



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۷۵۹

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

17759

1st.Edition

2013

فراورده های نفتی و روان کننده ها - تعیین
دستگاهی کربن، هیدروژن و نیتروژن - روش
آزمون

**Petroleum products and lubricants-
Instrumental determination of carbon,
hydrogen and nitrogen-Test methods**

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 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 فرآورده های و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای فرآورده های تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای فرآورده های 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

« تعیین دستگاهی کربن، هیدروژن و نیتروژن در فراورده های نفتی و روان کننده ها-روش آزمون »

رئیس:

آریا نسب، فزه

(دکتری شیمی آلی)

سمت و/یا نمایندگی

عضو هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

بنازاده، علیرضا

(دکتری شیمی تجزیه)

عضو هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امینیان، وحید

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

معاون پژوهشکده شیمی و پتروشیمی

پژوهشگاه استاندارد

اوسطی، سمیرا

(دکتری شیمی معدنی)

عضو هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

حافظ الفرقان، مجید

(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت نفت سپاهان

خزلی، امیر

(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت نفت بهران

ذاکری، علیرضا

(کارشناسی شیمی)

شرکت نفت بهران

سلیمی، حمید

(دکتری شیمی آلی)

عضو هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

شرکت نفت ایرانول

صدقی، محمد
(کارشناسی شیمی)

دانشگاه آزاد قزوین

عزیزی، سلامه
(دکتری شیمی تجزیه)

عضو هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

قلی پور زنجانی، نوشین
(دکترای مهندسی شیمی)

شرکت نفت کاسترول

کرم دوست، ساناز
(کارشناسی ارشد شیمی)

عضو هیات علمی دانشگاه الزهرا

مرادلو، عمران
(دکتری شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	هدف و دامنه کاربرد
۲	مراجع الزامی
۲	خلاصه روش های آزمون
۴	تجهیزات
۶	واکنشگرها
۹	نمونه برداری و نمونه های آزمون
۹	آماده سازی تجهیزات
۱۲	روش آزمون
۱۷	محاسبات
۱۷	گزارش
۱۷	کنترل کیفیت
۱۸	دقت و اریبی
۱۹	پیوست الف (اطلاعاتی) پایش کنترل کیفیت

پیش گفتار

استاندارد " تعیین دستگاهی کربن، هیدروژن و نیتروژن در فراورده های نفتی و روان کننده ها-روش آزمون " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در سیزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده های نفتی مورخ ۹۲/۱۰/۲۵ مورد تصویب قرار گرفته است ، 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 می شود .

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 تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد .

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

ASTM D5291: 2010, Standard test methods for instrumental determination of carbon, hydrogen, and nitrogen in petroleum products and lubricants

تعیین دستگاهی کربن، هیدروژن و نیتروژن در فراورده های نفتی و روان کننده ها- روش آزمون

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

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد ارائه روشهایی جهت تعیین دستگاهی کربن، هیدروژن و نیتروژن در نمونه های آزمایشگاهی فرآورده های نفتی و روان کننده ها می باشد. مقادیر به دست آمده نشان دهنده کل کربن، هیدروژن، و نیتروژن است.

۱-۲ سنجش کربن ، هیدروژن و بخصوص نیتروژن اهمیت زیادی در تعیین ماهیت فرآورده های نفتی و روان کننده ها دارد. نتایج این آزمون می تواند جهت تعیین کارایی فرایند تولید فرآورده های پتروشیمیایی مورد استفاده قرار بگیرد.

۱-۳ غلظت نیتروژن بیانگر غلظت افزودنیهای حاوی نیتروژن است و اطلاع از میزان این افزودنیها می تواند معیاری از کارایی محصول باشد. همچنین اطلاع از میزان هیدروژن در نمونه ها می تواند به عنوان معیاری از کارایی فرآورده ها، باشد و نسبت هیدروژن به کربن نیز، معیاری از کارایی فرایند تولید می باشد.

۱-۴ این روش های آزمون، جهت سنجش کربن، نیتروژن و هیدروژن در نمونه هایی از قبیل، نفت خام، نفت کوره، افزودنی ها و پسماندها به کار برده می شوند. نمونه هایی حاوی حداقل ۷۵ تا ۸۷ درصد وزنی از کربن، ۹ تا ۱۶ درصد وزنی از هیدروژن و کمتر از ۰/۱ تا ۲ درصد وزنی از نیتروژن مورد آزمون قرار گرفت.

۱-۵ روش آزمون ارائه شده جهت تعیین نیتروژن برای مواد سبک و یا موادی با درصد وزنی نیتروژن کمتر از ۰/۷۵، از قبیل، نفت گاز، سوخت جت، نفتا، سوخت دیزل و یا حلال های شیمیایی کاربرد ندارد.

۱-۵-۱ با این وجود، با استفاده از روش آزمون ۴ (بند ۳-۴-۴)، روان کننده هایی با ۰/۱ درصد جرمی نیتروژن را می توان مورد آزمون قرار داد.

۱-۶ این روش های آزمون، جهت سنجش نمونه هایی فرار از قبیل، بنزین، مخلوط بنزین با ترکیبات اکسیژنه و سوخت های توربین هواپیما، توصیه نمی گردد.

۱-۷ نتایج آزمون ها می تواند بصورت درصد وزنی کربن، نیتروژن و هیدروژن بیان شوند.

یادآوری- مقادیر بیان شده بر حسب واحد های SI به عنوان استاندارد در نظر گرفته می شوند. سایر واحد های اندازه گیری در این استاندارد مورد استفاده قرار نگرفته اند.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹: سال ۱۳۷۷، روشهای نمونه برداری دستی از مواد و فرآورده های نفتی.

2-2 ASTM D4177, Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products

2-3 ASTM D6299, Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance.

۳ خلاصه روش های آزمون

۱-۳ در این روش های آزمون کربن، هیدروژن و نیتروژن بصورت همزمان و توسط یک روش دستگاهی تعیین می گردند. در برخی از سیستم ها، روش آزمون شامل اندازه گیری وزن مشخصی از نمونه و قرار دادن آن در قسمت مربوطه و شروع آنالیز بصورت اتوماتیک می باشد. در سایر دستگاه ها، ممکن است برخی از پارامترها بصورت دستی کنترل شوند.

۲-۳ ممکن است روش های آزمون از یک دستگاه به دستگاهی دیگر، تا حد قابل ملاحظه ای متغیر باشد. با این وجود، در تمامی این روش ها موارد زیر دنبال می شوند:

۱-۲-۳ تبدیل کامل نمونه به ترتیب به دی اکسید کربن، بخار آب و نیتروژن عنصری؛ و

۲-۲-۳ تعیین کمی این گازها در جریان های گازی.

۳-۳ در اثر سوختن نمونه در یک اتمسفر اکسیژن خالص و تحت تاثیر دمای بالا، تبدیل نمونه به گازهای مربوطه انجام می گیرد. انواع مختلفی از گازها تشکیل می شود که عبارتند از:

۳-۳-۱ دی اکسید کربن حاصل از اکسیداسیون کربن آلی و عنصری؛

۳-۳-۲ هالیدهای هیدروژن حاصل از هالیدهای آلی (بهره هیدروژن آلی که مورد نیاز است)؛

۳-۳-۳ بخارات آب حاصل از اکسیداسیون باقیمانده هیدروژن آلی و خروج رطوبت؛

۳-۳-۴ نیتروژن و اکسیدهای نیتروژن حاصل از اکسیداسیون نیتروژن آلی؛

۳-۳-۵ اکسید های گوگرد حاصل از اکسیداسیون گوگرد آلی. ممکن است در برخی از موارد، در اثر ترکیب اکسید های گوگرد و بخارات آب، اسیدهای سولفوریک و سولفورو نیز تشکیل گردند.

۳-۴ چند روش قابل قبول، جهت جداسازی فرآورده های گازی مورد نظر و تعیین آنها وجود دارد. در زیر به این روش ها اشاره می شود:

۳-۴-۱ روش آزمون ۱: در جریان گازی حاصل از احتراق، اکسید های گوگرد با عبور از منطقه ثانویه احتراق که حاوی اکسید کلسیم می باشد، حذف می شوند. با عبور جریان گازهای باقیمانده از روی رشته های مسی، به همراه گاز هلیوم به عنوان گاز حامل، اکسیژن حذف و اکسید های نیتروژن به نیتروژن عنصری تبدیل می شوند. با عبور جریان گازی از روی سود، دی اکسید کربن حذف می شود و جهت حذف آب از پرکلرات منیزیم استفاده می شود. باقیمانده نیتروژن عنصری، توسط سلول هدایت حرارتی تعیین می شود. به صورت همزمان، اما جداگانه، کربن و هیدروژن در سلول های مادون قرمز انتخاب پذیر، اندازه گیری می شوند.

۳-۴-۲ روش آزمون ۲: در جریان گازی حاصل از احتراق که اکسید های گوگرد و اکسیژن مازاد آن مشابه با روش آزمون ۱ حذف شده اند، باقیمانده دی اکسید کربن، بخارات آب و نیتروژن به داخل محفظه اختلاط هدایت شده و در حجم، دما و فشار مشخص مخلوط می شوند. پس از همگن شدن، جریان گازی از روی ستونی گرم شده عبور می کند و با توجه به زمان بازداری، گازها از یکدیگر، جداسازی می شوند. جداسازی بصورت مرحله ای برای نیتروژن، دی اکسید کربن و آب انجام می گیرد.

۳-۴-۳ روش آزمون ۳: جریان گازی حاصل از احتراق، پس از اکسیداسیون کامل اجزای گازی، جهت حذف اکسیژن مازاد و تبدیل اکسید های نیتروژن به نیتروژن عنصری، از روی رشته های مسی گرم شده، عبور می کند. سپس با عبور از روی ستون کروماتوگرافی و جداسازی اجزای گازی (نیتروژن، دی اکسید کربن و بخار آب)، درصد هر یک از اجزاء توسط آشکارساز هدایت گرمایی محاسبه می شود.

۳-۴-۴ روش آزمون ۴: نمونه های آلی در ظروفی سبک از فلز قابل اکسایش بسته بندی شده و برای مدت زمانی مشخص در یک راکتور عمودی از جنس کوارتز، اینکونل و یا فولاد زنگ نزن تا دمای 1050°C ، تحت اتمسفر گاز هلیوم، گرم می شوند. زمانی که نمونه تزریق می شود، جریان گاز هلیوم بطور موقت با اکسیژن خالص غنی می شود. پس از احتراق اولیه که همراه با اکسیداسیون ظرف نمونه اتفاق می افتد، احتراق کاملتر با عبور گازها از روی تری اکسید کروم و اکسید مس به وقوع می پیوندد. جهت حذف اکسیژن مازاد، مخلوط گازی حاصل از احتراق در دمای 640°C از روی مس عبور می کند (840°C در راکتور فولاد) و سپس بدون توقف، جریان گازی وارد یک ستون کروماتوگرافی با دمای 120°C می شود (50°C برای فلش واحدهای EA 1112). در این ستون (حاوی کربن فعال جهت فلش^۱ واحد های EA 1112 برای تعیین نیتروژن) اجزای گازی با توالی نیتروژن، دی اکسید کربن و آب از یکدیگر جدا و توسط آشکارساز هدایت گرمایی غلظت آنها تعیین می شود. بوسیله نرم افزار های مربوطه درصد هر یک از عناصر محاسبه می شود. دستگاه بوسیله ترکیبات آلی خالص کالیبره می شود. فاکتور K و یا ضریب همبستگی خطی می تواند جهت کالیبراسیون دستگاه استفاده شوند. زمان مورد نیاز برای سنجش یک نمونه، در حدود ۴ min، و کل زمان سپری شده ۸ min می باشد.

