



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۹۳۸

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

19938

1st.Edition

2016

فراورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به  
روش احتراق در دمای بالا و آشکارسازی با  
اشعه مادون قرمز - روش آزمون

**Petroleum products- Determination of  
sulfur by high temperature combustion and  
IR detection - