



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۷۹۰۱
تجدیدنظر اول
۱۳۹۴

INSO
7901
1st. Revision
2016

فرآورده‌های نفتی- اندازه‌گیری عدد
هیدروپراکسید در سوخت‌های توربین
هواپیما، بنزین و سوخت‌های دیزلی
- روش آزمون

**Petroleum products- Determination of
hydroperoxide number of aviation turbine
fuels, gasoline and diesel fuels- Test method**

ICS: 75.160.20

استاندارد ملی ایران شماره ۷۹۰۱ (تجدیدنظر اول): ۱۳۹۴

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۱۲۹۴

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

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.org>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 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.org>

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 گروه‌های 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 گروه‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین‌شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان 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، گروه بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به‌عنوان تنها رابط^۴ گروه 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 پیش‌بینی‌شده 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 به‌منظور 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 نظام‌های 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 - اندازه‌گیری عدد هیدروپراکسید در سوخت‌های توربین هواپیما، بنزین و

سوخت‌های دیزلی - روش آزمون»

(تجدید نظر اول)

رئیس:

شهمیرزادی، خدیجه

(کارشناسی مهندسی شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

معاونت ارزیابی انطباق - اداره کل استاندارد استان مازندران

دبیر:

بصری، فرشید

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

کارشناس امور استاندارد - اداره کل استاندارد استان مازندران

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسلامی، علیرضا

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

کارشناس ارشد شرکت رویان پلیمر آریا

باغ‌خانی، سید جعفر

(کارشناسی مهندسی شیمی)

مدیرعامل شرکت مهر پترو کیمیا

جوادی، مسعود

(کارشناسی مهندسی شیمی)

مدیرکل استاندارد استان مازندران

حقیقت‌پژوه، حمیدرضا

(دکتری مهندسی شیمی)

مدیرعامل شرکت رویان پلیمر آریا

شریف‌زاده بانی، مازیار

(دکتری مهندسی شیمی)

عضو هیئت‌علمی و مدرس دانشگاه آزاد واحد آیت اله آملی

صالحی، محمد

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

مدیر بخش کنترل کیفی سازمان خطوط انتقال نفت و مخابرات
استان مازندران

طالبی قادی‌کلایی، جواد

(دکتری شیمی کاربردی)

مدرس دانشگاه آزاد واحد جویبار

طاهری، زهرا

(دکتری مهندسی شیمی)

عضو هیئت‌علمی پژوهشگاه صنعت نفت

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

قلی پور زنجانی، نوشین
(دکتری مهندسی شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

گرگانی فیروزجائی، فرج اله
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

رئیس اداره نظارت بر اجرای استاندارد- اداره کل استاندارد استان
مازندران

متاجی نیمور، محسن
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

کارشناس اندازه‌گیری و توزیع گاز- شرکت ملی گاز ایران (استان
مازندران)

نادری، میثم
(کارشناسی مهندسی شیمی)

مدیر کنترل کیفیت و سرویس‌های آزمایشگاهی- شرکت ملی
پخش فرآورده‌های نفتی ایران (منطقه شمال- مازندران)

ویراستار:

سلیم بهرامی، سیده زهرا
(کارشناسی شیمی کاربردی)

کارشناس مسئول امور استاندارد- اداره کل استاندارد مازندران

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|---|
| ز | پیش‌گفتار |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ مراجع الزامی |
| ۲ | ۳ اصطلاحات و تعاریف |
| ۲ | ۴ اصول روش آزمون |
| ۲ | ۵ اهمیت و کاربرد |
| ۳ | ۶ وسایل |
| ۳ | ۷ مواد و/یا واکنشگرها |
| ۵ | ۸ نمونه‌برداری |
| ۶ | ۹ روش اجرای آزمون |
| ۷ | ۱۰ کنترل کیفی |
| ۷ | ۱۱ محاسبات |
| ۷ | ۱۲ گزارش نتایج |
| ۷ | ۱۳ دقت و اریبی |
| ۹ | پیوست الف (الزامی) عبارت‌های هشداردهنده |

پیش‌گفتار

استاندارد «فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری عدد هیدروپراکسید در سوخت‌های توربین هواپیما، بنزین و سوخت‌های دیزلی - روش آزمون» که نخستین بار در سال ۱۳۸۳ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهاد‌های دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در هفتاد و دومین اجلاس هیئت کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۴/۱۲/۱۰ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به‌عنوان 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 ۷۹۰۱: سال ۱۳۸۳ می‌شود.