۳-۵ در تمامی موارد، غلظت کربن، هیدروژن و نیتروژن بصورت تابعی از پارامتر های زیر تعیین می شود:

۳-۵-۱ پاسخ های دستگاهی اندازه گیری شده؛

۳-۵-۲ مقادیر پاسخ بر حسب واحد جرم برای هر یک از عناصر؛ و

۳-۵-۳ جرم نمونه.

۳-۶ تجهیزات دستگاهی مورد استفاده در این آزمون ها می تواند در انجام محاسبات مربوطه بصورت اتوماتیک، مورد استفاده قرار بگیرد.

۴ تجهیزات

۴-۱ از آنجایی که سیستم های متنوعی با طراحی های مختلف، می توانند در این آزمون مورد استفاده قرار بگیرند، در این استاندارد، مشخصات خاصی برای طراحی سیستم مورد استفاده تعیین نمی گردد. با این وجود، سیستم های مورد استفاده باید دارای خصوصیات زیر باشند:

۴-۱-۱ شرایط احتراق نمونه باید بگونه ای باشد که (برای طیف گسترده ای از نمونه های مورد آزمون) اجزای آن کاملاً به دی اکسید کربن، بخار آب (بجز، هیدروژن موجود در هالیدهای فرار و اکسید های گوگرد)، نیتروژن

^۱ Flash

و اکسید های نیتروژن تبدیل گردند. بطور کلی ، پارامتر های دستگاهی که بر روی احتراق نمونه موثر هستند عبارتند از دما، اکسید کننده و زمان.

۴-۱-۲ بخش های نماینده از گاز های حاصل از احتراق باید بصورت زیر مورد عمل قرار بگیرند:

۴-۱-۲-۱ رها سازی هیدروژن موجود در هالید های هیدروژن و اکسید های گوگرد، بصورت بخار آب؛ و

۴-۱-۲-۲ کاهش نیتروژن موجود در اکسید های نیتروژن بصورت عنصری.

۴-۱-۳ بخار آب و نیتروژن تشکیل شده، باید حاصل از موادی باشند که در نمونه های نماینده گازی موجود بوده اند.

۴-۱-۴ وابسته به سیستم مورد استفاده جهت تشخیص، ممکن است آماده سازی بیشتری بر روی نمونه ها انجام پذیرد (یادآوری را ببینید).

یادآوری- آماده سازی های بیشتر، ممکن است بوسیله اجزای دستگاهی مورد استفاده جهت تامین الزامات بند ۴-۱-۳ فراهم شوند.

۴-۱-۵ سیستم تشخیص باید توانایی اندازه گیری هر یک از گازها را بصورت مستقل و بدون مزاحمت داشته باشد. بعلاوه برای هر یک از گونه ها؛

۴-۱-۵-۱ آشکارساز باید دارای پاسخ خطی نسبت به غلظت گونه های مورد نظر، در ناحیه وسیع غلظتی، باشد. همچنین، توانایی برآورد صحیح غلظت در نواحی غیر خطی را نیز داشته باشد، که این عمل می تواند بوسیله نرم افزار های مربوطه انجام پذیرد.

۴-۱-۶ در نهایت، سیستم هایی که مستقیماً، توانایی ثبت غلظت را به عنوان داده خروجی ندارند، باید قابلیت ثبت پاسخی متناسب با پاسخ آشکارساز را داشته باشند.

۴-۲ علاوه بر این، تجهیزات مصرفی برای انجام آزمون عبارتند از:

۴-۲-۱ کپسول های بزرگ و کوچک از جنس قلع؛

۴-۲-۲ بوته های سرامیکی؛

۴-۲-۳ کپسول های مسی؛

۴-۲-۴ در پوش های قلعی؛

۴-۲-۵ در پوش های مسی؛

۴-۲-۶ کپسول های آلومینیومی؛

۴-۲-۷ لوله های احتراق؛

۴-۲-۸ لوله های جذب؛

۴-۲-۹ کپسول های نیکلی؛

۴-۲-۱۰ لوله های کاهش؛ و

۴-۲-۱۱ قایقک های قلعی.

۴-۳ ترازوی آزمایشگاهی با دقت 0.00001 g.

۴-۴ سرنگ یا پیپت برای انتقال نمونه ها به کپسولها.

۵ واکنشگرها

۵-۱ خلوص واکنشگرها- مواد مورد استفاده باید دارای خلوص واکنشگر باشند. سایر درجات نیز ممکن است مورد استفاده قرار بگیرند، البته باید توجه داشت که استفاده از موادی با این درجات سبب کاهش در صحت نتایج نگردد.

۵-۲ استاندارد های کالیبراسیون- ترکیبات آلی خالصی که بطور معمول، بیشتر جهت کالیبره نمودن دستگاه مورد استفاده قرار می گیرند در جدول ۱ آورده شده اند. سایر ترکیبات خالص نیز ممکن است مورد استفاده قرار بگیرند.

۵-۳ گازهای حامل و احتراق عبارتند از:

۵-۳-۱ اکسیژن با درصد خلوص بالا (% ۹۹/۹۹۸)؛

۵-۳-۲ هلیوم با درصد خلوص بالا (% ۹۹/۹۹۵)؛

۵-۳-۳ هوای فشرده، نیتروژن و یا آرگون، جهت عملکرد شیرهای بادی (در صورت نیاز)؛ و

۵-۳-۴ دی اکسید کربن.

