



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۳۳۱۲

تجدید نظر اول

۱۳۹۳

INSO

3312

1st.Revision

2015

فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری کلر در  
فراورده‌های نفتی کار کرده و کار نکرده به  
روش تجزیه با فشار بالا

**Petroleum Products- Determination of  
chlorine in new and used petroleum  
products by high pressure decomposition  
device method**

**ICS: 75.080**

## 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 مؤسسه 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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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 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

" فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری کلر در فراورده‌های نفتی کار کرده و کار نکرده به روش تجزیه با

فشار بالا "

(تجدید نظر اول)

### رئیس:

زرگر، بهروز

(دکترای شیمی)

### سمت و/ یا نمایندگی

دانشیار دانشگاه شهید چمران اهواز

### 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

جولاباف، الهام

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

چرم زاده، مهرناز

(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شبیم

خوزستان

خرمی، فاطمه

(فوق لیسانس شیمی)

مدیر فنی شرکت فنی مهندسی پارس لیان

اروند

دایی، مینا

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان

خوزستان

دریابر، افسانه

(فوق لیسانس شیمی)

سرپرست آزمایشگاه و مدیر فنی آزمایشگاه

پتروشیمی تندگویان

دستوری رزاز، مهدی

(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت نفت پاسارگاد

رییس واحد مهندسی فراورده‌های شرکت  
ملی پخش فراورده‌های نفتی منطقه اهواز

ظهوری فر، علیرضا  
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان  
خوزستان

فتاحی نیا، مهناز  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

کجباف، نسیم  
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر فنی شرکت پارس لیان اروند

کریمی چشمه علی، مریم  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

گیلاسی، فهیمه  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا  
(فوق لیسانس شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
و	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و / یا واکنشگرها
۳	۵ وسایل
۳	۶ نمونه برداری
۳	۷ روش انجام آزمون
۶	۸ محاسبات
۷	۹ کنترل کیفیت
۷	۱۰ دقت و انحراف
۸	۱۱ گزارش آزمون
۹	پیوست الف (اطلاعاتی) کنترل کیفیت

## پیش گفتار

استاندارد " فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری کلر در فراورده‌های نفتی کار کرده و کار نکرده به روش تجزیه با فشار بالا " نخستین بار در سال ۱۳۷۱ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهاد های رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تایید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در چهل و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۹۳/۱۱/۲۵ 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 .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های 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 ۳۳۱۲: سال ۱۳۷۱ است.

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

ASTM D808: 2011, Standard Test Method for Chlorine in New and Used Petroleum Products  
(High Pressure Decomposition Device Method)

## فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری کلر در فراورده‌های نفتی کار کرده و کار نکرده به روش تجزیه با فشار بالا

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

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری کلر در روغن‌های روان کننده و گریس‌ها شامل روغن‌های کار کرده و کار نکرده و گریس‌های حاوی مواد افزودنی و تغلیظ شده مواد افزودنی است.

این استاندارد برای اندازه‌گیری کلر در محدوده  $0/1\%$  تا  $50\%$  جرمی کلر کاربرد دارد. در این روش فرض بر این است که ترکیبات دارای هالوژن‌های دیگر، غیر از کلر موجود نیست. این استاندارد جهت اندازه‌گیری غلظت‌های کلر موجود در ترکیبات فرآورده‌های نفتی کاربرد دارد. این اطلاعات می‌تواند جهت پیش بینی عملکرد یا مشخصه‌های استفاده فرآورده مورد نظر به کار گرفته شود.

این استاندارد همچنین به عنوان یک ابزار کیفی برای حضور یا عدم حضور کلر در فراورده‌های نفتی کاربرد دارد. به دلیل تلاش‌های کمی که در صنعت برای تهیه فرآورده‌های بدون کلر صورت گرفته است، این استاندارد اطلاعاتی را با در نظر گرفتن سطوح کلر در صورت موجود بودن در چنین فرآورده‌هایی، تامین می‌کند.

### 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 روش‌های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، فرآورده‌های نفتی - روشهای نمونه برداری

2-3 ASTM D6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

### ۳ اصول آزمون

نمونه با احتراق در یک وسیله تجزیه‌ای فشار بالا<sup>۱</sup> (بمب) حاوی اکسیژن، اکسید می‌شود. ترکیبات کلردار آزاد شده جذب محلول سدیم کربنات می‌شود و سپس مقدار کلر موجود به وسیله رسوب دادن به صورت نقره کلرید به روش وزن سنجی محاسبه می‌شود.