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

ASTM D3703: 2013, Standard test method for hydroperoxide number of aviation turbine fuels, gasoline and diesel fuels

فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری عدد هیدروپراکسید در سوخت‌های توربین هواپیما، بنزین و سوخت‌های دیزلی - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه‌گیری مقدار هیدروپراکسیدی است که به‌عنوان عدد هیدروپراکسید برای سوخت‌های توربین هواپیما، بنزین و سوخت‌های دیزلی بیان می‌شود.

این استاندارد برای شناسایی هیدروپراکسیدهایی مانند تی- بوتیل هیدروپراکسید و کومن هیدروپراکسید کاربرد دارد.

این استاندارد در مورد هیدروپراکسیدهای پایدارکننده استری مانند دی‌کامیل و دی- تی- بوتیل هیدروپراکسید و هیدروپراکسیدهای دی- آلکیلی (که جهت مصارف تجاری به سوخت‌های دیزل اضافه می‌شوند) کاربرد ندارد.

یادآوری - گستره دقت این استاندارد در بیان عدد هیدروپراکسید از 0 mg/kg تا 50 mg/kg اکسیژن فعال برای مقادیر هیدروپراکسید است. برای تعیین این دقت از مطالعات بین آزمایشگاهی بر روی سوخت‌های موتورهای جرقه‌ای، بنزین هواپیما، سوخت جت، سوخت دیزل سبک با گوگرد پایین و بیودیزل استفاده شده است.

۲ مراجع الزامی^۱

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت 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:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، نمونه‌برداری دستی از فرآورده‌های نفتی

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

2-3 ASTM D6447, Standard test method for hydroperoxide number of aviation turbine fuels by voltammetric analysis

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات با تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

هیدروپراکسید

hydroperoxide

به پراکسید آلی با فرمول کلی ROOH، هیدروپراکسید گفته می‌شود.

۲-۳

عدد هیدروپراکسید

hydroperoxide number

نشان‌دهنده مقدار اجزاء اکسیدکننده موجود در سوخت‌های مایع مورد آزمون این استاندارد است که توسط فرمول‌های ارائه‌شده، اندازه‌گیری می‌شود.

۴ اصول روش آزمون

مقداری از نمونه را که در ۲ و ۴- تری‌متیل پنتان حل شده، به آن کمی محلول پتاسیم یدید افزوده می‌شود. هیدروپراکسیدهای موجود در نمونه به وسیله پتاسیم یدید کاهش یافته و در نتیجه ید آزاد می‌شود، ید آزاد شده به وسیله محلول سدیم تیوسولفات آبی، تیتیر می‌شود. نتایج برحسب میلی‌گرم هیدروپراکسید بر کیلوگرم نمونه محاسبه و به‌عنوان عدد هیدروپراکسید گزارش می‌شود.

یادآوری- در نسخه قبلی این استاندارد که با عنوان «روش آزمون اندازه‌گیری عدد پراکسید در سوخت‌های توربین هواپیما» چاپ شده است از ماده ۱ و ۲- تری‌کلرو-۱ و ۲- تری‌فلورو اتان استفاده می‌گردید که به دلیل اثر تخریب‌کنندگی اوزون این ماده، ۲ و ۴- تری‌متیل پنتان (ایزو اکتان) جایگزین آن شده است.