جدول ۱- استانداردهای کالیبراسیون برای سنجش دستگاهی CHN

درصد نیتروژن	درصد هیدروژن %	درصد گرین %	فرمول مولکولی	ترکیب
۱۰/۳۶	۶/۷۱	۷۱/۰۹	C ₈ H ₉ NO	استانیلید
۴/۸۴	۸/۰۱	۷۰/۵۶	C ₁₇ H ₂₃ NO ₃	آتروپین
-	۴/۹۵	۶۸/۸۴	C ₇ H ₆ O ₂	بنزوئیک اسید
۲۰/۱۴	۵/۰۷	۵۱/۷۹	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄	سیکلو هگزانون ۲،۴- دی نیترو فنیل هیدرازون
۱۱/۶۶	۵/۰۳	۲۹/۹۹	C ₆ H ₁₂ N ₂ O ₄ S ₂	سیستین
-	۶/۵۴	۹۳/۴۶	C ₁₂ H ₁₀	دی فنیل
۹/۵۹	۵/۵۲	۴۱/۱	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈	EDTA
۴۱/۱۵	۵/۹۲	۵۲/۹۲	C ₃ H ₄ N ₂	ایمیدازول
۱۱/۳۸	۴/۰۹	۵۸/۵۳	C ₆ H ₅ NO ₂	اسید نیکوتینیک
-	۱۲/۷۶	۷۵/۹۹	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	اسید استئاریک
۲۴/۱۳	۶/۹۴	۴۱/۳۷	C ₄ H ₈ N ₂ O ₂	سوکسینامید
-	۶/۴۸	۴۲/۱	C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	ساکروز
۱۶/۲۷	۶/۶۸	۴۱/۸۴	C ₆ H ₈ N ₂ O ₂ S	سولفانیلامید
۹/۳۹	۱۰/۱۳	۴۸/۳	C ₆ H ₁₅ HNO ₃	تری اتانول آمین

۴-۵ سایر واکنشگرها: شامل واکنشگرهای مورد استفاده جهت انجام آزمون می باشند. این مواد ممکن است وابسته به نوع دستگاه مورد استفاده متغیر و باید شامل موارد پیشنهاد شده از طرف سازنده دستگاه باشد. بطور خاص، این مواد در موارد زیر بکار می روند.

۵-۴-۱ روش آزمون ۱:

۵-۴-۱-۱ سیلیکای پوشش داده شده با هیدروکسید سدیم؛

۵-۴-۱-۲ پشم کوارتز؛

۵-۴-۱-۳ پرکلرات منیزیم؛

۵-۴-۱-۴ براده های مس؛

۵-۴-۱-۵ اکسید کلسیم پوشش داده شده (واکنشگر کوره)؛

۵-۴-۱-۶ کاتالیزور نیتروژن؛ و

۵-۴-۱-۷ اکسید منیزیم برای مایعات.

۵-۴-۲ روش آزمون ۲؛

۵-۴-۲-۱ واکنشگر EA 1000؛

۵-۴-۲-۲ تنگستات نقره بر روی اکسید منیزیم؛

۵-۴-۲-۳ وانادات نقره؛

۵-۴-۲-۴ پشم کوارتز؛

۵-۴-۲-۵ توری نقره؛

۵-۴-۲-۶ اکسید مس؛

۵-۴-۲-۷ اکسید کبالت؛

۵-۴-۲-۸ پودر مس؛

۵-۴-۲-۹ سیلیکای پوشش داده شده با هیدروکسید سدیم؛

۵-۴-۲-۱۰ آلومینا؛

۵-۴-۲-۱۱ پرکلرات منیزیم؛ و

۵-۴-۲-۱۲ توری پلاتینی.

۵-۴-۳ روش های آزمون ۳ و ۴؛

۵-۴-۳-۱ پشم کوارتز؛

۵-۴-۳-۲ اکسید کروم (کاتالیزور اکسیداسیون)؛

۵-۴-۳-۳ اکسید کبالت پوشش داده شده با نقره؛

۲-۷ با توجه به روش ارائه شده در دستورالعمل دستگاه، سیستم را با استفاده از استانیلید و یا سایر استانداردهای کالیبراسیون ذکر شده در جدول ۱، کالیبره کنید. این فرایند، نباید با فرایند مشخص شده جهت آزمون نمونه های مورد نظر متفاوت باشد.

۳-۷ آماده سازی لوله ها و ستون ها- تمامی بخش های شیشه ای و کوارتزی را قبل از استفاده توسط محلول صابونی، آب و استون شستشو دهید. همچنین قبل از قرار دادن لوله ها در کوره، اثرات انگشت را توسط حلالی مثل استون پاک نمایید و با استفاده از یک دستکش مناسب (مثل، دستکش کتانی بدون پرز) بطوریکه اثری روی لوله ها نماند، آنها را انتقال دهید.

یادآوری- تمامی لوله های جذب و احتراق نیازمند تعویض دوره ای بعد از هر ۵۰ تا ۳۰۰ آزمون می باشند. تاریخ تعویض دقیق این لوله ها باید طبق دستور العمل سازنده دستگاه تعیین گردد.

۷-۳-۱ روش آزمون ۱:

۷-۳-۱-۱ لوله احتراق: ۵ cm از پشم کوارتز را در انتهای ورودی لوله قرار داده و روی آن یک بوته سرامیکی قرار دهید. ۳/۱ cm از پشم کوارتز را در انتهای خروجی لوله قرار دهید و ۶/۳ cm از واکنشگر کوره روی آن بریزید. در نهایت ۱۱/۹ cm از پشم کوارتز را در بالای واکنشگر کوره قرار دهید.

۷-۳-۱-۲ لوله کاهش- یک در پوش کوچک مسی در انتهای لوله قرار دهید. ۸/۸ cm از کاتالیزور نیتروژن را در بالای در پوش بریزید. در نهایت، ۱۳/۸ cm از براده های مسی را بر روی کاتالیزور بریزید.

