروژن در نمونه باید به شکل آمین یا آمید باشد. این روش برای نیتروژن موجود به شکل نیترات یا ترکیبات هتروسیکل شامل پیوندهای N-O یا N-N کاربرد ندارد. در این موارد نتایج کمتری در مقایسه با غلظت‌های نیتروژن کل واقعی به دست خواهد آمد.

ب-۲ نرمالیتة سولفوریک اسید مورد استفاده باید به طور متناوب بررسی شود

ب-۳ در صورتی که در طول تیتراسیون قرائت کمتر از ۱ ml از سولفوریک اسید ۰٫۰۵ M به دست آمد، توصیه می‌شود تیتراسیون با سولفوریک اسید ۰٫۰۵ M تکرار شود.

ب-۴ ارلن هضم باید به دستگاه تقطیر بلافاصله بعد از افزودن محلول قلیایی و لایه شدن اما قبل از تکان دادن برای مخلوط شدن اسید و قلیا متصل شود. هر نوع اختلاطی قبل از اتصال بالن انجام بگیرد حرارت تولید شده ممکن است موجب آزاد کردن آمونیاک و خارج شدن آن از سیستم گردد. این از دست دادن آمونیاک باعث کم شدن مقدار آمونیاک بازیابی شده می‌شود و در نتیجه مقدار نیتروژن موجود در نمونه کمتر از مقدار واقعی نشان داده می‌شود.

ب-۵ جهت جلوگیری از مکیده شدن محلول بوریك اسید به داخل متراکم کننده که در نتیجه سرد شدن محتویات بالن ایجاد می‌شود سریعا باید بالن را حرارت داد.

ب-۶ سرعت تقطیر اولیه نباید خیلی سریع باشد چون بیشتر آمونیاک در اولین دقایق تقطیر می‌شود و اگر مقدار زیادی آمونیاک وجود داشته باشد، ممکن است تمام آن جذب محلول H_3BO_3 نشود.

ب-۷ یک آزمون شاهد برای هر سری از نمونه‌ها انجام دهید و در تمام اندازه‌گیری‌ها به یک نحو و یکسان عمل کنید. فقط به جای نمونه ۱٫۰ g ساکاروز به کار برید. ۲۰ ml اولیه سولفوریک اسید مصرفی، برای تجزیه ساکاروز به کار می‌رود.