

INSO

9377

1st.Revision

2015



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۹۳۷۷

تجدید نظر اول

۱۳۹۳

روغن‌های روان‌کننده - اندازه‌گیری عناصر  
مواد افزودنی در روغن‌های روان‌کننده  
به وسیله دستگاه طیف‌سنج نشر اتمی -  
پلاسمای جفت‌شده القایی

**Lubricating oils - Determination of  
additive elements in lubricating oils by  
inductively coupled plasma atomic  
emission spectrometry**

**ICS: 75.100**

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک مادهٔ ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ 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 موسسهٔ 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران 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 منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیر دولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیتهٔ ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از 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 ملی تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسائل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه 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 یکاهای کالیبراسیون (واسنجی) وسائل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبهای 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**

**«روغن‌های روان‌کننده – اندازه‌گیری عناصر مواد افزودنی در روغن‌های روان‌کننده به‌وسیله دستگاه طیف‌سنج نشر اتمی – پلاسمای جفت‌شده القایی»**  
**(تجدید نظر اول)**

### **سمت و / یا نمایندگی**

پژوهشگاه استاندارد

**رئیس:**

امینیان، وحید

(کارشناس ارشد شیمی)

**دبیر:**

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

اخیاری، شهاب

(کارشناس ارشد شیمی)

### **اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)**

پارک علم و فناوری استان آذربایجان شرقی

اصلانی، سعید

(کارشناس شیمی)

دانشگاه آزاد اسلامی واحد اهر

امیرشقاقی، احمد

(دکترای مهندسی شیمی)

شرکت پایه گستر سهند

تقی نژاد، رُّاله

(کارشناس شیمی)

پتروشیمی تبریز

زینالی، مجید

(کارشناس ارشد شیمی)

پتروشیمی تبریز

قاسمی، عبدالحسین

(کارشناس ارشد مهندسی پلیمر)

پالایشگاه تبریز

نوشاد، آرش

(کارشناس ارشد شیمی)

یگانی، رضا  
(دکتری مهندسی پلیمر)

دانشگاه صنعتی سهند

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	مراجع الزامی
۲	نمونه برداری
۲	خلاصه روش آزمون
۲	تداخل‌ها
۳	روش انجام آزمون
۸	کالیبراسیون
۸	آنالیز
۹	تصمیم‌گیری/کنترل کیفیت (الزامی)
۹	محاسبه و گزارش
۹	دقت و اربیی
۱۴	پیوست الف (اطلاعاتی) بیان کنترل کیفیت کلی برای روش‌های آزمون D02
۱۵	پیوست ب (اطلاعاتی) راهنمای آنالیز کننده

## پیش گفتار

استاندارد "روغن‌های روان‌کننده - اندازه‌گیری عناصر مواد افزودنی در روغن‌های روان‌کننده به‌وسیله دستگاه طیف‌سنج نشر اتمی - پلاسمای جفت‌شده القایی" نخستین بار در سال ۱۳۸۶ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تاکید کمیسیون‌های مربوط برای نخستین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در چهل و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد نفت و فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۱/۳۰ تصویب شد و اینک 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 موقع لزوم تجدیدنظر خواهد 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 استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۹۳۷۷: سال ۱۳۸۶ است.

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

ASTM D4951–14: Determination of Additive Elements in Lubricating Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry<sup>1</sup>

## مقدمه

۱-۰ این روش آزمون معمولاً برای هر عنصر چند دقیقه طول می‌کشد و ۹ عنصر را پوشش می‌دهد، بنابراین نسبت به استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۸۱ و استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۰۳۲ داده‌های ترکیبی عنصری بیشتری را شامل می‌شود. علاوه بر این، این روش آزمون جواب‌های دقیق‌تری نسبت به استاندارد ASTM D 5185 که شامل روغن‌های کارکرده و روغن پایه است، می‌دهد.

۲-۰ مخلوط مواد افزودنی، مجموعه‌ای از تک‌تک افزودنی‌های است که می‌تواند به عنوان پاک‌کننده، ضدآسایش، عامل ضدسایش و ... عمل کند. اغلب مواد افزودنی شامل یک یا چند عنصر است که با این روش آزمون قابل اندازه‌گیری است. خصوصیات مخلوط مواد افزودنی تا حدودی به ترکیب‌بندی عنصری بستگی دارد. روغن‌های روان‌کننده به طور نوعی مخلوطی از مواد افزودنی است و خصوصیات آن‌ها نیز تا اندازه‌ای با ترکیب عناصر تعیین می‌شوند. بنابراین اگر خصوصیات مخلوط مواد افزودنی و روغن‌های روان‌کننده کارنکرده به ترکیب عناصر بستگی داشته باشد، با این روش آزمون قابل اندازه‌گیری است.

۳-۰ چندین عنصر افزودنی و ترکیبات آن‌ها برای بهبود کارایی به روغن‌های روان‌کننده اضافه می‌شود (به جدول ۱ مراجعه کنید).

جدول ۱ - مواد روان‌کننده و افزودنی

عنصر	ترکیب	کاربرد
باریم	سولفونات‌ها، فنات‌ها	با زدارنده شوینده‌ها، بازدارنده خوردگی، شوینده، بازدارنده زنگ-ATF زدگی و
بور	بورات‌های معدنی و استرهای بورات، دیسپرسن‌تها و شوینده‌های بوراته	عامل ضد سایش، ضد اکسایش، بو زدا، روغن تراش و مایع ترمز
کلسیم	سولفونات‌ها، فنات‌ها	با زدارنده و دیسپرسن‌ت شوینده‌ها
مس	دی‌تیوفسفات‌های مس	عامل ضد سایش و ضد اکسایش
منیزیم	سولفونات‌ها، فنات‌ها	با زدارنده شوینده‌ها
مولیبدن	دی‌آلکیل دی‌تیوفسفات، دی‌آلکیل دی-تیوکاربامات، سایر کمپلکس‌های مولیبدن	افزودنی بهبود دهنده اصطکاک
فسفر	دی‌تیوفسفات‌ها، فسفات‌ها و فسفیت‌ها	عامل ضد زنگ، افزودنی فشار بالا و ضد سایش
گوگرد	روغن‌های پایه، سولفونات‌ها، تیوفسفات‌ها، پلی‌سولفیدها و سایر اجزای سولفور شده	شوینده، افزودنی فشار بالا و ضد سایش
روی	دی‌آلکیل دی‌تیوفسفات، دی‌آلکیل دی-تیوکاربامات‌ها، فلات‌ها، کربوکسیلات‌ها	ضد اکسایش، بازدارنده خوردگی، افزودنی ضد سایش، شوینده، روغن موتور، روان‌کننده دنده هیپوپید، روغن موتور هوپیما، روغن توربین، ATF، روغن موتور دیزل راه‌آهن و روان‌کننده ترمز