۵ اهمیت و کاربرد

به دلیل اثبات اثر افزایشی هیدروپراکسیدها بر روی میزان عدد اکتان در سوخت دیزل و اثر کاهش آن‌ها در هر دو پارامتر عدد اکتان تحقیقی و عدد اکتان موتور در بنزین و همچنین اثرات نامطلوبی که بر روی بعضی از اجزاء موجود در سامانه‌های سوختی به‌ویژه قطعات لاستیکی دارند، اندازه‌گیری عدد هیدروپراکسید در سوخت‌های توربین هواپیما، بنزین و سوخت‌های دیزلی از اهمیت بالایی برخوردار است.

یکی از دلایل خرابی سوخت‌ها، تشکیل هیدروپراکسیدها و سایر ترکیبات حامل اکسیژن در آن‌ها است به- صورتی که اندازه عدد هیدروپراکسید نشان‌دهنده مقدار اجزاء اکسیدکننده موجود در سوخت است. به‌طور کلی، میزان عدد هیدروپراکسید تعیین‌کننده مقدار ترکیبات اکسیدکننده‌ای است که پتاسیم یدید را اکسید خواهند کرد.

۶ وسایل

- ۱-۶ بالن ید سنجی، ۲۵۰ میلی لیتری دارای درپوش شیشه‌ای.
- ۲-۶ بورت، ۱۰ میلی لیتری و ۲۵ میلی لیتری کلاس A دارای شیر تفلونی.
- ۳-۶ بالن حجمی، ۱۰۰ میلی لیتری و ۱۰۰۰ میلی لیتری و ۲۰۰۰ میلی لیتری کلاس A با شیر تفلونی.
- ۴-۶ استوانه مدرج درب دار، ۱۰۰ میلی لیتری و ۵۰۰ میلی لیتری دارای درپوش شیشه‌ای.
- ۵-۶ میکرو بورت، ۱۰ میلی لیتری کلاس A.
- ۶-۶ ترازوی آزمایشگاهی، با قابلیت توزین با دقت میلی گرم.
- ۷-۶ بطری در پیچدار رنگی (قهوه‌ای)، ۱۰۰ میلی لیتری و ۳۰۰ میلی لیتری و ۱۰۰۰ میلی لیتری
- ۸-۶ استوانه مدرج (مزور شیشه‌ای)، ۲۵ میلی لیتری و ۱۰۰ میلی لیتری.

۷ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۷ خلوص مواد شیمیایی

در انجام همه آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با خلوص آزمایشگاهی استفاده شود. مواد با سایر خلوص نیز قابل استفاده است به شرطی که دارای خلوص بالایی باشد و استفاده از آن در صحت اندازه‌گیری اثری منفی نداشته باشد. در این آزمون باید از آب با درجات خلوص ۱ و ۲ و ۳ مطابق با استاندارد بند ۲-۲ استفاده شود.

۲-۷ محلول اسید استیک

مقدار ۴ میلی لیتر اسید هیدروکلریک غلیظ (با وزن مخصوص ۱٫۱۹) را با ۹۹۶ میلی لیتر اسید استیک گلاسیال مخلوط کنید.

هشدار- اسید استیک گلاسیال سمی و قابل اشتعال بوده و در صورت بلعیدن، کشنده است. هم‌چنین باعث سوختگی‌های شدید شده و در صورت تنفس مضر است (به پیوست الف-۲ مراجعه کنید).

۳-۷ گاز نیتروژن- با درجه خلوص دست کم ۹۹٫۹۹۹۹۵٪.

۴-۷ گاز کربن دی‌اکسید- با درجه خلوص دست کم ۹۹٫۹۹۹۹۵٪.

۵-۷ ۲و۲و۴- تری‌متیل پنتان (ایزو اکتان)

هشدار- این ماده خطرناک و قابل اشتعال بوده و در صورت تنفس مضر است (به پیوست الف-۱ مراجعه کنید).

۶-۷ محلول استاندارد پتاسیم دی کرومات (۰/۱ مولار)

مقدار ۹/۵ گرم پتاسیم دی کرومات خشک را در آب حل نموده و آن را در یک بالن حجمی به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید. این محلول ۰/۱ مولار است. هم چنین می توان از محلول هایی که به صورت آماده در بازار وجود دارند، به طور متناوب استفاده نمود.