۷-۳-۲ روش آزمون ۲:

۷-۳-۲-۱ لوله احتراق- معرف EA 1000 و نقره تنگستات قرار گرفته روی اکسید منیزیم را در کوره با دمای 900°C بمدت ۱۰ min تا ۳۰ min قرار دهید. یک نوار توری نقره ای را تا اندازه ای که قطری به اندازه قطر داخلی لوله پیدا کند، بیچید. توری را توسط التراسونیک و با استفاده از یک محلول شوینده، تمیز نمایید و خشک کنید. همچنین می توانید، این عمل را با عبور دادن سریع توری از روی شعله برای چند بار، تا زمانی که دوده ها ناپدید شوند، انجام دهید. یک پشم کوارتز ۲/۵ cm را از قسمت خروجی درون لوله قرار دهید، بطوریکه انتهای پشم با دندان های درون لوله برخورد کند. ۵ cm از واکنشگر EA 1000 اضافه کنید. یک لایه نازک از پشم کوارتز روی آن قرار دهید. لوله را با ۵ cm از تنگستات نقره قرار گرفته بر روی اکسید منیزیم، پر کنید و با لایه ای نازک از پشم کوارتزی روی آن را بپوشانید. لوله را با ۲/۵ cm از وانادات نقره پر کنید و روی آن را با لایه ای از پشم کوارتز بپوشانید. با قرار دادن توری نقره داخل لوله، حدود ۱/۲ cm از لوله خالی می ماند. این فضا را با استفاده از پشم کوارتز پر کنید. در نهایت ظرف نمونه را درون لوله قرار دهید.

۷-۳-۲-۲ لوله کاهش: لایه ای از پشم کوارتز را در انتهای ورودی لوله، جایی که لوله عریض تر است، قرار دهید و سپس توری نقره را وارد لوله نمایید. لوله را از قسمت خروجی پر کنید. به آرامی، $23/8$ cm از لوله را توسط پودر مس پر کنید و روی آن را با لایه ای از پشم کوارتز بپوشانید. سپس، $1/2$ cm از اکسید مس را درون لوله بریزید و با پشم کوارتز، روی آن را بپوشانید. در نهایت توسط یک درپوش مسی، انتهای خروجی لوله را ببندید.

۷-۳-۳ روش های آزمون ۳ و ۴:

۷-۳-۳-۱ راکتور احتراق- ابتدا لایه ای به ضخامت 2 mm از پشم کوارتز را در انتهای لوله قرار دهید. لوله را با 50 mm از اکسید کبالت پوشش داده شده با نقره پر کنید. لایه ای به ضخامت 10 mm از پشم کوارتز را روی آن قرار دهید و سپس لوله را با 120 mm اکسید کروم پر کنید. دوباره روی آن را با لایه ای از پشم کوارتز به ضخامت 10 mm بپوشانید. لوله را در داخل کوره احتراق قرار داده و جهت امنیت بیشتر و ثابت نگه داشتن لوله، از O-رینگ^۱ استفاده نمایید.

۷-۳-۳-۲ راکتور کاهش- در ابتدا لایه ای به ضخامت 5 mm از پشم کوارتز را در داخل لوله قرار دهید، سپس لوله را با مس احیاء شده پر نمایید. روی مس را با لایه ای به ضخامت 10 mm از پشم کوارتز پر کنید و آن را در داخل کوره کاهش قرار دهید. جهت امنیت بیشتر و ثابت نگه داشتن لوله، از O-رینگ استفاده نمایید.

۷-۳-۳-۳ تله آب- در ابتدا با لایه به ضخامت 10 mm از پشم کوارتز، لوله را پر کنید. لوله را با غربال مولکولی ($1/6$ mm) و یا پرکلرات منیزیم پر کنید و روی آن را با 10 mm از پشم کوارتز بپوشانید. لوله را در جایگاه مربوطه قرار دهید.

۷-۳-۳-۴ تله دی اکسید کربن- در ابتدا با 10 mm از پشم کوارتز لوله را پر کنید. 50 mm از پرکلرات منیزیم را در داخل لوله بریزید و روی آن 130 mm از سیلیکای پوشانده شده با هیدروکسید سدیم بریزید. 50 mm از پرکلرات منیزیم را اضافه کنید و لایه ای به ضخامت 10 mm از پشم کوارتز را روی آن قرار دهید. لوله را در جایگاه مربوطه قرار دهید.

۷-۳-۳-۵ لوله گاز شوی^۲- مقدار کمی از کتان و یا پشم کوارتز را در انتهای لوله قرار دهید. سپس با لایه ای از سیلیکاژل به همراه پرکلرات منیزیم ضخامت 2 cm لوله را پر کنید. حدود یک چهارم از لوله را با غربال مولکولی و بقیه لوله را با آهک بازی پر نمایید. جهت حذف دی اکسید کربن می توان از آسکاریت استفاده نمود. همچنین، پرکلرات منیزیم می تواند جهت حذف آب مورد استفاده قرار بگیرد. جهت فعال نمودن آهک بازی، باید یک قطره آب به آن اضافه نمود.

¹ O-ring

² Scrubber Tube

یادآوری- در صورت استفاده از گاز هایی با خلوص اشاره شده در بند ۸-۴-۳، ممکن است نیازی به استفاده از لوله گاز شوی نباشد.

۸ روش آزمون

۸-۱ روش آزمون ۱:

۸-۱-۱-۱ تا ۵۰ mg تا ۲۰۰ mg از نمونه همگن را با دقت ± 1 mg ، با توجه به روش های اشاره شده در استاندارد های بند ۲-۲ و ۱-۲، در یک کپسول وزن کنید. کپسول را با استفاده از یک پنس تا کنید.

۸-۱-۱-۱-۱ نمونه های جامد را در کپسول های قلعی وزن کنید.

۸-۱-۱-۲ نمونه های مایع را در کپسول های مسی وزن کنید و با جاذب اکسید منیزیم کپسول را اشباع کنید. با استفاده از قلع، کپسول را پوشانده و درزگیری نمایید. این عمل، سبب جلوگیری از جرقه و ایجاد احتراق در نمونه های حاوی مواد فرار و یا احتراق ناکامل نمونه، می شود.

۸-۱-۲ تنظیمات زیر ممکن است مورد استفاده قرار بگیرد.

۸-۱-۲-۱ دماها:

دمای کوره احتراق، منطقه احتراق اولیه: 950°C

دمای کوره احتراق، منطقه احتراق ثانویه: 950°C

گرم کننده کاتالیزور: 750°C

محفظه آون: 53°C

۸-۱-۲-۲ فشار گاز اکسیژن و هلیوم باید ۴۰ psi تنظیم گردد.