# روغن‌های روان‌کننده – اندازه‌گیری عناصر مواد افزودنی در روغن‌های روان‌کننده

## به وسیله دستگاه طیف‌سنجد نشر اتمی – پلاسمای جفت‌شده القایی

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

- ۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین کمی باریم، بور، کلسیم، مس، منیزیم، مولیبدن، فسفر، گوگرد و روی در روغن‌های روان‌کننده کارنکرده و مخلوط مواد افزودنی<sup>۱</sup> می‌باشد.
- ۲-۱ دقتهای ذکر شده در این استاندارد برای محلول‌های رقیقی کاربرد دارد که درصد وزنی نمونه در حلال در محدوده یک درصد وزنی تا پنج درصد وزنی روغن، ثابت باقی بماند.
- ۳-۱ جداول دقت، محدوده غلظت‌های مورد مطالعه بین آزمایشگاهی را تعیین می‌کند. در هر حال، غلظت‌های پایین‌تر و بالاتر را می‌توان با این روش آزمون تعیین نمود. محدوده غلظت‌های پایین، وابسته به حساسیت دستگاه ICP<sup>۲</sup> و ضریب رقت است. محدوده غلظت‌های بالا به وسیله محصولی با غلظت بیشینه که با منحنی کالیبراسیون خطی و ضریب رقت نمونه مشخص شده است، اندازه‌گیری می‌شود.
- ۴-۱ گوگرد به شرطی قابل اندازه‌گیری است که دستگاه در طول موج ۱۸۰ nm قابلیت کارکرد داشته باشد.

### 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 تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار 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:

- ۱-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۸۱، روغن‌های روان‌کننده – تعیین مقدار باریم، کلسیم و روی روغن‌های روان‌کننده کار نکرده به روش طیف‌سنجدی جذب اتمی
- ۲-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۹، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی
- ۳-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۹۱، فرآورده‌های نفتی – تعیین مقدار گوگرد
- ۴-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۰۳۲، روان‌کننده‌ها – آنالیز عنصری اجزاء روان‌کننده‌ها و افزودنی‌ها – اندازه‌گیری باریم، کلسیم، فسفر، گوگرد و روی به روش طیف‌سنجدی فلورسانس اشعه X با پاشندگی طول موج

1 - Additive packages

2 - Inductively coupled plasma

**2-5** ASTM D 4307, Practice for Preparation of Liquid Blends for Use as Analytical Standards

**2-6** ASTM D 5185, Test Method for Determination of Additive Elements, Wear Metals and Contaminants in Used Lubricating Oils and Determination of Selected Elements by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

**2-7** ASTM D 6299, Practice for Applying Statistical Quantity Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

## ۳ نمونهبرداری

هدف از نمونهبرداری، به دست آوردن آزمونهای است که نمایش دهنده کل مجموعه باشد. نمونههای آزمایشگاهی را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ نمونهبرداری کنید. روش نمونهبرداری می‌تواند صحت روش آزمون را تحت تأثیر قراردهد.

## ۴ خلاصه روش آزمون

مقداری از نمونه وزن و با مخلوطی از زایلن‌ها یا دیگر حلال‌ها رقیق می‌شود. استاندارد داخلی مورد نیاز به طور جداگانه و به صورت وزنی به داخل محلول آزمون ریخته و یا قبلاً با حلal رقیق سازی مخلوط می‌شود. استانداردهای کالیبراسیون نیز به همین صورت آماده می‌شود. محلول‌ها با مکش آزاد و یا با پمپ پریستالتیک<sup>۱</sup> به دستگاه ICP وارد می‌شود. با مقایسه شدت نشر عناصر در آزمونه با شدت نشر اندازه‌گیری شده از استانداردهای کالیبراسیون و با به کارگیری تصحیح استاندارد داخلی مناسب، غلظت عناصر در نمونه محاسبه می‌شود.

## ۵ تداخل‌ها

### ۱-۵ تداخل طیفی

در صورت استفاده از خطوط طیفی که در جدول ۲ آمده است، هیچ تداخل طیفی شناخته شده‌ای بین عناصر قابل اندازه‌گیری با این روش آزمون به وجود نخواهد آمد. در صورتی که تداخل طیفی ناشی از تداخل دیگر عناصر یا انتخاب خطوط طیفی دیگر وجود داشته باشد، می‌توان با استفاده از روش ارائه شده در استاندارد ASTM D 5185 تداخل را تصحیح کرد.

### ۲-۵ اثر بهبود دهنده شاخص گرانروی

بهبود دهنده شاخص گرانروی که در روغن‌های روان‌کننده چند درجه‌ای وجود دارد، می‌تواند اندازه‌گیری‌ها را منحرف نماید. البته این انحرافات را می‌توان با استفاده از رقیق سازی توسط حلal معین و یک استاندارد داخلی تا اندازه‌های کاهش داد.

**جدول ۲ - عناصر اندازه‌گیری شده و طول موج‌های پیشنهادی<sup>a</sup>**

عنصر	طول موج، nm
باریم	۲۳۳,۵۳، ۴۵۵,۴۰، ۴۹۳,۴۱
بور <sup>b</sup>	۱۸۲,۵۹، ۲۴۹,۶۸
کلسیم	۳۱۵,۸۸، ۳۱۷,۹۳، ۳۶۴,۴، ۴۲۲,۶۷
مس	۳۲۴,۷۵
منیزیم	۲۷۹,۰۸، ۲۷۹,۵۵، ۲۸۵,۲۱
مولیبدن	۲۰۲,۰۳، ۲۸۱,۶۲
فسفر <sup>b</sup>	۱۷۷,۵۱، ۱۷۸,۲۹، ۲۱۳,۶۲، ۲۱۴,۹۱، ۲۵۳,۴۰
گوگرد <sup>b</sup>	۱۸۰,۷۳، ۱۸۲,۰۴، ۱۸۲,۶۲
روی	۲۰۲,۵۵، ۲۰۶,۲۰، ۲۱۳,۸۶، ۳۳۴,۵۸، ۴۸۱,۰۵

<sup>a</sup> این طول موج‌ها فقط پیشنهادی است و تمامی انتخاب‌های ممکن را شامل نمی‌شود.

