



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۴۱۲

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

18412

1st.Edition

2014

نفت و فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری فسفر  
در بنزین به روش اسپکتروفتومتری

**Petroleum and its products-  
Determination of phosphorus in gasoline  
by spectrophotometric 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 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)<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 کالاها 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

« نفت و فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری فسفر در بنزین به روش اسپکتروفتومتری »

### رئیس:

نظری، سیمین  
(دکترای شیمی)

### سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی

### دبیر:

نجفی، زینب  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

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

ابراهیمی زاده، وحید  
(فوق لیسانس مکانیک)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

احمدنژاد، سید عبدالوهاب  
(لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس شرکت نفت پاسارگاد

پولادزاده، اعظم  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

چرم زاده، مهرناز  
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفیت شرکت صنایع شیمیایی شب‌نم  
خوزستان

حاتمی، امیر  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس کارشناس شرکت ملی حفاری

خطیبی، زهره  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت انطباق آوران

دایی، مینا  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

دوستی خواه، سمیرا  
(لیسانس شیمی)

کارشناس

کارشناس شرکت دانش پیشرو اکسین	رافعی پور، مرجان (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف	زرگر، مینا (لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت پارس خودرو	سبزی خباز، سینا (لیسانس صنایع شیمیایی)
مدیر کنترل کیفی شرکت پارس فناوران اروند	سیرکی، نرگس (فوق لیسانس شیمی)
مدیر تضمین کیفیت شرکت صنعتی دوده فام	شادابی نژاد، مهسا (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس	فتاحی نیا، مهناز (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت پترو فناوری آسه	محمودی، اکرم (لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر بردیا	مکوندی، علی (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان	مهرمولایی، فاطمه (فوق لیسانس شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و/ یا واکنشگرها
۳	۵ وسایل
۵	۶ نمونه‌ها و نمونه‌برداری
۵	۷ رسم منحنی کالیبراسیون
۶	۸ روش انجام آزمون
۸	۹ محاسبات
۸	۱۰ بیان نتایج
۹	۱۱ دقت
۹	۱۲ گزارش آزمون

## پیش گفتار

استاندارد " نفت و فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری فسفر در بنزین به روش اسپکتروفتومتری " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیپژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در بیست و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۳/۱۰ 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 پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

BS 2000-454: 2010, Methods of test for petroleum and its products- Determination of phosphorus in gasoline- spectrophotometric method

## نفت و فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری فسفر در بنزین به روش اسپکتروفتومتری

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

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار فسفر در بنزین است. فسفر معمولاً به صورت فسفات استرها یا نمک‌های ۵ ظرفیتی یا هر دو در بنزین وجود دارد. این استاندارد برای اندازه‌گیری فسفر در گستره  $0.2 \text{ mg/l}$  تا  $40 \text{ mg/l}$  کاربرد دارد.

یادآوری - فسفر در بنزین اتومبیل، سیستم کنترل نشر کاتالیتیکی را خراب می‌کند اما در بنزین بعضی اتومبیل‌های طراحی شده برای خودروهای قدیمی‌تر بدون چنین سیستم‌هایی نیز وجود دارد.

### 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:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه-ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی-بورت‌ها-ویژگی‌ها

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی-پی‌پت‌های تک نشانه

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰، شیشه آلات آزمایشگاهی - بالن‌های حجم سنجی با یک خط نشانه-ویژگی‌ها

2-5 ISO 3170, Petroleum liquids- manual sampling<sup>1</sup>

2-6 ISO 3171, Petroleum liquids- Automatic pipeline sampling

### ۳ اصول آزمون

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ جهت بهره برداری موجود است.

مواد آلی موجود در نمونه از طریق اشتعال در حضور روی اکسید تخریب می‌شوند. ماده باقی‌مانده در سولفوریک اسید حل می‌شود و با آمونیوم مولیبدات و هیدرازین سولفات واکنش داده می‌شود تا آبی مولیبدن تشکیل دهد. جذب کمپلکس آبی مولیبدن متناسب با غلظت فسفر در نمونه است و در طول موج تقریبی ۸۲۰ nm در یک سل ۵۰ mm خوانده می‌شود.

#### ۴ مواد و/یا واکنشگرها

به غیر از موارد ذکر شده، در کل آزمون فقط از مواد شیمیایی با درجه خلوص واکنشگر استفاده کنید. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند. ۱-۴ آب، به غیر از موارد ذکر شده، باید فقط از آب درجه ۳ مطابق الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده شود.

#### ۲-۴ سولفوریک اسید ( $H_2SO_4$ )، غلیظ با حداقل خلوص ۹۸٪

هشدار- سولفوریک اسید شدیداً خورنده است و گرمای آب‌پوشی بالایی دارد. توصیه می‌شود در حین کار با اسید از پوشش‌های محافظ شامل دستکش و ماسک گرد و غبار استفاده کنید.

#### ۳-۴ محلول سولفوریک اسید، به نسبت ۱:۱۰

۱ l آب را در یک بشر ۲ l قرار داده شده در حمام آب سرد، بریزید و حدود ۱۰۰ ml سولفوریک اسید (بند ۲-۴) را به آرامی با هم زدن پیوسته به آن اضافه کنید.

#### ۴-۴ محلول آمونیوم مولیبدات

۵۰۰ ml آب را در یک بشر ۱۰۰۰ ml در حمام آب سرد بریزید و حدود ۲۲۵ ml سولفوریک اسید (بند ۲-۴) را به آرامی با هم زدن پیوسته به آن اضافه کنید. سپس تا دمای اتاق خنک کرده و  $(0.1 \pm 0.2)$  g آمونیوم مولیبدات چهار آبه  $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}]$  اضافه کنید. هم بزینید تا کاملاً حل شود و به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰۰ ml منتقل کنید. با آب تا خط نشانه به حجم برسانید.

#### ۵-۴ محلول هیدرازین سولفات

$(0.5 \pm 0.15)$  g هیدرازین سولفات ( $H_2NNH_2.H_2SO_4$ ) را به ۱ l آب اضافه کنید. پس از حداکثر سه هفته محلولی تازه تهیه کنید.

هشدار- محلول هیدرازین سولفات پایدار نیست. آن را در مکانی تاریک و با درپوش غیر قابل نفوذ نگه‌داری کنید. این محلول مشوک به سرطان‌زایی است.

#### ۶-۴ واکنشگر مولیبدات-هیدرازین



۲۵ ml محلول آمونیوم مولیبدات (بند ۴-۴) را با استفاده از پی‌پت به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml حاوی تقریباً ۵۰ ml آب منتقل کنید. ۱۰ ml محلول هیدرازین سولفات (بند ۴-۵) را با استفاده از پی‌پت به بالن منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق کنید.

یادآوری - واکنشگر ناپایدار است و توصیه می‌شود در مدت چهار ساعت پس از آماده‌سازی استفاده شود. در هر اندازه‌گیری (شامل شاهد) از ۵۰ ml این محلول استفاده می‌شود.

#### ۷-۴ محلول ذخیره فسفر، با غلظت ۱/۰۰ mg/ml

حدود ۵ g پتاسیم دی‌هیدروژن فسفات ( $KH_2PO_4$ ) را به مدت سه ساعت در یک گرم‌خانه با دمای  $105^\circ C$  تا  $110^\circ C$  خشک کنید.  $4.393 \pm 0.002$  g واکنشگر را در بالن حجم‌سنجی ۱۰۰۰ ml حاوی ۱۵۰ ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۳) حل کنید. سپس با آب تا خط نشانه رقیق کنید.

#### ۸-۴ محلول استاندارد فسفر، با غلظت ۱۰/۰ $\mu g/ml$

۱۰ ml محلول ذخیره فسفر (بند ۴-۷) را با استفاده از پی‌پت به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق کنید.

#### ۹-۴ روی اکسید

یادآوری - روی اکسید با چگالی ظاهری بالا می‌تواند موجب پاشش شود. چگالی تقریباً  $0.5 \text{ g/cm}^3$  مطلوب است.

#### ۱۰-۴ محلول تمیزکاری اسیدی

یادآوری - مخلوطی از حجم‌های یکسان هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl) و آب مطلوب است.

هشدار - هیدروکلریک اسید (غلیظ) سمی و خورنده است. هنگام کار از پوشش‌های محافظ و عینک استفاده کرده و در زیر هود کار کنید.

### ۵ وسایل

یک ذخیره مجزا شامل بشرهای شیشه بوروسیلیکاتی و استوانه‌های مدرج برای آماده‌سازی واکنشگرها و محلول‌های مختلف موردنیاز است. این ذخیره فقط برای اندازه‌گیری فسفر استفاده می‌شود.