۷-۷ محلول استاندارد پتاسیم دی کرومات (۰/۱ مولار)

مقدار ۱۰۰ میلی لیتر محلول ۰/۱ مولار پتاسیم دی کرومات را در یک بالن حجمی به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

هشدار- از تماس دی کرومات با پوست و چشم ها و هم چنین از تنفس ذرات آن خودداری نمایید.

۸-۷ محلول استاندارد پتاسیم یدید (۰/۱ مولار)

برای تهیه محلول ۰/۱ مولار، مقدار ۱۶/۶ گرم از پتاسیم یدید خشک را در دمای $(2 \pm 103)^\circ\text{C}$ و مدت زمان یک ساعت در آب حل نموده و آن را در یک بالن حجمی به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید. هم چنین می توان از محلول هایی که به صورت آماده در بازار وجود دارند نیز به طور متناوب استفاده نمود.

۹-۷ محلول پتاسیم یدید

مقدار ۱۲۰ گرم پتاسیم یدید را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل نمایید. در صورت نیاز می توان حجم های بیشتری از محلول فوق را به گونه ای که غلظت پتاسیم یدید در آب همان مقدار (۱۲۰ گرم در ۱۰۰ میلی لیتر) باشد، تهیه نمود. از محلول با نگهداری آن در بطری قهوه ای رنگ پوشانده شده با نیتروژن و دی اکسید کربن در مقابل نور آفتاب محافظت نمایید. چنان چه محلول تهیه شده رنگی باشد، به روش زیر رنگ آن را از بین ببرید:

یک میلی لیتر از محلول پتاسیم یدید تهیه شده، ۵۰ میلی لیتر آب مقطر و ۵ میلی لیتر از محلول چسب نشاسته را در یک بالن به حجم ۳۰۰ میلی لیتر و پوشانده شده با نیتروژن و کربن دی اکسید بریزید. در صورت تغییر رنگ محلول به رنگ آبی، محلول سدیم تیوسولفات ۰/۰۰۵ مولار را به صورت قطره قطره توسط یک میکرو بورت به آن اضافه نموده تا رنگ آبی از بین برود. مقدار مناسبی از محلول سدیم تیوسولفات را با روش ذکر شده به محلول اصلی پتاسیم یدید اضافه کرده تا تمامی ید آزاد موجود در محلول را به یون یدید تبدیل نماید.

عدم تغییر رنگ مقدار یک ملی لیتر از محلول پتاسیم یدید در حضور چسب نشاسته نشان دهنده روش تهیه مناسب آن است. هم چنین اضافه نمودن یک قطره دی کرومات پتاسیم ۰/۰۱ مولار و دو قطره اسید کلریدریک به این محلول در حضور چسب نشاسته باید تغییر رنگ آبی محلول پتاسیم یدید را در پی داشته باشد. این محلول را در حضور گاز نیتروژن یا کربن دی اکسید نگهداری نمایید.

۷-۱۰ محلول استاندارد سدیم تیوسولفات (۰/۱ مولار)

مقدار ۱۲/۵ گرم سدیم تیوسولفات را به همراه ۰/۱ گرم سدیم کربنات در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل نمایید (سدیم کربنات جهت پایدار نمودن محلول تیوسولفات اضافه می شود). محلول تهیه شده را قبل از استفاده به مدت یک هفته یا بیشتر به حالت سکون نگاهداری نمایید. گاهی ممکن است در یک آزمایشگاه از محلول های آماده استفاده شود. محلول فوق را با محلول پتاسیم دی کرومات ۰/۱ مولار و با استفاده از یک روش مناسب تیتراژ نمایید. هم چنین در فواصل زمانی منظم محلول را استاندارد نموده تا هرگونه تغییر در مولاریته آن در حد ۰/۰۰۰۵ نیز مشخص باشد.