<sup>b</sup> طول موج‌های بور، فسفر و گوگرد زیر ۱۹۰ nm نیاز به استفاده از مسیر نوری تحت خلاء یا دارای گاز بی‌اثر می‌باشد.

## ۶ روشن انجام آزمون

### ۱-۶ مواد لازم

۶-۱ خلوص مواد، مواد شیمیایی مورد استفاده در تمامی آزمون‌ها باید خلوص آزمایشگاهی داشته باشد.

۶-۲ روغن پایه، وايتاویل<sup>۱</sup> یا روغن پایه‌ای که عاری از آنالیت بوده و گرانروی که در حد ممکن نزدیک به گرانروی نمونه در دمای اتاق داشته باشد.

یادآوری ۱ - روغن‌های پایه روان‌کننده ممکن است دارای گوگرد باشند. برای آماده‌سازی محلول‌های استاندارد گوگرد و اختلاط مواد افزودنی توصیه می‌شود از وايتاویل استفاده شود.

۶-۳ استاندارد داخلی (الزامی)، یک عنصر استاندارد داخلی قابل حل در روغن مورد نیاز است. از استانداردهای داخلی Ag، Be، Cd، Co، La، Mn، Pb و Y در مطالعات آزمایشگاهی مربوط به دقیق استفاده شده است.

۶-۴ استانداردهای آلی فلزی، استانداردهای چند عنصری شامل غلظت‌های معلوم (تقریباً ۰,۱ درصد وزنی) از هر عنصر را می‌توان از محلول‌های خالص هر عنصر تهیه نمود. برای تهیه مخلوط مایع چند عنصری به استاندارد ASTM D 4307 مراجعه کنید.

هنگام تهیه استانداردهای چند عنصری باید از اختلاط کافی اطمینان حاصل نمود. مخلوط‌های چند عنصری که به صورت تجاری در دسترس هستند (با غلظت‌های معلوم از هر عنصر در حدود ۰,۱ درصد وزنی) نیز می‌توان استفاده نمود.

**۱-۴-۱-۶** برای پوشش دادن تمامی عناصر، بیش از یک استاندارد چند عنصری ضرورت دارد و کاربر این استاندارد نیز می‌تواند از مخلوط عناصر و غلظت‌های آن‌ها در تهیه استانداردهای چند عنصری انتخاب کند. انتخاب غلظت‌هایی معادل غلظت‌های موجود در روغن‌های کار نکرده مفید خواهد بود. در هر حال، ضروری است غلظت‌هایی انتخاب شود که شدت نشر اندازه‌گیری شده با این استانداردها به دقت قابل اندازه‌گیری باشد (شدت نشر به طور قابل ملاحظه‌ای بزرگ‌تر از نشر زمینه باشد) و این استانداردها، ناحیه خطی منحنی کالیبراسیون را نشان می‌دهند. اغلب، تولیدکنندگان دستگاه‌ها راهنمای تهیه محدوده خطی را نیز ارائه می‌کنند.

**۲-۴-۱-۶** بعضی از استانداردهای آلی فلزی که به صورت تجاری در دسترس هستند از سولفونات‌های فلزی تهیه شده‌اند و بنابراین دارای گوگرد می‌باشند. برای تعیین گوگرد، استاندارد مجزای گوگرد مورد نیاز خواهد بود. استاندارد گوگرد را می‌توان با اختلاط NIST SRM 1622<sup>۱</sup> با وايتاویل تهیه نمود.

**۳-۴-۱-۶** از سولفونات‌های فلزی می‌توان به عنوان استاندارد گوگرد استفاده نمود به شرطی که مقدار گوگرد معلوم بوده یا با روش آزمون مناسبی نظری استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۹۱ تعیین شده باشد.

**۴-۴-۱-۶** از افزودنی‌های نفتی نیز می‌توان به عنوان استانداردهای آلی فلزی استفاده نمود به شرطی که اثر منفی بر روی دقت و درستی نداشته باشد.

**۵-۱-۶** حلال رقیق‌سازی<sup>۲</sup>، از مخلوط زایلن‌ها، ارتو-زایلن و نفت سفید<sup>۳</sup> نتایج دقیقی در مطالعات آزمایشگاهی حاصل شده است.

## ۲-۶ وسایل و دستگاه‌ها

**۱-۲-۶** طیفسنج نشر اتمی پلاسمای جفت‌شده القایی، طیفسنج یا مشابه آن که مجهز به تورچ<sup>۴</sup> کوارتر ICP و مولد R-F برای تشكیل و تقویت پلاسما باشد، مناسب است.

**۲-۲-۶** ترازوی آنالیتیکی، با قابلیت توزین g ۰,۰۰۰ ۱ یا g ۰,۰۰۰ ۱ با ظرفیت کافی برای توزین مواد

**۳-۲-۶** پمپ پریستالتیک (توصیه شده)، برای به دست آوردن یک جریان ثابت از محلول، استفاده از پمپ پریستالتیک به شدت توصیه می‌شود. سرعت پمپ کردن باید در محدوده ml/min ۰,۵ تا ۳ ml/min باشد. لوله‌های پمپ باید قادر به تحمل حداقل h ۶ فشار ناشی از خروج حلال رقیق سازی باشند. لوله‌های از جنس کوپلیمر فلوئور و الاستومر توصیه می‌شود.

1 - National Institute of Standards and Technology – Standard Reference Materials – No. 1622 (which contains 2% sulfur in residual fuel oil)

2 - Dilution solvent

3 - Kerosine

4 - Torch

۴-۲-۶ توزیع کننده حلال (اختیاری)، توزیع کننده حلال کالیبره شده، برای رساندن رقیق کننده<sup>۱</sup> به وزن مورد نیاز، مفید خواهد بود. مطمئن شوید که افزایش حلال، درستی را تحت تاثیر قرار ندهد.

۶-۲-۵ ظرف محلول آزمونه، ظروف یا بطری‌های شیشه‌ای یا پلی‌الفنی با اندازه مناسب و درپوش پیچی

۶-۲-۶ همزن چرخشی<sup>۲</sup> (اختیاری)، مخلوط نمونه و رقیق کننده را تا زمانی که نمونه کاملاً حل شود، هم بزنید.