#### ۱-۵ اسپکتروفتومتر

مجهز به لامپ تنگستن، فتوتیوب حساس در ناحیه قرمز<sup>۱</sup> با قابلیت کار در طول موج ۸۳۰ nm و سل‌های جذب با طول مسیر نوری ۵۰ mm

یادآوری - برای غلظت‌های فسفر بالاتر از ۱۰ mg/l، استفاده از سل‌هایی با طول مسیر نوری ۱۰ mm مجاز است.

#### ۲-۵ حمام گرم کننده

یک حمام آب داغ مجهز برای نگهداشتن چندین بالن حجم‌سنجی ml ۱۰۰ که تا خط نشانه فرو برده شده‌اند. حمام باید قابلیت تثبیت دما در طول مدت گرمایش در °C ۸۴ تا °C ۸۸ را داشته باشد.

#### ۳-۵ حمام خنک کننده

حمام مجهز برای نگهداشتن چندین بالن حجم‌سنجی ml ۱۰۰ که تا خط نشانه در آب یخ فرو برده شده‌اند.

#### ۴-۵ حسگرهای دما

یک دماسنج مایع در شیشه یا سایر وسایل یا سیستم‌های حس کننده دما برای اندازه‌گیری دما در حمام گرم کننده (بند ۲-۵) و بررسی دما در بالن‌های حجم‌سنجی بعد از سرمایش (بند ۶-۷ را ببینید)

#### ۵-۵ کوره

یک کوره مافل تنظیم شده در دمای °C ۶۲۱ تا °C ۷۰۴

#### ۶-۵ بورت (اختیاری)

با ظرفیت ml ۱۰ و درجه بندی‌های ml ۰٫۰۵ مطابق رده A استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶

#### ۷-۵ پی‌پت یا سرنگ تک نشانه

با ظرفیت‌های ml ۱، ml ۲، ml ۳، ml ۱۰ و ml ۲۵ مطابق رده A استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹

یادآوری- سرنگ‌های استفاده شده برای توزیع نمونه‌ها ممکن است مجهز به یک اتصال<sup>۱</sup> باشند. توصیه می‌شود از یک سوزن مناسب به عنوان مثال پیمانۀ ۵۰ mm (شماره ۲۲) استفاده شود.

#### ۸-۵ ظرف اشتعال

ظرف اشتعال سیلیکا یا چینی لعابی با هر اندازه مناسب

یادآوری- ظرفی با ظرفیت ml ۶۰ و قطر mm ۶۵ تا mm ۷۵ مناسب است.

#### ۹-۵ بالن حجم‌سنجی تک نشانه

با ظرفیت‌های ml ۱۰۰ و ml ۱۰۰۰ مطابق با رده A استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰ مجهز به درپوش پلاستیکی یا شیشه‌ای سنباده‌ای

#### ۱۰-۵ کاغذ صافی

یادآوری- کاغذ واتمن ۴۲، ۴۴ و ۵۴۲ مناسب هستند.

#### ۱۱-۵ شیشه ساعت

شیشه بوروسیلیکات با قطر مناسب برای پوشاندن ظرف اشتعال (بند ۹-۵)

---

۱- اتصال از نوع luer lock توصیه می‌شود.

## ۶ نمونه‌ها و نمونه‌برداری

به غیر از موارد مشخص شده، نمونه‌های آزمایشگاهی را باید با روش‌های شرح داده شده در استانداردهای ISO 3170 و ISO 3171 به دست آورید.

## ۷ رسم منحنی کالیبراسیون

۱-۷ حجم‌های ml ۰٫۱، ml ۰٫۵، ml ۱٫۰، ml ۱٫۵، ml ۲٫۰، ml ۳٫۰، ml ۳٫۵ و ml ۴٫۰ از محلول استاندارد فسفر (بند ۴-۸) را با استفاده از بورت به هشت بالن حجم‌سنجی ml ۱۰۰ (بند ۵-۹) منتقل کنید.

۲-۷ ml ۱۰٫۰ محلول سولفوریک اسید (بند ۳-۴) را با استفاده از پی‌پت یا سرنگ به هر کدام از بالن‌های حجم‌سنجی اضافه کنید و بلافاصله با چرخاندن بالن، مخلوط کنید.

۳-۷ حجم مناسبی از واکنشگر مولیبدات هیدرازین (بند ۴-۶) را براساس تعداد تجزیه در این مجموعه (یادآوری بند ۱ را ببینید) آماده کنید.