۷-۱۱ محلول استاندارد سدیم تیوسولفات (۰/۰۰۵ مولار)

محلول سدیم تیوسولفات ۰/۱ مولاری را که در بند (۷-۱۱) تهیه نموده اید، توسط یک بالن حجمی تا ۲۰ برابر رقیق نمایید. برای این کار می توانید ۱۰۰ میلی لیتر از محلول ۰/۱ مولار سدیم تیوسولفات را در یک بالن حجمی به حجم ۲۰۰۰ میلی لیتر برسانید. این محلول را با محلول تیوسولفات ۰/۱ مولاری که دوباره استاندارد شده و هرگونه تغییر در مولاریته آن در حد ۰/۰۰۰۵ یا بیشتر قابل تشخیص است، به صورت تازه تهیه نمایید.

۷-۱۲ محلول چسب نشاسته

برای تهیه این محلول، مقدار ۶ گرم از نشاسته را با آب سرد به صورت خمیر درآورید. سپس این خمیر را در یک لیتر آب مقطر در حال جوش ریخته، ۲۰۰ گرم پتاسیم هیدروکسید به آن اضافه نموده و کاملاً مخلوط نمایید و به مدت دو ساعت به حال خود رها نمایید. در ادامه ۶ میلی لیتر اسید استیک گلاسیال را به محلول اضافه نموده و آن را کاملاً به هم بزنید، سپس برای تنظیم مقدار pH محلول بر روی عدد ۴، مقدار مناسبی اسید کلریدریک (با وزن مخصوص ۱/۱۹) را به آن اضافه نمایید. محلول را در یک بطری دارای درپوش شیشه ای نگهداری نمایید. محلول چسب نشاسته تهیه شده با این روش تا یک سال از لحاظ شیمیایی پایدار است.

۷-۱۳ تی - بوتیل هیدروپراکسید - با درجه خلوص دست کم ۹۰٪.

۸ نمونه برداری

نمونه برداری از نمونه ها باید مطابق با استاندارد ملی بند ۲-۱ انجام شود.

اگر انجام آزمون بلافاصله بعد از نمونه برداری امکان پذیر نمی باشد، بهتر است نمونه ها را در درون یخچال و در دمایی بین ۱ °C تا ۴ °C نگهداری کنید. هم چنین قبل از انجام آزمون، نمونه را در دمای محیط قرار دهید.

۹ روش اجرای آزمون

مقدار مناسبی از نمونه را بر اساس جدول زیر انتخاب کنید:

جدول ۱- مقادیر تخمینی عدد هیدروپراکسید

| مقدار نمونه بر حسب (g) | عدد هیدروپراکسید تخمینی بر حسب (mg/kg) |
|---------------------------|---|
| ۵۰ | ۰-۱۰ |
| ۳۵ | ۱۱-۳۰ |
| ۲۵ | ۳۱-۵۰ |
| ۱۰ | ۵۱-۸۰ |
| ۵ | ۸۱-۱۰۰ |

یادآوری - دقت اعداد بیان شده در جدول تا بیشینه مقدار ۵۰ میلی گرم هیدروپراکسید بر کیلوگرم اکسیژن است و این دقت ممکن است برای مقادیر بالاتر از این مقدار صادق نباشد.

نمونه انتخاب شده را با دقت یک میلی گرم توزین کرده و در یک بالن ۲۵۰ میلی لیتری مخصوص ید سنجی که گاز کربن دی اکسید یا نیتروژن به اندازه کافی وارد آن شده است بریزید (هدف از این کار خروج گاز اکسیژن از بالن است). سپس ۲۵ میلی لیتر از محلول ۲ و ۴- تری متیل پنتان را به نمونه اضافه نموده و جریان شدیدی از گاز کربن دی اکسید یا نیتروژن را دست کم به مدت یک دقیقه از میان محلول عبور دهید، سپس بدون آن که عبور جریان گاز را قطع نمایید مقدار ۲۰ میلی لیتر از محلول اسید استیک را به آن افزوده و جریان گاز را به گونه ای کم نمایید که در هر ثانیه یک حباب تولید شود. در ادامه مقدار ۲ میلی لیتر از محلول پتاسیم یدید را به بالن اضافه کرده و آن را به مدت (1 ± 30) ثانیه به شدت تکان دهید. اجازه دهید تا بالن به مدت $(5 \pm 3s)$ دقیقه بدون حرکت باقی بماند. در پایان زمان واکنش، ۱۰۰ میلی لیتر آب را به محلول افزوده و جریان گاز را متوقف نمایید. سپس ۵ میلی لیتر محلول چسب نشاسته را به آن افزوده و توسط محلول سدیم تیوسولفات ۰/۰۰۵ مولار، تا ناپدید شدن رنگ آبی، آن را تیترو نمایید.