۶-۲-۷ همگن کننده فراصوتی<sup>۳</sup> (اختیاری)، همگن کننده فراصوتی از نوع حمام<sup>۴</sup> یا پروب<sup>۵</sup> را می‌توان برای همگن کردن آزمونه به کار برد.

### ۶-۳ آماده سازی دستگاه‌ها

۶-۳-۱ دستگاه، تفاوت‌های طراحی بین دستگاه‌ها، منابع برانگیختگی ICP و طول موج‌های تجزیه‌ای انتخاب شده متفاوت برای تک‌تک طیف‌سنج‌ها، بحث در مورد جزئیات شرایط کار با دستگاه‌ها را امکان ناپذیر می‌سازد. در مورد استفاده از دستگاه‌ها با حلال‌های آلی به دستورالعمل‌های سازنده مراجعه کنید. دستگاه را برای استفاده از حل رقیق سازی انتخابی خاص آماده کنید.

۶-۳-۲ پمپ پریستالتیک، در صورت استفاده از پمپ پریستالتیک، قبل از شروع در هر روز، در صورت ضرورت، لوله‌های پمپ را بازرسی و تعویض کنید. نرخ دریافت محلول را بررسی نموده و آن را در سرعت مطلوب تنظیم نمایید.

۶-۳-۳ منبع برانگیختگی ICP، منبع پلاسمما را حداقل ۳۰ min قبل از اجرای آزمون روشن کنید و در طول مدت زمان گرم شدن، حلال رقیق کننده را مه‌پاش<sup>۶</sup> کنید. تورچ را در طول مدت زمان گرم شدن در مورد تشکیل کربن بررسی کنید و در صورت تشکیل کربن، سریعاً تورچ را تعویض نمایید و از دفترچه راهنمای دستگاه برای حل مشکل استفاده کنید.

یادآوری - کربن جمع شده بر روی لوله تزریق کننده تورچ را می‌توان با استفاده از گاز مه‌پاش حاوی تقریباً ۱٪ اکسیژن در آرگون برطرف نمود.

۶-۳-۴ معمولاً کربن تشکیل شده را می‌توان بسته به تجمع در لوله، با زیاد کردن سرعت جریان آرگون یا کم کردن تورچ یا هر دو به حداقل رساند.

یادآوری - بعضی از سازندگان، افزایش مدت زمان گرم کردن را برای به حداقل رساندن تغییرات در شب منحنی‌های کالیبراسیون توصیه می‌کنند.

1 - Diluent

2 - Vortexer

3 - Ultrasonic homogenizer

4 - Bath-type

5 - Probe-type

6 - Nebulize

**۴-۳-۶ محدوده طول موج<sup>۱</sup>**، محدوده طول موج هایی را که در اجرای عادی دستگاه مشخص شده است به کار برید.

**۵-۳-۶ پارامترهای عملیاتی**، پارامترهای عملیاتی مناسبی را در دستورالعمل کاری دستگاه قرار دهید تا بتوانید عناصر مورد نظر را تعیین نمایید. این پارامترها عبارتند از عنصر، طول موج، نقاط تصحیح زمینه<sup>۲</sup> (اختیاری)، عوامل تصحیح داخل عنصری (به بند ۱-۵ مراجعه کنید)، زمان جمع آوری<sup>۳</sup> و "تنظیم و تصحیح"<sup>۴</sup> استاندارد داخلی (الزامی). برای هر اندازه گیری، جمع آوری چندگانه (به طور نوعی سه گانه) الزامی است. زمان جمع آوری نوعی ۸-۱۰ است.

#### **۴-۶ استاندارد کردن داخلی (الزامی)**

**۱-۴-۶** در روش استاندارد داخلی، هر محلول آزمون (نمونه و استاندارد) دارای غلظت یکسان (یا یک غلظت معلوم) از یک عنصر استاندارد داخلی که در نمونه اصلی وجود ندارد، می باشد. استاندارد داخلی معمولاً با حلال رقیق کننده مخلوط می شود. تنظیم و تصحیح استاندارد داخلی به یکی از دو روش متفاوت زیر انجام می گیرد:

**۱-۱-۴-۶ منحنی های کالیبراسیون** بر اساس اندازه گیری شدت هر آنالیت تقسیم بر شدت اندازه گیری شده (که درجه بندی شده است) استاندارد داخلی هر واحد غلظت عنصر استاندارد داخلی است. غلظت های هر آنالیت در محلول آزمونه مستقیماً از این منحنی های کالیبراسیون خوانده می شوند.

**۲-۱-۴-۶** برای هر آنالیت و عنصر استاندارد داخلی، منحنی های کالیبراسیون بر اساس شدت های اندازه گیری شده (درجه بندی نشده) می باشند. غلظت های تصحیح نشده برای هر آنالیت در محلول آزمونه، از این منحنی های کالیبراسیون خوانده می شوند. غلظت های تصحیح شده آنالیت با ضرب کردن غلظت های تصحیح نشده با ضریبی برابر با غلظت استاندارد داخلی عملی تقسیم بر غلظت استاندارد داخلی تصحیح نشده که با آنالیز تعیین می شود، محاسبه می گردد.

**۲-۴-۶ ترکیب آلی فلزی** را که همان استاندارد داخلی است در حلال رقیق کننده حل نموده و به قیف جدا کننده منتقل کنید. پایداری این محلول باید نشان داده شود و زمانی که غلظت استاندارد داخلی به مقدار زیاد تغییر کند باید به صورت تازه (مثلث هفتگی) تهیه شود. غلظت عنصر استاندارد داخلی باید حداقل صد برابر حد تشخیص آن باشد. معمولاً غلظت بین ۱۰ mg/kg تا ۲۰ mg/kg است.

**یادآوری**- این روش آزمون تعیین می کند که استاندارد داخلی با حلال رقیق سازی شده، مخلوط شده است زیرا این روش به هنگام آماده سازی نمونه های زیاد، معمول و موثر است. با این حال، استاندارد داخلی به صورت جداگانه و در شرایطی که غلظت استاندارد داخلی ثابت یا به درستی معلوم است می تواند اضافه شود.

#### **۵-۶ آماده سازی آزمونه**

1 - Wavelength profiling

2 - Integration

3 - Compensation

۶-۵-۱ رقیق کننده، به حلال رقیق سازی حاوی استاندارد داخلی اطلاق می‌شود (به بند ۴-۶ مراجعه کنید).

۶-۵-۲ محلول‌های آزمونه به همان روش استانداردهای کالیبراسیون تهیه می‌شود. (به بند ۶-۶ مراجعه کنید). درصد وزنی روغن در رقیق کننده باید به همان اندازه استانداردهای کالیبراسیون و محلول‌های آزمونه باشد.

۶-۵-۳ آزمونه‌های روغن روان کننده، مقدار مناسبی از آزمونه را با تقریب g ۰,۰۰۱ وزن کنید. وزن آزمونه برداشته شده بسته به غلظت فلز در آزمونه تغییر خواهد کرد. با رقیق کننده به صورت وزنی رقیق کنید و خوب هم بزنید.

۶-۵-۴ مخلوط مواد افزودنی، غلظت عناصر مواد افزودنی در مخلوط مواد افزودنی، معمولاً ۱۰ برابر غلظت آن در روغن‌های روان کننده است. بنابر این مخلوط مواد افزودنی در ابتدا و قبل از افزودن رقیق کننده با روغن پایه مخلوط می‌شود.

۶-۵-۵-۱ مقدار مناسبی از مواد افزودنی را با تقریب g ۰,۰۰۱ وزن کنید. وزن آزمونه برداشته شده بسته به غلظت فلز در آزمونه تغییر خواهد کرد. ده برابر از همان مقدار را از روغن پایه با تقریب g ۰,۰۰۱ وزن و به آن اضافه کنید. مخلوط ایجاد شده را به طور وزنی با رقیق کننده رقیق کنید و خوب هم بزنید.

۶-۵-۳ تمامی وزن‌ها را یادداشت نموده و با تقسیم وزن نمونه بر مجموع اوزان رقیق کننده، نمونه و روغن پایه (در صورت وجود) ضریب رقیق سازی را محاسبه نمایید.

#### ۶-۶ آماده سازی استانداردهای کالیبراسیون و استانداردهای کنترل<sup>۱</sup>

۶-۶-۱ رقیق کننده، به حلال رقیق سازی حاوی استاندارد داخلی اطلاق می‌شود. (به بند ۶-۴ مراجعه کنید).

۶-۶-۲ کاربر این روش آزمون در انتخاب ضریب رقیق سازی، که همان مقادیر نسبی نمونه و حلال است مختار می‌باشد. در هر حال، درصد وزنی نمونه در رقیق کننده (برای استانداردهای کالیبراسیون و آزمونه‌ها) در طول آزمون باید ثابت و در محدوده یک درصد وزنی تا پنج درصد وزنی باشد.

۶-۶-۱ در این روش آزمون، تمامی مراجع مربوط به رقیق کردن و رقیق سازی به انتخاب کاربر واگذار شده است.

۶-۶-۳ محلول تهی<sup>۲</sup>، این محلول را با رقیق سازی روغن پایه و یا واپتاویل با رقیق کننده تهیه نمایید.

۶-۶-۴ استانداردهای کاری، حدود g ۱ تا g ۳ از هر استاندارد چند عنصری (به بند ۶-۱ مراجعه کنید) را با تقریب g ۰,۰۰۱ در ظروف مجزا وزن و با رقیق کننده به صورت وزنی رقیق نمایید.

1 - Check standards

2 - Blank

۶-۵ استاندارد کنترل، استانداردهای کنترل دستگاه را به همان روش استانداردهای کاری که غلظت عناصر آن نیز نظری غلظت عناصر محلول‌های آزمونه است تهیه کنید. توصیه می‌شود که استاندارد کنترل را از منابع مختلف استانداردهای آلی فلزی گواهی شده<sup>۱</sup> تهیه کنید.

## ۷ کالیبراسیون

۷-۱ گستره خطی تمامی منحنی‌های کالیبراسیون در مورد هر دستگاه، باید هنگام استفاده تعیین شود. این امر با استفاده از اندازه‌گیری استانداردهای میانی بین محلول تهی و استاندارد کاری و اندازه‌گیری استانداردهایی که غلظت آن‌ها بیشتر از استاندارد کاری است صورت می‌پذیرد. تجزیه محلول‌های آزمونه باید در این گستره خطی باشد.

۷-۲ در آغاز آزمون هر دسته از آزمونه‌ها، دو نقطه روی نمودار کالیبراسیون شامل استاندارد تهی و استاندارد کاری را اندازه‌گیری نمایید.

۷-۳ با استفاده از استاندارد کنترل، عناصر موجود در نمودارهای کالیبراسیون را بررسی کنید و در صورتی که نتایج به دست آمده در محدوده ۵٪ (نسبی) غلظت مورد انتظار باشند تجزیه نمونه‌ها را آغاز کنید و در غیر این صورت تنظیمات دستگاه را مجدداً کنترل کرده و کالیبراسیون را تکرار کنید.

۷-۴ منحنی‌های کالیبراسیون بسته به اجرای تنظیم و تصحیح استاندارد داخلی به انواع مختلفی رسم می‌شوند.

۷-۴-۱ زمانی که شدت نشر آنالیت نسبت به شدت نشر استاندارد داخلی اندازه‌گیری می‌شود منحنی کالیبراسیون، نموداری از  $I(Re)$  نسبت به غلظت آنالیت بوده و:

$$I(Re) = [I(e) - I(Be)] / I(is) \quad \text{معادله (1)}$$

که در آن:

$I(Re)$  نسبت شدت نشر برای آنالیت  $e$ ؛

$I(e)$  شدت نشر برای آنالیت  $e$ ؛

$I(Be)$  شدت نشر محلول تهی برای آنالیت  $e$ ؛

$I(is)$  شدت نشر عنصر استاندارد داخلی است.

۷-۴-۲ وقتی که تنظیم و تصحیح استاندارد داخلی با افزایش تمامی نتایج حاصل از آزمونه‌های خاص، با نسبت غلظت استاندارد داخلی واقعی، برای نشان دادن تنظیم و تصحیح استاندارد داخلی انجان می‌گیرد، منحنی کالیبراسیون در عمل نموداری از  $[I(e) - I(Be)] / I$  نسبت به غلظت آنالیت خواهد بود.

## ۸ آنالیز

۱-۸ محلول‌های آزمونه را به همان روش استانداردهای کالیبراسیون آنالیز نمایید [که در آن زمان جمع‌آوری، نقاط تصحیح زمینه (اختیاری)، شرایط پلاسما و غیره یکسان است]. حلال رقیق سازی را حداقل به مدت ۵۰ دقیقه بین آزمونه‌ها مهپاش نماید.