۴-۷ ml (۱ ± ۰٫۵) واکنشگر مولیبدات هیدرازین را به هر کدام از بالن‌های حجم‌سنجی اضافه کنید و بلافاصله با چرخاندن بالن، مخلوط کنید. سپس تا خط نشانه با آب رقیق کنید و به خوبی مخلوط کنید.

۵-۷ بالن‌ها را در حمام گرم کننده (بند ۵-۲) حداقل تا خط نشانه فرو ببرید و دمای حمام را به مدت (۰٫۵ ± ۲۵) دقیقه در °C ۸۴ تا °C ۸۸ تثبیت کنید.

یادآوری - در صورتی که دمای حمام کم‌تر از °C ۸۲ شود، ظهور رنگ کامل نخواهد شد.

۶-۷ بالن‌ها را به حمام خنک کننده (بند ۵-۳) منتقل کرده و محتویات آنها را سریعاً تا دمای اتاق (°C ۲۵ ±) خنک کنید. به منظور بررسی دما، در یکی از بالن‌ها از حسگر دمایی (بند ۵-۴) تمیز از نظر شیمیایی استفاده کنید. اجازه ندهید دما کم‌تر از دمای اتاق منهای °C ۲٫۸ شود.

۷-۷ بالن‌ها را از حمام خنک کننده بیرون آورده و بگذارید به مدت (۰٫۵ ± ۱۰) دقیقه در دمای اتاق بمانند.

۸-۷ یک قسمت ml ۲٫۰ از استاندارد فسفر (بند ۷-۱) را به یک سل ۵۰ mm منتقل کنید و جذب را در نزدیک طول موج nm ۸۲۰ که حداکثر جذب را ارائه می‌دهد، اندازه‌گیری کنید.

یادآوری - توصیه می‌شود طول موج با حداکثر جذب بیش‌تر از nm ۸۳۰ نباشد.

۹-۷ با استفاده از فتوتیوب حساس در ناحیه قرمز و سل‌های ۵۰ mm و آب در هر دو سل، اسپکتروفوتومتر را در طول موج با حداکثر جذب، روی جذب صفر تنظیم کنید. از طول موج با حداکثر جذب در اندازه‌گیری قرایت‌های کالیبراسیون و قرایت‌های بعدی نمونه استفاده کنید.

۷-۱۰ جذب هر محلول کالیبراسیون و شاهد (۰/۱۰ ml) را در طول موج با جذب حداکثر در مقابل آب در سل مرجع اندازه‌گیری کنید. به‌منظور اجتناب از آلودگی محلول‌ها، مراقبت لازم را به عمل آورید و در صورتی که جذب شاهد از ۰/۰۴ بیش‌تر شود، بررسی لازم را برای یافتن منشا آلودگی انجام دهید، کل نتایج این مجموعه را کنار بگذارید و با واکنشگرهای تازه و ظروف شیشه‌ای تمیز (بند ۸-۱ را ببینید) دوباره از بند ۷-۱ شروع کنید.

۷-۱۱ جذب هر محلول استاندارد را با کسر جذب شاهد تصحیح کنید و منحنی کالیبراسیون جذب تصحیح شده در مقابل میکروگرم‌های فسفر (۱/۰ ml محلول استاندارد فسفر معادل با ۱۰ µg فسفر است) را رسم کنید.

## ۸ روش انجام آزمون

### ۸-۱ تمیزکاری ظروف شیشه‌ای

۸-۱-۱ کل ظروف شیشه‌ای را پیش از استفاده، با محلول اسیدی تمیزکاری (بند ۴-۱۰) تمیز کنید. از شوینده‌های تجاری که ممکن است حاوی فسفات‌های قلیایی باشند که شدیداً روی سطوح شیشه‌ای جذب می‌شوند و با آبکشی ساده جدا نمی‌شوند.

۸-۱-۲ اقدامات احتیاطی معمول برای تمیزی، کاربرد دقیق و اجتناب از آلودگی به‌منظور حصول درستی مطلوب با مقادیر کم فسفر را رعایت کنید.

### ۸-۲ اندازه آزمون

۸-۲-۱ یک راهنما برای انتخاب آزمون به منظور تجزیه در جدول ۱ ارائه شده است.

### ۸-۳ آماده‌سازی آزمون برای تجزیه

۸-۳-۱ ۱ g (۰/۲ ± ۲/۰) روی اکسید (بند ۴-۹) را به شکل یک توده مخروطی به یک ظرف اشتعال تمیز و خشک (بند ۵-۸) منتقل کنید و با یک میله هم‌زن، یک فرورفتگی عمیق در مرکز توده ایجاد کنید.