هشدار- رعایت دقیق مقررات، از انفجار و ترکیدن بمب جلوگیری می‌نماید به شرط اینکه بمب به صورت مناسبی طراحی شده یا تحت شرایط مکانیکی مناسبی ساخته شده باشد. بهر حال بهتر است بمب در پوششی از صفحه فولادی با ضخامت حداقل ۱۳ mm یا محافظی معادل آن که در مقابل عوامل جوی مقاوم می‌باشد، قرار گیرد.

### ۴ 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.

۴-۱ آب، به غیر از موارد ذکر شده فقط از آب مقطر یا آب درجه ۲ یا ۳ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۴-۲ نیتریک اسید (۱:۱)، حجم‌های مساوی از نیتریک اسید غلیظ ( $HNO_3$ ) با وزن مخصوص (۱/۴۲) و آب را مخلوط کنید.

۴-۳ اکسیژن، عاری از مواد قابل احتراق و ترکیبات هالوژنه که در فشار ۴۰۵۳ kPa (۴۰ atm) در دسترس می‌باشد.

هشدار - اکسیژن احتراق را به شدت تسریع می‌کند.

۴-۴ محلول نقره نترات، (۵۰ g/l)،

۵۰ g از نقره نترات را در ۱۰۰۰ ml آب حل کنید.

۴-۵ محلول سدیم کربنات،  $Na_2CO_3$  (۵۰ g/l)، ۵۰ g سدیم کربنات بدون آب، ۵۸/۵ g سدیم کربنات یک آبه ( $Na_2CO_3 \cdot H_2O$ ) یا ۱۳۵ g سدیم کربنات ده آبه ( $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$ ) را در آب حل کنید و حجم آن را به ۱۰۰۰ ml برسانید.

۴-۶ روغن سفید<sup>۲</sup>، تصفیه شده

۴-۷ نمونه‌های کنترل کیفیت، ترجیحاً قسمت‌هایی از یک ماده نفتی مایع یا بیشتر که پایدار بوده و نماینده نمونه‌های مورد نظر باشند. نمونه‌های کنترل کیفیت را برای کنترل اعتبار فرایند آزمون مطابق بند ۹ می‌توان استفاده کرد.

1 - High pressure decomposition device

2-White oil



## ۵ وسایل

۵-۱ وسیله تجزیه با فشار بالا (بمب)، با گنجایش حداقل ۳۰۰ ml و طوری ساخته شده باشد که در طول انجام آزمون نشستی نداشته و بازیابی مایعات به طور کمی از بمب به آسانی میسر باشد. سطح داخلی بمب باید از جنس فولاد زنگ نزن یا هر ماده دیگری باشد که در برابر فرایند یا فرآورده‌های احتراق بی‌اثر است. مواد به کار رفته در مجموعه متعلقات بمب مثل واشر درپوش باید در مقابل حرارت و عوامل شیمیایی مقاوم بوده و موجب واکنش‌هایی که بر روی مقدار کلر مایع موجود در بمب موثر باشد، نگردد.

۵-۲ ظرف نمونه ۱، از جنس پلاتین با قطر خارجی ۲۴ mm در کف آن، قطر خارجی ۲۷ mm در بالا، ارتفاع خارجی ۱۲ mm و وزن ۱۰ g تا ۱۱ g.

۵-۳ سیم افروزش، از جنس پلاتین<sup>۲</sup>

۵-۴ مدار اشتعال، با قابلیت ایجاد جریان کافی جهت اشتعال الیاف نایلونی یا فتیله پنبه‌ای، بدون ذوب کردن سیم

۵-۴-۱ کلید در مدار اشتعال باید از نوعی باشد که به غیر از مواردی که آزمون‌گر آن را بسته نگه می‌دارد، همیشه باز باقی بماند.

۵-۵ نخ نایلونی یا فتیله پنبه‌ای به رنگ سفید

۵-۶ بوتله صافی، از جنس شیشه متخلخل<sup>۳</sup> با گنجایش ۳۰ ml با تخلخل متوسط

## ۶ نمونه‌برداری

۶-۱ نمونه‌برداری باید مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ انجام شود.

۶-۲ مراقبت به عمل آورید که نمونه به طور کامل نماینده مواد مورد آزمون بوده و آن قسمت از نمونه استفاده شده برای آزمون به طور کامل نماینده نمونه کل باشد.