۲-۸ زمانی که غلظت هر یک از آنالیت‌ها بیشتر از گستره خطی کالیبراسیون باشد آزمونه دیگری را با اختلاط نمونه با روغن پایه قبل از افزودن رقیق کننده تهیه (به عنوان مثال به بند ۱-۲-۵-۶ مراجعه کنید) و سپس مجددا آنالیز نمایید.

۳-۸ استاندارد کنترل را بعد از هر ۵ محلول آزمونه آنالیز کنید. در صورتی که هر یک از نتایج در محدوده٪ ۵ غلظت مورد انتظار نباشد دستگاه را مجددا کالیبره و محلول‌های آزمونه را از استاندارد کنترل قابل قبول قبلی مجددا آنالیز کنید.

## ۹ تضمین کیفیت/کنترل کیفیت (الزامی)

۱-۹ با آنالیز یک نمونه کنترلی (QC) از کارآیی دستگاه و روش اجرای آزمون اطمینان حاصل کنید.

۱-۹ در صورتی که پروتکل‌های تضمین کیفیت/کنترل کیفیت (QC/QA) قبل از مدارک آزمون ثبت شده باشند، می‌توان در تایید اعتبار نتیجه آزمون به کار برد.

۲-۱-۹-۶ در صورتی که پروتکل QC/QA در مدارک آزمون ثبت نشده باشند، می‌توان از پیوست الف به عنوان سیستم QC/QA استفاده نمود.

۲-۹ به کاربران این روش آزمون توصیه می‌شود که در توافقنامه‌های قراردادی، از پیوست الف به عنوان یک نمونه مجاز استفاده کنند.

## ۱۰ محاسبه و گزارش

۱-۱۰ غلظت‌ها را با استفاده از معادله (۱) و بر اساس نمونه محاسبه کنید. معمولا نرم‌افزار ICP این محاسبه را به طور خودکار انجام می‌دهد.

$$C = S \times (W_1 + W_2 + W_3) / W_1 \quad (۱)$$

که در آن:

غلظت آنالیت در نمونه، بر حسب درصد وزنی؛  $C$

غلظت آنالیت در آزمونه، بر حسب درصد وزنی (به بند ۸ مراجعه کنید).  $S$

وزن نمونه، بر حسب گرم؛  $W_1$

وزن رقیق کننده، بر حسب گرم؛  $W_2$

وزن روغن پایه (در صورت وجود)، بر حسب گرم؛  $W_3$

۲-۱۰ برای هر آنالیت، درصد وزنی را تا سه رقم معنی دار گزارش کنید.

۱-۱۱ دقت این روش آزمون با استفاده از تجزیه و تحلیل آماری نتایج بین آزمایشگاهی مورد مطالعه قرار گرفته است. ۱۲ نمونه دو بار در شرایط یکسان توسط ۱۴ آزمایشگاه همکار آزمایش شده است. اغلب آزمایشگاهها آزمون‌ها را در سه رقت مختلف یک درصد وزنی، دو درصد وزنی و پنج درصد وزنی نمونه در حلال انجام داده‌اند. در این مطالعه، حلال‌های رقیق سازی محدود به مخلوط زایلن، ارتو-زایلن و نفت سفید می‌باشد. اغلب منابع مشترک استانداردهای آلی‌فلزی، سولفونات‌های فلزی هستند. اغلب آزمایشگاهها از یک پمپ پریستالتیک و تقریباً نیمی از آن‌ها از تصحیح زمینه استفاده نموده‌اند. مجموعه نمونه‌ها شامل هشت روغن که پنج تای آن‌ها روغن چند درجه‌ای و چهار تا مخلوط مواد افزودنی بودند.

۱-۱۱ در مطالعات مجزای بین آزمایشگاهی، مولیبدن با آنالیز ۱۰ نمونه روغن و هشت نمونه ماده افزودنی توسط ۱۱ آزمایشگاه شرکت کننده اندازه‌گیری شد. تمامی آزمایشگاهها از یک استاندارد داخلی و یک پمپ پریستالتیک استفاده کردند.

۲-۱-۱۱ تکرار پذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایش‌گر با همان وسایل و تحت شرایط یکسان به دست آمده باشند، در آزمون‌های مکرر و کاربرد صحیح این روش، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد آزمون می‌تواند از مقادیر ذکر شده در جدول ۳ بیشتر باشد.

۳-۱-۱۱ تجدید پذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون جداگانه و مستقل که توسط دو آزمایش‌گر متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف روی نمونه‌های یکسان به دست آمده باشد. در آزمون‌های مکرر و کاربرد صحیح این روش فقط در یک مورد از ۲۰ مورد آزمون می‌تواند از مقادیر ذکر شده در جدول ۴ بیشتر باشد.

### جدول ۳ - تکرارپذیری

تکرارپذیری، درصد وزنی	نمونه	محدوده، درصد وزنی	عنصر
۰/۰۱۱	روغن	۰/۱۳	Ba
۰/۲۰	ماده افزودنی	۳/۴	Ba
۰/۰۰۱۷	روغن	۰/۰۱ - ۰/۰۲	B
۰/۰۰۹۳	ماده افزودنی	۰/۱۱ - ۰/۱۳	B
۰/۰ ۱۴۵ (x + ۰/۱۵۲) <sup>۰/۸۷</sup>	روغن	۰/۰۱۲ - ۰/۰۱۸	Ca
۰/۰۳۶۳ x	ماده افزودنی	۰/۸ - ۴/۱	Ca
۰/۰۰۰۸	روغن	۰/۰۱ - ۰/۰۲	Cu
۰/۰۰۵۴	ماده افزودنی	۰/۱۱	Cu
۰/۰ ۱۵۹ x <sup>۰/۷</sup>	روغن	۰/۰۵ - ۰/۱۴	Mg
۰/۰۴۷۳ x	ماده افزودنی	۰/۳۵ - ۰/۸۲	Mg
۰/۰۰۲۱۷۵ x <sup>۰/۴۸۶۳</sup>	روغن	۰/۰۰۵ - ۰/۰۵	Mo
۰/۰۱۱۱۴ x <sup>۰/۸۶۴۵</sup>	ماده افزودنی	۰/۰۴۳ - ۰/۰۵۰	Mo
۰/۰ ۲۶۴ x	روغن	۰/۰۵ - ۰/۰۱۲	P
۰/۰۳۱۳ (x + ۰/۰۲۹۴)	ماده افزودنی	۰/۷ - ۱/۳	P
۰/۰۱۶	روغن	۰/۳ - ۰/۸	S
۰/۱۴	ماده افزودنی	۳/۰ - ۳/۲	S
۰/۰ ۲۱۲ (x + ۰/۰۰۴۱)	روغن	۰/۰۵ - ۰/۰۱۳	Zn
۰/۰۳۵	ماده افزودنی	۰/۷ - ۱/۴	Zn