جدول ۱- اندازه آزمون

اندازه آزمون ml	مقدار فسفر mg/l
۱/۰۰	۴۰ تا ۲/۵
۲/۰۰	۲۰ تا ۱/۳
۳/۰۰	۱۳ تا ۰/۹
۱۰/۰۰	۱/۰ یا کم‌تر
<sup>a</sup> بند ۸-۳-۲ را ببینید.	

۸-۳-۲ در صورتی که مقدار فسفر تصحیح شده در یک دمای مرجع نیاز است، دمای نمونه را اندازه‌گیری کنید و سپس آزمون را با استفاده از پی‌پت یا سرنگ در فرورفتگی روی اکسید منتقل کنید. برای ۱۰ ml آزمون از

چند افزایش ۲ ml با استفاده از سرنگ استفاده کنید. نوک سوزن را تقریباً در عمق B لایه روی اکسید نگه داشته و ۲ ml آزمونه (یادآوری را ببینید) را به آرامی منتقل کنید. برای مدت زمان کافی منتظر بمانید تا آزمون با روی اکسید جذب شود. بندهای ۳-۳-۸ و ۵-۳-۸ را انجام دهید، ظرف را تا دمای اتاق خنک کنید و با قسمت‌های دیگری از آزمونه تکرار کنید.

یادآوری- انتقال سریع آزمونه ممکن است موجب نتایج با مقدار پایین شود.

هشدار- به منظور اجتناب از آتشگیری شدید اطمینان حاصل کنید که ظرف اشتعال قبل از افزودن قسمت‌های بعدی ۱۰ ml آزمونه، تا دمای اتاق خنک شده باشد.

۳-۳-۸ آزمونه را با مقدار کمی روی اکسید تازه با استفاده از انتقال حدود ۰٫۲ g از آن به وسیله یک اسپاتول کوچک، بپوشانید. به کناره‌های ظرف اشتعال آهسته ضربه بزنید تا با روی اکسید پر شود.

۴-۳-۸ یک شاهد با مقادیر یکسان روی اکسید در ظرف اشتعال آماده کنید.

۵-۳-۸ آزمونه را با استفاده از شعله حاصل از مشعل بونزن مشتعل کنید و بگذارید آزمونه بسوزد تا خاموش شود (برای آزمونه ۱۰ ml بند ۲-۳-۸ را ببینید).

۶-۳-۸ ظروف اشتعال حاوی آزمونه و شاهد را به مدت ۱۰ دقیقه در کوره مافل (بند ۵-۵) قرار دهید. سپس ظروف را خارج کرده و خنک کنید. هنگام خنک کردن به کناره‌های ظرف ضربات آهسته بزنید تا روی اکسید سست شود و ظروف را به مدت ۵ دقیقه دیگر در کوره قرار دهید. ظروف اشتعال را خارج کرده و تا دمای اتاق خنک کنید. باقی‌مانده را برای حضور کربن بازرسی کنید. در صورتی که کربن کاملاً نسوخته است، ظروف را برای دوره‌های ۵ دقیقه‌ای در کوره قرار دهید تا کربن مشاهده نشود.

۷-۳-۸ ml (۱ ± ۲۵) محلول سولفوریک اسید (بند ۳-۴) را به هر از یک ظروف اشتعال منتقل کنید. کل مقادیر جزیی روی اکسید را با دقت از کناره‌ها بشویید.

۸-۳-۸ هر یک از ظروف اشتعال را با شیشه ساعت (بند ۵-۱۲) بپوشانید و تا زمانی که روی اکسید کاملاً حل شود روی صفحه داغ گرم کنید.

۹-۳-۸ محلول را از میان کاغذ صافی (بند ۵-۱۰) به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml منتقل کنید. ظرف و شیشه ساعت را چند بار با حجم‌های کمی آب (در کل بیش‌تر از ۲۵ ml نشود) بشویید و محلول‌های حاصل از شستشو را از میان کاغذ صافی به بالن حجم‌سنجی منتقل کنید.

#### ۴-۸ اندازه‌گیری

۱-۴-۸ ml (۱ ± ۵۰) واکنشگر مولیبدات- هیدرازین تازه تهیه شده (بند ۴-۶) را به هریک از بالن‌های حجم‌سنجی ۱۰۰ ml اضافه کنید و بلافاصله با چرخاندن بالن مخلوط کنید.