۸-۱-۲-۳ تنظیم های معمول جریان های گازی عبارتند از:

هلیوم: $400\text{ cm}^3/\text{min}$ (جریان معمول)، $70\text{ cm}^3/\text{min}$ (جریان محافظ)

اکسیژن : $7\text{ dm}^3/\text{min}$

هوا : $6\text{ dm}^3/\text{min}$

۸-۱-۳ در شروع آزمون، ابتدا ۲ تا ۴ نمونه شاهد و ۵ نمونه استاندارد کالیبراسیون را مورد آزمون قرار دهید. نتایج حاصله باید در محدوده $\pm 10\%$ برای نمونه های شاهد و $\pm 1\%$ مقادیر تئوری مورد انتظار برای نمونه های کالیبراسیون باشد.

۸-۱-۴ تمامی نتایج را در حافظه دستگاه ذخیره کنید و از صحیح ترین آنها جهت رسم منحنی کالیبراسیون استفاده نمایید.

۸-۱-۵ از یک و یا چند نمونه استاندارد، جهت بررسی صحت منحنی کالیبراسیون استفاده نمایید. نتایج بدست آمده از آنالیز این نمونه ها، نباید بیش از ۱٪ با غلظت واقعی نمونه ها متفاوت باشد، در غیر اینصورت منحنی کالیبراسیون را دوباره رسم کنید.

۸-۱-۶ نمونه های مورد نظر را مشابه با نمونه های کالیبراسیون مشتعل کنید. جریان گاز اکسیژن و زمان احتراق را با توجه به بافت نمونه ها به گونه ای تغییر دهید تا احتراق بصورت کامل انجام شود.

۸-۲ روش آزمون ۲:

۸-۲-۱ ۲ mg تا ۴ mg از نمونه همگن را با دقت ± 0.2 mg، با توجه به روش های اشاره شده در استاندارد های بند ۱-۲ و ۲-۲، در ظرف مورد نظر وزن کنید. به کمک یک پنس ظرف را نگه داشته و آن را از وسط تا کنید و سپس آن را با استفاده از یک قیچی صاف کنید و دوباره آن را تا کنید.

۸-۲-۲ تنظیمات زیر ممکن است مورد استفاده قرار بگیرند:

دمای احتراق: 975°C

دمای کاهش: 640°C

دمای آون آشکارساز: $80^{\circ}\text{C} - 84^{\circ}\text{C}$

هلیوم: ۱۳۷/۹ kPa

اکسیژن: ۱۱۰/۳ kPa

هوا، نیتروژن و یا آرگون: ۴۱۳/۷ kPa

۸-۲-۳ تا ۴ نمونه شاهد را مورد آزمون قرار دهید. یک نمونه اصلاح شده را مورد آزمون قرار دهید و سپس دوباره شاهد دیگری را سنجش نمایید. این توالی را تکرار کنید.

۸-۲-۴ استانداردهای کالیبراسیون را مورد سنجش قرار دهید و فاکتور پاسخ (K) را به این صورت محاسبه کنید: پاسخ آشکار ساز به استاندارد تقسیم بر جرم نیتروژن، کربن، و یا هیدروژن در استاندارد.

۸-۲-۵ در صورتیکه فاکتورهای محاسبه شده در محدوده مشخص شده توسط سازنده دستگاه قرار داشتند، نمونه ها را مورد آزمون قرار دهید.

۸-۳ روش آزمون ۳:

۸-۳-۱ از نمونه همگن را با دقت ± 0.2 mg، با توجه به روش های اشاره شده در استاندارد های بند ۱-۲ و ۲-۲، در یک کیسول وزن کنید. کیسول بسته را با کمک یک پنس تا کنید.

۸-۳-۲ برای نمونه های مایع، حدود ۳۰ mg از جاذب رنگ را بعد از توزین نمونه ها، به کیسول اضافه کنید.

۸-۳-۳ تنظیمات زیر ممکن است مورد استفاده قرار بگیرند:

دمای احتراق: 1020°C

دمای کاهش: 650°C

دمای آون آشکارساز: 60°C - 100°C

دمای فیلامان آشکارساز: 190°C

چرخه سنجش: ۴۲۰ s

تزریق اتوماتیک نمونه: شروع ۲۰ s

بازگشت اتوماتیک نمونه: توقف ۷۰ s

زمان تزریق اکسیژن: ۷۰ s

تاخیر پنجره جمع کننده: ۲ s

۸-۳-۴ تنظیمات معمول جریان های گازی در جدول ۲، آورده شده اند.

جدول ۲- تنظیمات جریان های گازی

جریان گاز	فشار خط (kPa)	نوع گاز
۲۰ cm ³ /min	۱۰۰	اکسیژن
۴۰ cm ³ /min	۲۰۰	هلیوم
۸۰ cm ³ /min	۲۰۰	آشکار ساز مرجع
۶۰ cm ³ /min	۲۰۰	آشکار ساز سنجش
۳/۵ kg/cm ²	۵۰۰	جریان عبوری از نمونه
		هوا

۸-۳-۵ در ابتدا یک نمونه را بدون توزین، جهت تعیین زمان بازداری، مورد آزمون قرار دهید. سپس، ۱ تا ۲ نمونه شاهد و ۲ تا ۳ نمونه کالیبراسیون را برای تعیین فاکتور پاسخ و یا ۳ تا ۶ نمونه کالیبراسیون را جهت رسم منحنی کالیبراسیون، مورد سنجش قرار دهید. در نهایت نمونه های مورد نظر را آزمون کنید.

۸-۳-۶ بصورت تصادفی چند نمونه کالیبراسیون را جهت بررسی منحنی کالیبراسیون مورد آزمون قرار دهید. توالی این عمل وابسته به ماهیت نمونه و تغییر شرایط دستگاه می باشد. بطور معمول، پس از سنجش هر ۱۰ نمونه، یک نمونه کالیبراسیون مورد آزمون قرار می گیرد.

۸-۴ روش آزمون ۴:

۸-۴-۱ حدود ۵ mg تا ۱۲ mg از نمونه همگن را با دقت ± 0.2 mg، با توجه به روش های اشاره شده در استاندارد های بند ۲-۱ و ۲-۲، جهت تعیین نیتروژن و حدود ۲ mg تا ۳ mg از نمونه را جهت سنجش کربن، هیدروژن و نیتروژن در کپسول قلعی توزین کنید. کپسول بسته را با کمک یک پنس تا کنید.

۸-۴-۲ در مورد مایعات فرار (با گرانیوی کینماتیک کمتر از ۱۰ cst تا ۵۰ cst در دمای ۱۰۰ °C) حدود ۱۰ تا ۳۰ mg جاذب رنگ به نمونه ها اضافه نمایید. وزن جاذب، شامل وزن نمونه نمی باشد. بطور معمول نیازی به اضافه نمودن جاذب رنگ به نمونه های روان کننده نیست، ولی اضافه نمودن آن به نمونه های مایع فرار مفید می باشد.

۸-۴-۳ تنظیمات زیر ممکن مورد استفاده قرار بگیرند:

دمای کوره اکسیداسیون: ۹۵۰ °C تا ۱۰۵۰ °C

دمای کوره کاهش: 500°C تا 980°C

دمای آون: 60°C تا 75°C

دمای فیلامان آشکارساز: 60°C

جریان هلیوم: 120 ml min^{-1} تا 140 ml min^{-1}

جریان اکسیژن: 40 ml min^{-1} تا 100 ml min^{-1}

لوپ اکسیژن: 10 ml

زمان چرخه آنالیز: 240 s تا 500 s

شروع نمونه: 10 s تا 13 s

توقف نمونه: 40 s

زمان تزریق اکسیژن: 60 s

اکسیژن مورد استفاده باید حداقل دارای درجه خلوص $99/995\%$ و هلیوم مورد استفاده باید حداقل دارای درجه خلوص GC باشد. این تنظیمات پیشنهادی، وابسته به دستورالعمل های دستگاه های ویژه، ممکن است تغییر یابد.

۸-۴-۴ در شروع آزمون، ابتدا ۲ نمونه شاهد، سپس ۲ یا ۳ نمونه آتروپین و یا سایر نمونه های استاندارد را جهت تعیین فاکتور پاسخ، مورد آزمون قرار دهید. جهت رسم منحنی کالیبراسیون از ۳ تا ۶ نمونه استاندارد استفاده نمایید و سپس نمونه های مورد نظر را سنجش کنید.

۸-۴-۵ جهت ارزیابی منحنی کالیبراسیون، از نمونه های شاهد، استاندارد و QC استفاده نمایید.

۸-۴-۶ در طول زمان آزمون، بصورت تصادفی از چند نمونه استاندارد جهت بررسی منحنی کالیبراسیون استفاده کنید. فواصل این عمل، وابسته به ماهیت نمونه و تغییرات شرایط دستگاه متغیر است. بطور معمول این عمل، بعد از هر بار سنجش ۱۰ تا ۲۰ نمونه، انجام می گیرد.

۸-۴-۷ پس از هر تغییر در دستگاه، بررسی نشت مواد اهمیت زیادی دارد. برای این منظور از دستورالعمل دستگاه استفاده نمایید.

۹ محاسبات

۹-۱ غلظت کربن، هیدروژن و نیتروژن را بصورت زیر محاسبه کنید:

$$A = \frac{B \times E \times F}{C \times D}$$

که در آن،

A درصد جرمی کربن، هیدروژن و یا نیتروژن در نمونه،

B پاسخ آشکارساز به کربن، هیدروژن و یا نیتروژن نمونه پس از کسر پاسخ شاهد،

C پاسخ آشکارساز به کربن، هیدروژن و یا نیتروژن استاندارد پس از کسر پاسخ شاهد،

D جرم نمونه برحسب میلی گرم،

E جرم استاندارد برحسب میلی گرم،

F درصد جرمی کربن، هیدروژن و یا نیتروژن نمونه استاندارد.

۹-۲ محاسبات می تواند بصورت اتوماتیک توسط دستگاه انجام شود.

۱۰ گزارش

۱۰-۱ نتایج را بصورت درصد جرمی کربن، هیدروژن و نیتروژن گزارش دهید.

۱۱ کنترل کیفیت

۱۱-۱ کارایی دستگاه و روش آزمون را بوسیله سنجش نمونه های کنترل کیفیت ارزیابی کنید.

۱۱-۱-۱ در صورت وجود دستورالعمل QC، می توان از آن جهت ارزیابی نتایج آزمون استفاده نمود.

۱۱-۱-۲ در صورت عدم وجود این دستورالعمل، پیوست الف می تواند جهت ارزیابی مورد استفاده قرار بگیرد.

۱۲ دقت و اریبی

۱-۱۲ دقت

۱-۱۲-۱ تکرار پذیری و تجدید پذیری - تکرار پذیری و تجدید پذیری روش های آزمون این استاندارد جهت اندازه گیری کربن، هیدروژن و نیتروژن بوسیله ۲۶ آزمایشگاه و ۱۴ نمونه نفتی تعیین گردید. بر اساس نتایج بدست آمده، تکرار پذیری و تجدید پذیری این روش ها، طبق جدول ۳ زیر مورد انتظار است. هیچ خطای نسبی در میان این روش های آزمون مشاهده نشده است.