یادآوری - x = غلظت میانگین (درصد وزنی)

#### جدول ۴ - تجدیدپذیری

تکرار پذیری، درصد وزنی	نمونه	محدوده، درصد وزنی	عنصر
۰,۰۱۹	روغن	۰,۱۳	Ba
۰,۶۶	ماده افزودنی	۳,۴	Ba
۰,۰۰۳۵	روغن	۰,۰۱ - ۰,۰۲	B
۰,۰۱۶	ماده افزودنی	۰,۱۱ - ۰,۱۳	B
۰,۰۲۰۸ (x + ۰,۱۵۲) <sup>۰,۹۷</sup>	روغن	۰,۰۱۲ - ۰,۰۱۸	Ca
۰,۱۱۴ x	ماده افزودنی	۰,۸ - ۴,۱	Ca
۰,۰۰۱۷	روغن	۰,۰۱ - ۰,۰۲	Cu
۰,۰۱۶	ماده افزودنی	۰,۱۱	Cu
۰,۰۶۲۴ x <sup>۰,۷</sup>	روغن	۰,۰۵ - ۰,۱۴	Mg
۰,۱۹۸ x	ماده افزودنی	۰,۳۵ - ۰,۸۲	Mg
۰,۰۰۵۷۰۴ x <sup>۰,۴۸۶۳</sup>	روغن	۰,۰۰۵ - ۰,۰۵	Mo
۰,۰۵۰۰۶ x <sup>۰,۱۸۶۴۵</sup>	ماده افزودنی	۰,۰۴۳ - ۰,۵۰	Mo
۰,۱۰۱ x	روغن	۰,۰۵ - ۰,۱۲	P
۰,۱۱۵ (x + ۰,۲۹۴)	ماده افزودنی	۰,۷ - ۱,۳	P
۰,۰۶۱	روغن	۰,۳ - ۰,۸	S
۰,۳۷۲	ماده افزودنی	۳,۰ - ۳,۲	S
۰,۰۶۹۴ (x + ۰,۰۰۴۱)	روغن	۰,۰۵ - ۰,۱۳	Zn
۰,۱۱۵	ماده افزودنی	۰,۷ - ۱,۴	Zn
<b>بادآوری - x = غلظت میانگین (درصد وزنی)</b>			

**جدول ۵ - دقت محاسبه شده، درصد وزنی، در غلظت‌های انتخابی، درصد وزنی**

عنصر	نمونه	محدوده، درصد وزنی	دقت	درصد وزنی	درصد وزنی				
<b>B</b>	روغن	۰/۰۱ - ۰/۰۲	تکرارپذیری تجددپذیری	۰/۰۰۱۷ ۰/۰۰۳۵					
	ماده افزودنی	۰/۱۱ - ۰/۱۳	تکرارپذیری تجددپذیری						
<b>Ca</b>	روغن	۰/۰۱۲ - ۰/۰۱۸	تکرارپذیری تجددپذیری	۰/۰۰۴۳ ۰/۰۰۶۱	۰/۰۰۵۰ ۰/۰۰۷۱	۰/۰۰۵۸ ۰/۰۰۸۳			
	ماده افزودنی	۰/۰۸ - ۰/۰۱	تکرارپذیری تجددپذیری				۰/۰۰۱۷ ۰/۰۰۳۵		
<b>Cu</b>	روغن	۰/۰۱ - ۰/۰۲	تکرارپذیری تجددپذیری	۰/۰۰۰۸ ۰/۰۰۱۷					
<b>Mg</b>	روغن	۰/۰۵ - ۰/۰۱۴	تکرارپذیری تجددپذیری		۰/۰۰۲۰ ۰/۰۰۷۶	۰/۰۰۳۲ ۰/۰۱۲۴			
	ماده افزودنی	۰/۰۳۵ - ۰/۰۸۲	تکرارپذیری تجددپذیری			۰/۰۹۹	۰/۰۲۴		
<b>Mo</b>	روغن	۰/۰۰۵ - ۰/۰۵	تکرارپذیری تجددپذیری	۰/۰۰۰۲ ۰/۰۰۰۶	۰/۰۰۰۵ ۰/۰۰۱۳				
	ماده افزودنی	۰/۰۰۴۳ - ۰/۰۵۰	تکرارپذیری تجددپذیری			۰/۰۰۰۸ ۰/۰۰۳۸	۰/۰۰۶۱ ۰/۰۰۶۸	۰/۰۰۹۶ ۰/۰۰۶۸	
<b>P</b>	روغن	۰/۰۵ - ۰/۰۱۲	تکرارپذیری تجددپذیری		۰/۰۰۱۳ ۰/۰۰۵۱	۰/۰۰۲۶ ۰/۰۱۰۱			
	ماده افزودنی	۰/۰۷ - ۰/۰۱۳	تکرارپذیری تجددپذیری				۰/۰۱۴۹	۰/۰۴۱	
<b>S</b>	روغن	۰/۰۳ - ۰/۰۸	تکرارپذیری تجددپذیری			۰/۰۱۶ ۰/۰۶۱			
<b>Zn</b>	روغن	۰/۰۵ - ۰/۰۱۳	تکرارپذیری تجددپذیری		۰/۰۰۱۱ ۰/۰۰۳۷	۰/۰۰۲۲ ۰/۰۰۷۲			
	ماده افزودنی	۰/۰۷ - ۰/۰۱۴	تکرارپذیری تجددپذیری				۰/۰۱۱۵	۰/۰۳۵	

## پیوست الف

### (اطلاعاتی)

#### بیان کنترل کیفیت کلی برای روش‌های آزمون D02

الف-۱ کارآیی دستگاه یا روش اجرای آزمون را با آنالیز کنترل کیفیت (QC) نمونه‌ای که نمایش دهنده یک نوع نمونه آنالیز شده است، تایید نمایید.