## ۷ روش انجام آزمون

۷-۱ آماده سازی بمب و نمونه، یک تکه از سیم افروزش به طول تقریبی ۱۰۰ mm ببرید و حدود ۲۰ mm از بخش میانی آن را به شکل مارپیچ در آورید و دو سر انتهای آزاد آن را به پایانه<sup>۴</sup> وصل کنید. قسمت مارپیچ را در بالا و در یک سمت ظرف نمونه قرار دهید. یک رشته نایلونی یا یک دسته از رشته‌های پنبه‌ای را درون مارپیچ وارد کنید. طول رشته‌ها باید به اندازه‌ای باشد که یک انتهای آن تا داخل ظرف نمونه امتداد پیدا کند. تقریباً ۵ ml محلول سدیم کربنات را به داخل بمب بریزید و به وسیله یک محافظ لاستیکی، سطح داخلی بمب و درپوش آن را تا حد امکان به طور کامل مرطوب

---

1 - Sample cup

2 - No. 26 B & S gage 0.41 (16thou), 27 SWG یا معادل

3 - Fritted-glass

4 - Terminal

کنید. مقادیری از نمونه و روغن سفید (یادآوری را ببینید) را مطابق جدول ۱ داخل ظرف نمونه بریزید.

جدول ۱- مقادیر نمونه و روغن سفید

وزن روغن سفید g	وزن نمونه g	مقدار کلر جرمی %
۰٫۱۰	۰٫۸	۲ و کمتر
۰٫۴	۰٫۴	بیشتر از ۲ تا ۵ و شامل ۵
۰٫۶	۰٫۲	بیشتر از ۵ تا ۱۰ و شامل ۱۰
۰٫۷	۰٫۱	بیشتر از ۱۰ تا ۲۰ و شامل ۲۰
۰٫۷	۰٫۰۵	بیشتر از ۲۰ تا ۵۰ و شامل ۵۰

هشدار- بیشتر از ۱ g از کل نمونه و روغن سفید یا دیگر مواد قابل احتراق عاری از کلر استفاده نکنید. در صورتی که بمب تکان خورده، افتاده یا کج شده باشد، اکسیژن اضافه نکرده یا نمونه را مشتعل نکنید. نمونه را با تقریب ۰٫۲ mg وزن کنید. هنگامی که روغن سفید استفاده می‌شود، مخلوط را با یک میله کوارتزی با طول کوتاه هم بزنید و بگذارید میله در طول عمل احتراق در ظرف نمونه باقی بماند.

۷-۱-۱ پس از چند بار استفاده مکرر از بمب جهت اندازه گیری کلر، ممکن است در سطح داخلی آن لایه‌ای به وجود آید. این قشر باید به وسیله عمل صیقل کردن دوره‌ای بمب برداشته شود. یک روش مناسب برای انجام این عمل، چرخاندن بمب به وسیله چرخ دوار با سرعت ۳۰۰ دور در دقیقه و صیقل کردن داخل آن با کاغذ سنباده شماره ۲/۰ یا کاغذ معادل آن است که جهت جلوگیری از ایجاد خراش با روغن ماشین سبک و سپس به وسیله خمیری از آب و کرومیک اکسید عاری از ذرات سخت، آغشته شده باشد. این روش به جز در حفره‌های عمیق، تمام لایه‌های تشکیل شده را از بین می‌برد و یک جلای مناسب در سطح به وجود می‌آورد. قبل از استفاده از بمب، آن را جهت از بین بردن روغن یا خمیر باقی‌مانده از عمل جلا دادن، با آب و صابون بشویید. هرگز نباید از بمب‌هایی که سطح آن‌ها دارای خلل و فرج می‌باشد به علت تمایل انتقال کلر باقی‌مانده از یک نمونه به نمونه دیگر استفاده کرد.

۷-۱-۲ هنگامی که نمونه به آسانی با روغن سفید قابل امتزاج نباشد، می‌توان از بعضی مواد رقیق کننده غیر فرار و قابل احتراق عاری از کلر به جای روغن سفید استفاده کرد. با این وجود، وزن مخلوط نمونه و رقیق کننده غیر فرار نباید از ۱ g بیشتر شود. بعضی از مواد افزودنی جامد نسبتاً نامحلول می‌باشند ولی هنگامی که با یک لایه از روغن سفید پوشیده می‌شوند، به طور رضایتبخش می‌سوزند.