قبل از انجام هرگونه اندازه گیری برای نمونه ای ناشناخته، ابتدا یک نمونه شاهد را مطابق با روش بیان شده، مورد آزمون قرار دهید.

یادآوری - نقطه پایان این واکنش از نوع برگشتی است، لذا نقطه پایانی موردنظر این روش آزمون هنگامی است که رنگ آبی به مدت ۳۰ ثانیه یا بیشتر از بین برود. اگر بعد از افزوده شدن محلول چسب نشاسته هیچ گونه رنگ آبی مشاهده نگردید، این بدان معناست که هیچ هیدروپراکسیدی شناسایی نشده و بنابراین نیازی به تیترو کردن محلول با محلول سدیم تیوسولفات نیست.

۱۰ کنترل کیفی

کارایی روش آزمون فوق را با استفاده از تجزیه و تحلیل یک هیدروپراکسید شناخته شده مانند تی- بوتیل هیدروپرواکسید یا کومن هیدروپرواکسید تأیید نمایید.

۱۱ محاسبات

عدد هیدروپرواکسید (برحسب میلی گرم هیدروپرواکسید بر کیلوگرم نمونه) با استفاده از رابطه زیر به دست می آید:

$$X = \frac{[(A-B)M \times 1000 \times 8]}{S} \quad (1)$$

که در آن:

X عدد هیدروپرواکسید محاسبه شده؛

A مقدار سدیم تیوسولفات لازم برای تیتراسیون نمونه برحسب میلی لیتر؛

B مقدار سدیم تیوسولفات لازم برای تیتراسیون شاهد برحسب میلی لیتر؛

M مولاریته محلول سدیم تیوسولفات؛

8 مقدار میلی مول عدد هیدرو پراکسید؛

S مقدار نمونه برحسب گرم.

۱۲ گزارش نتایج

نتایج به دست آمده از محاسبات بند ۱۱ را تا سه رقم معنی دار گزارش نمایید.

اگر هیدروپرواکسید قابل تشخیصی پیدا نشد عبارت «یافت نشد» را در گزارش قید کنید (به یادآوری بند ۹-۴ توجه کنید).

۱۳ دقت و اریبی

۱-۱۳ دقت

دقت این روش از طریق بررسی نتایج مطالعات بین آزمایشگاهی به دست آمده که در آن ۱۳ نمونه سوخت (شامل بنزین سوپر و معمولی، دیزل سبک با گوگرد پایین، سوخت جت، ایزو اکتان و هم چنین یک نمونه از بیودیزل که به دلیل اختلاف زیاد نتایج مشاهده شده در آزمایشگاه های مختلف در محاسبات مورد استفاده قرار نگرفت) به طور هم زمان در ۹ آزمایشگاه مورد آزمون قرار گرفتند که به صورت زیر بیان می شود:

۱-۱-۱۳ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج دو آزمون متوالی به دست آمده توسط یک آزمونگر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی یکسان بر روی مواد آزمون یکسان، در بلندمدت با اجرای صحیح و معمول این روش آزمون، می تواند تنها در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر مشخص شده زیر بیش تر شود:

$$r = 0.2829 * X + 0.0001^{0.6569} \text{ mg/kg} \quad (2)$$

که در آن:

r تکرارپذیری؛

X عدد هیدروپرواکسید محاسبه شده از معادله (۱).