۸-۴-۲ با آب تا خط نشانه به حجم رسانده و به خوبی مخلوط کنید. درپوش بالن‌ها را بعد از مخلوط کردن بردارید.

۸-۴-۳ بالن‌های حجم‌سنجی را به مدت  $(0.5 \pm 25)$  دقیقه در حمام گرم‌کننده (بند ۵-۲) قرار دهید در حالی که محتویات بالن پایین تر از سطح مایع حمام است.

۸-۴-۴ بالن‌ها را به حمام خنک‌کننده (بند ۵-۳) منتقل کرده و محتویات آنها را سریعاً مطابق بند ۶-۷ تا دمای اتاق خنک کنید.

۸-۴-۵ بگذارید بالن‌های حجم‌سنجی قبل از اندازه‌گیری جذب در دمای اتاق ساکن بمانند. یادآوری- رنگ ایجاد شده به مدت حداقل ۴ ساعت پایدار است.

۸-۴-۶ اسپکتروفتومتر را در طول موج با حداکثر جذب که در بند ۷-۸ تعیین شده است، تنظیم کنید. اسپکتروفتومتر را با استفاده از آب در هر دو سل در جذب صفر تنظیم کنید.

۸-۴-۷ جذب نمونه و شاهد را در طول موج با حداکثر جذب، با استفاده از آب در سل مرجع اندازه‌گیری کنید. جذب شاهد را از جذب هر یک از محلول‌های نمونه کم کنید.

۸-۴-۸ میکروگرم‌های فسفر در هر نمونه را از روی منحنی کالیبراسیون (بند ۷-۱۱) تعیین کنید.

## ۹ محاسبات

۹-۱ مقدار فسفر  $P$ ، را برحسب میلی‌گرم بر لیتر (mg/l) با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$P = \frac{M}{V} \quad (1)$$

$M$  جرم فسفر در نمونه به دست آمده از روی منحنی کالیبراسیون برحسب میکروگرم؛  
 $V$  حجم نمونه برحسب میلی‌لیتر.

۹-۲ مقدار فسفر محاسبه شده در بند ۹-۱ برای دمای آزمون و بنابراین حجم در یک دمای مرجع تصحیح نشده است. در صورت نیاز، مقدار فسفر تصحیح شده،  $P_c$ ، برحسب میلی‌گرم بر لیتر را با استفاده از رابطه ۲ محاسبه کنید.

$$P_c = P[1 + 0.001(t - r)] \quad (2)$$

$t$  دمایی که نمونه در آن دما برداشته شده برحسب درجه سلسیوس؛

$r$  دمای مرجع (معمولاً  $15^\circ\text{C}$ ).

یادآوری- در اغلب شرایط، کاربرد تصحیح روی نتیجه آزمون در محدوده حدود گزارش شده، تاثیر ندارد (بند ۱۰ را ببینید).

## ۱۰ بیان نتایج

۱-۱۰ مقادیر فسفر mg/l ۲/۵۰ و کم‌تر را با تقریب  $0.1 \text{ mg/l}$  گزارش کنید.

۲-۱۰ مقادیر فسفر بالاتر از ۲/۵ mg/l را با تقریب ۱ mg/l گزارش کنید.

## ۱۱ دقت

### ۱-۱۱ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج آزمون متوالی به دست آمده توسط یک آزمون گر با وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در روش کار معمول و صحیح، فقط در یک مورد از بیست مورد از مقدار ارزیابی شده در جدول ۲ بیش تر شد.

### ۲-۱۱ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل به دست آمده توسط آزمون گرهای مختلف در آزمایشگاه های متفاوت و روی مواد آزمون یکسان در روش کار معمول و صحیح، فقط در یک مورد از بیست مورد از مقدار ارزیابی شده در جدول ۲ بیش تر شد.

جدول ۲- مقادیر دقت

تجدیدپذیری mg/l	تکرارپذیری mg/l	مقدار فسفر mg/l
۰/۱۳	۰/۰۵	۱/۳۰ تا ۰/۲
۰/۱۳ x	۰/۰۷ x	۴۰ تا ۱/۳۱

که X میانگین نتایج مورد مقایسه بر حسب میلی گرم بر لیتر می باشد.

## ۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۲ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۲ هر گونه جزئیات ضروری برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۳-۱۲ نتایج آزمون (بند ۱۰ را ببینید)؛
- ۴-۱۲ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه گیری؛
- ۵-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می شود.
- ۶-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛
- ۷-۱۲ نام و امضای آزمون گر.