یادآوری- از انجام متناوب آزمون بر روی نمونه‌های دارای مقدار کلر کم و زیاد تا حد امکان اجتناب کنید زیرا این امر شستشوی مقادیر کم باقی‌مانده کلر از دیواره‌های بمب را مشکل می‌کند و تمایل انتقال کلر باقی‌مانده از یک نمونه به نمونه دیگر در تعدادی از آزمایشگاه‌ها مشاهده شده است. وقتی نمونه‌ای که دارای کلر زیاد است قبل از نمونه‌ای که

دارای کلر کم است مورد آزمون قرار گیرد، آزمون بر روی نمونه با کلر کمتر باید دوباره تکرار شود و هر یک یا دو نتیجه به دست آمده در صورتی که با محدوده تکرار پذیری این روش مطابقت نداشته باشد، می‌تواند مشکوک در نظر گرفته شود.

**هشدار - وزن کل نمونه و روغن سفید مورد استفاده یا سایر مواد قابل احتراق عاری از کلر مورد استفاده، نباید بیش از ۱ g باشد.**

**۲-۷ افزودن اکسیژن، ظرف نمونه را در محل خود بگذارید و رشته نایلونی یا فتیله پنبه‌ای را طوری قرار دهید که انتهای آن در داخل نمونه فرو رود. بمب را سوار کرده و درپوش آن را کاملاً محکم کنید. به آهستگی جهت اجتناب از بیرون ریختن روغن از ظرف، جریان اکسیژن را برقرار کنید تا زمانی که فشار به مقادیر مشخص شده در جدول ۲ برسد.**

**هشدار - در صورتی که بمب تکان خورده، افتاده یا کج شده باشد، اکسیژن اضافه نکرده یا نمونه را مشتعل نکنید.**

**جدول ۲- فشارهای سنج**

ظرفیت بمب ml	حداقل فشار سنج kPa	حداکثر فشار سنج kPa
۳۰۰ تا ۳۵۰	۳۸۵۰	۴۰۵۳
۳۵۰ تا ۴۰۰	۳۵۴۶	۳۷۴۹
۴۰۰ تا ۴۵۰	۳۰۴۰	۳۲۴۲
۴۵۰ تا ۵۰۰	۲۷۳۶	۲۹۳۸

حداقل فشار عبارت است از مقدار کافی اکسیژن که احتراق کامل ایجاد نماید.  
حداکثر فشار مقدار است که ایمنی لازم را ارائه می‌کند.

**۳-۷ احتراق، بمب را در حمام آب سرد فرو برید. پایانه‌های آن را به جریان برق وصل کنید و مدار را ببندید تا نمونه مشتعل شود. بعد از حداقل ۱۰ دقیقه، بمب را از حمام بیرون آورید. به مدت حداقل یک دقیقه با سرعت یکنواخت و آهسته، فشار را کاهش دهید. بمب را باز کنید و محتویات آن را بررسی کنید. چنانچه مقادیر ناچیز از روغن نسوخته یا رسوب سیاه(دوده) مشاهده گردید، آزمون را رها کنید و بمب را قبل از استفاده مجدد آن در بند ۷-۱-۱ کاملاً تمیز کنید.**

**۴-۷ جمع‌آوری محلول کلر، داخل بمب، ظرف نمونه و سطح داخلی درپوش بمب را با فشار آب بشویید و حاصل شستشو را در بشر ۶۰۰ ml جمع‌آوری کنید. با یک همزن شیشه‌ای که انتهای آن پوشیده از لاستیک می‌باشد، سطح داخلی بمب و سطح داخلی درپوش را کاملاً تمیز کنید. پایه پایانه‌ها را به اندازه کافی بشویید تا حاصل شستشو نسبت به شناساگر قرمز متیل، خنثی باشد.(حجم محلول‌های حاصل از شستشو بطور معمول بیش‌تر از ۳۰۰ ml است). مراقبت کافی جهت جلوگیری از هدر رفتن آب حاصل از شستشو را به عمل آورید.**