۲-۱-۱۳ تجدید پذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل به دست آمده به وسیله آزمونگرهای مختلف که در آزمایشگاههای متفاوت کار می کنند، بر روی مواد آزمون یکسان در بلندمدت با اجرای صحیح و معمول این روش آزمون، می تواند تنها در یک مورد از هر ۲۰ مورد از مقادیر مشخص شده زیر بیش تر شود:

$$R = 2.3046 * X + 0.0001^{0.6569} \text{ mg/kg} \quad (3)$$

که در آن:

R تجدید پذیری؛

X عدد هیدروپرواکسید محاسبه شده از معادله (۱).

۲-۱۳ آریبی

آریبی به دست آمده برای تی- بوتیل هیدروپرواکسید موجود در ایزو اکتان با استفاده از این استاندارد گستره ای از مقادیر عدد هیدروپرواکسید از ۵ mg/kg تا ۵۰ mg/kg را شامل می شود. این مقادیر اندازه گیری شده (۴۵٫۲ + ۷٫۸۲) mg/kg و (۴٫۹۷ + ۰٫۹۷) mg/kg می باشند.

۳-۱۳ آریبی نسبی

نتایج محاسبه شده برای عدد هیدروپرواکسید با استفاده از استاندارد ASTM D6447 برای همان شرایط آزمون و مواد ارائه شده در بند ۱۳-۲ به ترتیب برابر ۸٫۵۱ mg/kg و ۸۴٫۹ mg/kg است. استاندارد ASTM D6447 دارای گستره دقت ۲ mg/kg تا ۴۰ mg/kg برای عدد هیدروپرواکسید است. نتایج به دست آمده از مطالعات بین آزمایشگاهی نشان می دهد که استاندارد ASTM D6447 دارای آریبی بیشتری نسبت به این استاندارد و نتایج مورد انتظار حاصل از آن است.

پیوست الف

(الزامی)

عبارت‌های هشداردهنده

الف-۱ محلول ۴و۲و۲- تری‌متیل پنتان (ایزو اکتان)

هشدار- این محلول قابل اشتعال بوده و دارای ریسک بالای خطر آتش‌سوزی است. محدوده‌های انفجار آن در هوا نیز ۱ تا ۶ درصد است.

مواردی که در هنگام استفاده از این محلول باید رعایت شوند عبارت‌اند از:

- محلول را در یک مکان دارای تهویه مناسب به کار برید.
- درب ظرف محتوی این محلول را بسته نگه‌دارید.
- از تنفس طولانی بخارهای ناشی از آن خودداری نمایید.
- از تماس طولانی و پی‌درپی آن با پوست خودداری نمایید.
- این ماده در تماس با شعله، سطوح داغ و جرقه برق، بخارهای سمی تولید می‌کند، بنابراین از مجاورت آن با موارد بیان‌شده جلوگیری نمایید.

الف-۲ محلول اسید استیک (گلاسیال)

هشدار- این محلول سمی، خورنده و قابل اشتعال بوده و در صورت بلعیده شدن کشنده است. سوختگی‌های شدید ایجاد کرده و تنفس آن مضر است.

مواردی که در استفاده از این محلول باید رعایت شوند، عبارت‌اند از:

- از تماس آن با چشم‌ها، پوست و یا لباس جلوگیری نمایید.
- از تنفس بخارهای آن خودداری نمایید.
- رقیق کردن محلول اسید استیک را با افزودن آن به آب انجام دهید.
- آن را از حرارت و شعله دور نگه‌دارید.
- درب ظرف محتوی اسید را محکم ببندید و در یک کمد مخصوص نگهداری نمایید.
- اسید را در جای خنک نگهداری کنید.
- درب ظرف محتوی اسید را به آرامی و با دقت باز کنید.
- در یک محل با تهویه مناسب از اسید استفاده کنید.

استاندارد ملی ایران شماره ۷۹۰۱ (تجدیدنظر اول): ۱۳۹۴

- در مواقعی که از آن استفاده نمی‌کنید، درب ظرف را ببندید.
- هنگام استفاده، از لباس و عینک ایمنی استفاده کنید.
- پس از استفاده دست‌ها را کاملاً بشویید.

الف-۳ پتاسیم دی‌کرومات

هشدار- از تماس این ماده با چشم‌ها و پوست بدن خودداری کرده و از تنفس ذرات آن خودداری کنید.