الف-۲ قبل از نمایش فرآیند اندازه‌گیری، کاربر نیاز به تعیین مقدار میانگین و محدوده‌های کنترلی نمونه QC را دارد.

الف-۳ نتایج QC را ثبت نموده و با نمودارهای کنترلی یا دیگر تکنیک‌های معادل آماری، برای تعیین نمودن حالت‌های کنترل آماری کل فرآیند آزمون، آنالیز نمایید.

الف-۴ در غیاب ملزمات صریح اشاره شده در روش آزمون، تناوب آزمون QC به بحرانی بودن کیفیت آزمون شده، ثبات روش آزمون و ملزمات مورد نیاز، بستگی دارد. به طور کلی، یک آزمون QC باید در هر آزمون با نمونه‌های عادی روزمره آنالیز شود. در صورتی که تعداد زیادی از نمونه‌ها به طور روزمره آنالیز می‌شوند، تناوب QC باید افزایش یابد. در هر حال، اگر تحت کنترل آماری بودن آزمون به اثبات برسد، ممکن است تناوب آزمون QC کاهش یابد.

الف-۵ توصیه می‌شود در صورت امکان نوع نمونه QC که به طور منظم آزمون می‌شود، نماینده‌ای از نمونه‌هایی باشد که به طور روزمره آنالیز می‌گردد. باید از مواد نمونه QC به مقدار کافی برای استفاده تناوبی در دسترس بوده و نیز همگن و تحت شرایط نگهداری پیش‌بینی شده پایدار باشد.

الف-۶ برای راهنمایی بیشتر در خصوص QC و تکنیک‌های نموداری کنترل به منابع مربوطه<sup>۱</sup> مراجعه نمایید.

۱- به استاندارد ASTM D 6299 مراجعه کنید.

## پیوست ب

### (اطلاعاتی)

#### راهنمای آنالیز کننده

- ب-۱ کنترل دمایی ICP را تحت نظر گرفته و از شرایط محیطی پایدار مطمئن شوید. این بحث شامل کنترل دمایی اتاقک مهپاش نیز می‌شود.
- ب-۲ فرآیندهای اختلاط و نمونه‌برداری را به طور کامل انجام دهید. برای این کار همگن کننده‌های فراصوتی و مخلوط‌کن‌های چرخان توصیه می‌شود.
- ب-۳ از طول موج‌های آنالیتیکی و تصحیح زمینه تعیین شده در روش آزمون استفاده نمایید. در صورت امکان برای انتخاب طول موج‌های آنالیتیکی، خطوط حساس را مشخص نمایید. مطمئن شوید که طول موج انتخاب شده تداخل‌های طیفی نداشته باشد.
- ب-۴ در صورتی که تداخل‌های طیفی اجتناب ناپذیر باشند، ضرایب دقیق تصحیح تداخل را تعیین و به کار گیرید.
- ب-۵ در صورتی که قرار است مقدار سولفور اندازه‌گیری شود، دقت نمایید که اغلب نمونه‌های استاندارد تجاری موجود، دارای مقادیر تعیین نشده‌ای از سولفور هستند. نمونه‌های استاندارد مجزای سولفور می‌تواند مفید باشد.
- ب-۶ به هنگام تهیه استانداردهای چند عنصری از قابل حل بودن متقابل واکنشگرهای مختلف مطمئن شوید.
- ب-۷ قبل از استفاده، دقت غلظت‌های عنصری نمونه‌های استاندارد تجاری تهیه شده را کنترل نمایید. با منابع متناوب مقایسه و یا با روش‌های مستقل آنالیز نمایید.
- ب-۸ مطمئن شوید تمامی شیشه آلات و ظروف مشابه که در تماس با نمونه‌ها و استانداردها هستند، آلوده نباشد.
- ب-۹ حلال‌ها و واکنشگرهایی را انتخاب نمایید که مقادیر زیادی از آنالیت‌ها را نداشته باشند. روش<sup>۱</sup> طول موج می‌تواند واکنشگرهای آلوده شده را مشخص نماید.
- ب-۱۰ تناوب آماده‌سازی استانداردها را با تجربه تعیین نمایید. سپس در صورت نیاز به طور تازه تهیه نمایید.

- ب-۱۱ در صورت نیاز و به طور متناوب، خطی بودن منحنی‌های کالیبراسیون را تعیین نمایید. آنالیزهای کمی را فقط با منحنی‌های خطی انجام دهید.
- ب-۱۲ تورچ را بازرسی نمایید تا ترک نداشته باشد. تورچ‌های صدمه دیده را از رده خارج کنید.
- ب-۱۳ از تورچ‌های تمیزی که تجمع کربن نداشته باشند استفاده کنید.
- ب-۱۴ پس از اشتعال اولیه پلاسمما، اجازه دهید تا دستگاه حداقل  $30 \text{ min}$  گرم شود.
- ب-۱۵ لوله پمپ پریستالتیک را به طور روزانه بازرسی نموده و لوله‌های خراب را تعویض نمایید.
- ب-۱۶ محلول تهی واکنشگرها را تهیه و آنالیز نمایید. در صورتی که مقادیر به دست آمده برای محلول‌های تهی زیاد باشد، تصحیح زمینه را برای محلول تهی به کار برد و یا واکنشگرهای متناوبی که مقادیر کمی برای محلول تهی نشان می‌دهند انتخاب نمایید.
- ب-۱۷ برای به حداقل رساندن اثر حافظه، زمان کافی برای شستشو با حلال (حداقل  $60^\circ$ ) بین اندازه‌گیری‌ها بدهید.
- ب-۱۸ نتایج را با استفاده از تعدادی از ارقام با معنی تعیین شده در روش آزمون، گزارش نمایید.
- ب-۱۹ روغن‌های استاندارد و نمونه را با ضرایب یکسانی رقیق کنید. این ضرایب باید در گستره تعیین شده توسط روش آزمون باشد.
- ب-۲۰ استاندارد کردن داخلی را طبق روش آزمون اجرا نمایید.
- ب-۲۱ اگر کربن تشکیل شده در تورچ مشکل‌زا باشد، شرایط آزمایش را طوری تنظیم کنید تا مشکل برطرف شود. چنین تنظیمی می‌تواند شامل:
- کاهش سرعت مکش نمونه؛
  - افزایش سرعت جریان گاز آرگون واسطه؛
  - استفاده از اتاقک مه‌پاش خنک شده دارای محافظ؛ و
  - پایین بردن تورچ، متناسب با لوله ذخیره RF باشد.