۷-۵ اندازه گیری کلر، محلول را با افزودن قطره قطره نیتریک اسید (بند ۴-۲) اسیدی کنید تا در مقابل شناساگر متیل قرمز رنگ اسیدی را نشان دهد. ۲ ml دیگر نیتریک اسید بیفزایید. با یک کاغذ صافی مناسب آن را صاف کنید (اگر محلول ابری باشد، نشان دهنده وجود سرب کلرید ( $PbCl_2$ ) است و قبل از صاف کردن باید محلول را به نقطه جوش رساند) و محلول زیر صافی را در یک بشر ۶۰۰ ml دیگر جمع آوری کنید. محلول را تا دمای حدود  $60^{\circ}C$  گرم کنید و درحالی که آن را از تابش نور شدید محافظت می کنید، ضمن هم زدن ۵ ml محلول نقره نیترات به صورت تدریجی به آن بیفزایید. محلول را گرم کنید تا به جوش آید و بگذارید در این دما باقی بماند تا مایع رویی شفاف شود. برای اطمینان از رسوب گذاری کامل چند قطره نقره نیترات اضافه کنید. چنانچه باز هم رسوب بیشتری ایجاد شد مراحل فوق را مجدداً با حرارت دادن و هم زدن و افزودن نقره نیترات به مقدار لازم تکرار کنید تا با افزایش بیشتر نقره نیترات محلول کدر نشود. بشر و محتویات آن را حداقل به مدت یک ساعت در محل تاریکی قرار دهید. رسوب را به وسیله مکش بر روی بوته صافی شیشه‌ای توزین شده صاف کنید. سپس آن را با ۲ ml نیتریک اسید در یک لیتر آب (بند ۴-۲) شستشو دهید. بوته و رسوب را به مدت یک ساعت در دمای  $110^{\circ}C$  خشک کرده و در دسیکاتور خنک و توزین کنید.

**یادآوری** - در صورتی که در این مرحله بعد از افزودن نقره نیترات، هیچ رسوبی مشاهده نشد، می تواند به عنوان مقادیر غیر قابل تشخیص کلر و پایین تر از حد تشخیص روش در نمونه آزمون در نظر گرفته شود (٪ ۰/۱ جرمی). آزمون در این مرحله می تواند کامل در نظر گرفته شود.

۷-۶ **اندازه گیری شاهد**، یک اندازه گیری شاهد با ۰/۷ g تا ۰/۸ g روغن سفید بدون افزودن نمونه با روش کار معمول تهیه کنید و روش را به طور معمول ادامه دهید (یادآوری را ببینید). این محلول شاهد را هنگام استفاده از مواد واکنشگر جدید یا روغن سفید جدید باید مجدداً تهیه کنید. مقدار کلر محلول شاهد نباید از ٪ ۰/۰۳ جرمی نسبت به وزن روغن سفید موجود در محلول شاهد بیشتر باشد.

**یادآوری** - این روش آزمون مقدار کلر موجود در روغن سفید و مواد واکنشگر مصرف شده و همچنین آلودگی این مواد به کلر را نیز اندازه گیری می کند.

## ۸ محاسبات

مقدار کلر در نمونه، را بر حسب درصد جرمی با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$\text{مقدار کلر} = \frac{[(P - B) \times 24.74]}{W} \quad (1)$$

که در آن:

P جرم نقره کلرید به دست آمده از نمونه بر حسب گرم؛

B جرم نقره کلرید به دست آمده از محلول شاهد بر حسب گرم؛

W جرم نمونه مورد استفاده بر حسب گرم.

## ۹ کنترل کیفیت

۹-۱ عملکرد دستگاه یا روش آزمون را با آنالیز یک نمونه کنترل کیفیت تایید کنید (بند ۵-۸ را ببینید).

۹-۱-۱ هنگامی که قراردادهای کنترل کیفیت / تضمین کیفیت قبلاً در تسهیلات آزمون موجود باشند، این امر می‌تواند برای تایید قابلیت اطمینان نتایج آزمون به کار رود.

۹-۱-۲ هنگامی که قراردادهای کنترل کیفیت / تضمین کیفیت ایجاد شده در تسهیلات آزمون موجود نباشند، می‌توان از پیوست الف به عنوان سیستم کنترل کیفیت/ تضمین کیفیت استفاده کرد.

## ۱۰ دقت و انحراف

۱۰-۱ مشخص نیست که دقت روش مطابق با رهنمودهای پذیرش شده فعلی باشد.

۱۰-۲ دقت، دقت روش آزمون با بررسی‌های آماری نتایج بین آزمایشگاهی، به صورت زیر به دست آمده است.