جدول ۳- تکرار پذیری و تجدید پذیری روش های آزمون ارائه شده در این استاندارد

عنصر	محدوده غلظت (درصد جرمی)	تکرار پذیری	تجدید پذیری
کربن	۸۷-۷۵	$(X + 48/48) \cdot 0.072$	$(X + 48/48) \cdot 0.18$
هیدروژن	۱۶-۹	$(X^{1/5}) \cdot 0.1162$	$(X^{1/5}) \cdot 0.2314$
نیتروژن	۲/۵-۰/۷۵	۰/۱۶۷۰	۰/۴۴۵۶

X = مقدار میانگین

۱۲-۲ دقت های حاصله برای روش آزمون ۴، بر اساس نتایج آزمایشگاهی بدست آمده در سال ۲۰۰۹، در جدول ۴ آمده است. این نتایج حاصل از سنجش ۱۱ نمونه روغن روان کننده و افزودنی است که در ۱۶ آزمایشگاه مورد آزمون قرار گرفته است.

جدول ۴- تکرار پذیری و تجدید پذیری روش آزمون ۴، بر اساس نتایج ۱۱ نمونه روغن روان کننده و افزودنی در سال

۲۰۰۹

عنصر	محدوده غلظت (درصد جرمی)	تکرار پذیری	تجدید پذیری
کربن	۸۵-۷۵	۰/۵۶۴۴ %	۱/۴۶۷۱ %
هیدروژن	۱۴-۱۲	۰/۵۹۰۵ %	۱/۹۰۸۹ %
نیتروژن	۱/۵۹-۰/۱	$(X+3) \cdot 0.06897$	$(X+3) \cdot 0.2967$

X = مقدار میانگین دو اندازه گیری

۱۲-۳ بر اساس دقت های ارائه شده در بند های ۱۲-۱-۱ و ۱۲-۲، دقت های ذکر شده در جدول ۵ را در غلظت های انتخاب شده از کربن، هیدروژن و نیتروژن، می توان انتظار داشت.

جدول ۵- مقادیر دقت

روش آزمون ۴		روش آزمون ۳، ۲، ۱		غلظت (درصد جرمی)	عنصر
R	r	R	r		
-	-	۲/۲۲۲	۰/۸۸۹۱	۷۵	کربن
۱/۴۶۷۱	۰/۵۶۴۴	۲/۲۵۸	۰/۹۰۳۵	۷۷	
۱/۴۶۷۱	۰/۵۶۴۴	۲/۳۱۲	۰/۹۲۵۱	۸۰	
۱/۴۶۷۱	۰/۵۶۴۴	۲/۴۰۲	۰/۹۶۱۱	۸۵	
۱/۴۶۷۱	-	۲/۴۳۸	۰/۹۷۵۵	۸۷	
-	-	۰/۶۹۴۲	۰/۳۴۸۶	۹	هیدروژن
۱/۹۰۸۹	۰/۵۹۰۵	۰/۸۰۱۶	۰/۴۰۲۵	۱۲	
۱/۹۰۸۹	۰/۵۹۰۵	۰/۸۶۵۷	۰/۴۳۳۸	۱۴	
-	-	۰/۹۲۵۶	۰/۴۶۴۸	۱۶	
۰/۰۹۱۹	۰/۰۲۱۳	-	-	۰/۱	نیتروژن
۰/۱۰۰۹	۰/۰۲۳۴	-	-	۰/۴	
۰/۱۰۶۸	۰/۰۲۴۸	-	-	۰/۶	
۰/۱۱۱۳	۰/۰۲۵۸	۰/۴۴۵۶	۰/۱۶۷۰	۰/۷۵	
۰/۱۱۸۷	۰/۰۲۷۵	۰/۴۴۵۶	۰/۱۶۷۰	۱/۰	
۰/۱۳۳۵	۰/۰۳۱۰	۰/۴۴۵۶	۰/۱۶۷۰	۱/۵	
-	-	۰/۴۴۵۶	۰/۱۶۷۰	۲/۰	
-	-	۰/۴۴۵۶	۰/۱۶۷۰	۲/۵	

۱۲-۴ اریبی - بدلیل عدم وجود ماده مرجع نفتی مناسب جهت اندازه گیری کربن، هیدروژن و نیتروژن، در این استاندارد اریبی ها محاسبه نشده اند.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

پایش کنترل کیفیت

الف-۱ کارایی دستگاه و روش آزمون را با سنجش نمونه های QC ارزیابی کنید.

الف-۲ لازم است توسط کاربر، مقادیر میانگین در نمونه های QC، قبل از شروع آزمون مشخص شوند (برای اطلاع بیشتر به استاندارد بند ۲-۳ مراجعه کنید).

الف-۳ نتایج نمونه های QC را بدست آورده و آنها را از لحاظ آماری برای ارزیابی روش آزمون، بررسی کنید. نتایج خارج از محدوده قابل قبول را جهت بررسی عوامل مربوطه مورد بررسی قرار دهید (به استاندارد بند ۲-۳ مراجعه کنید). ممکن نتایج بدست آمده، نشان دهد که نیاز به کالیبراسیون مجدد دستگاه می باشد.

الف-۴ فواصل تکرار این تست وابسته به میزان کیفیت اندازه گیری مورد انتظار، پایداری شرایط آزمون و انتظارات مشتری می باشد. بطور کلی، نمونه QC باید به همراه نمونه های مورد نظر مورد سنجش قرار بگیرد. با افزایش تعداد نمونه های مورد آزمون، تعداد تکرار این تست نیز افزایش می یابد. با این وجود، در صورتیکه اثبات شده باشد که شرایط دستگاه و آزمون از لحاظ آماری پایدار و تحت کنترل است، تعداد دفعات تکرار این تست کاهش می یابد. دقت های حاصله از این تست، جهت اطمینان از کیفیت نتایج، باید بطور دوره ای، با دقت های روش ASTM مقایسه شوند. (استاندارد بند ۲-۳ و ASTM MNL7 را مشاهده نمایید).

الف-۵ در صورت امکان ، پیشنهاد می گردد ماهیت نمونه QC مشابه ماهیت نمونه های مورد سنجش باشد. برای این منظور، تعداد زیادی از نمونه های QC باید در دسترس و تحت شرایط نگهداری شده، پایدار باشند.

الف-۶ جهت کسب اطلاعات بیشتر در زمینه آزمون QC، به استاندارد بند ۲-۳ و ASTM MNL7 مراجعه نمایید.