۱۰-۲-۱ تکرارپذیری، اختلاف بین نتایج آزمون متوالی که توسط یک آزمون‌گر با وسایل یکسان تحت شرایط کاری ثابت روی ماده آزمون یکسان به دست آمده است، در مدت زمان طولانی و در شرایط کاری صحیح و معمول روش آزمون، فقط یک مورد در ۲۰ مورد از مقادیر جدول ۳ بیش‌تر می‌شود.

۱۰-۲-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و منفرد که توسط آزمون‌گرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت روی ماده آزمون یکسان به دست آمده است، در شرایط کاری صحیح و عادی روش آزمون فقط یک مورد در ۲۰ مورد از مقادیر جدول ۳ بیش‌تر می‌شود.

۱۰-۳ انحراف، داده‌های مشارکتی نشان می‌دهد که انحرافات نتایج آزمون نسبت به مقدار واقعی کلر موجود از نظر بزرگی در همان محدوده تجدیدپذیری است.

جدول ۳- داده‌های دقت

تجدیدپذیری	تکرار پذیری	کلر ٪ جرمی
۰٫۱۰	۰٫۰۷	۱٫۹ تا ۰٫۱
۰٫۳۰	۰٫۱۵	۵٫۰ تا ۲٫۰
۵٪ از مقدار موجود	۳٪ از مقدار موجود	بالای ۵٫۰

## ۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد :

۱-۱۱ تمامی اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه، آزمایشگاه؛

۲-۱۱ روش استفاده شده مطابق با این استاندارد ملی؛

۳-۱۱ نتایج با تقریب  $\pm 0.1$  جرمی ؛

در صورتی که هیچ رسوبی در بند ۷-۵ مشاهده نشد، نتایج را به عنوان مقادیر غیر قابل تشخیص کلر و پایین تر از حد تشخیص روش در نمونه آزمون گزارش کنید ( $\pm 0.1$  جرمی).

۴-۱۱ هر پدیده قابل توجه غیرمعمول در طول اندازه گیری؛

۵-۱۱ هرگونه عملی که در این استاندارد بیان نشده یا عمل اختیاری که ممکن است تأثیری بر نتایج حاصله داشته باشد؛

۶-۱۱ تاریخ انجام آزمون ؛

۷-۱۱ نام و نام خانوادگی آزمون گر.

**پیوست الف**  
**(اطلاعاتی)**  
**کنترل کیفیت**

- الف-۱** عملکرد دستگاه یا روش را با تجزیه یک نمونه کنترل کیفیت تایید کنید.
- الف-۲** قبل از پایش روش اندازه‌گیری، کاربر روش به اندازه‌گیری مقدار میانگین و حدود کنترلی نمونه کنترل کیفیت نیاز دارد. (استاندارد ASTM D 6299 را ببینید).
- الف-۳** نتایج کنترل کیفیت را ثبت کرده و به وسیله نمودارهای کنترلی یا دیگر روش‌های آماری معادل برای تعیین وضعیت کنترل آماری کل فرایند آزمون تجزیه کنید. توصیه می‌شود هر داده خارج از کنترل را به منظور علت‌یابی ریشه‌ای بررسی کنید.
- الف-۴** در غیاب الزامات روشن ارائه شده در روش، تواتر آزمون کنترل کیفیت به معیارهای کیفی مورد اندازه‌گیری، پایداری اثبات شده فرایند آزمون و الزامات مشتری بستگی دارد. به طور کلی یک نمونه کنترل کیفیت در هر روز آزمون با نمونه‌های معمول آزمون شود. توصیه می‌شود تواتر نمونه کنترل کیفیت در صورتی که تعداد نمونه‌های تجزیه‌ای روزانه زیاد باشند، افزایش یابد. با این وجود هنگامی که اثبات شود آزمون تحت کنترل آماری است، تواتر آزمون نمونه کنترل کیفیت ممکن است کاهش یابد. توصیه می‌شود برای اطمینان از کیفیت داده‌ها، دقت نمونه کنترل کیفیت در مقابل دقت روش‌های استاندارد دقت بررسی شود.
- الف-۵** توصیه می‌شود در صورت امکان نوع نمونه کنترل کیفیتی که به طور منظم آزمون می‌شود، نماینده ماده تجزیه‌ای باشد. توصیه می‌شود مقدار زیادی از ماده نمونه کنترل کیفیت برای مدت زمان استفاده موردنظر موجود باشد و تحت شرایط انبارداری مورد انتظار همگن و پایدار باشد (استاندارد ASTM D6299 را ببینید).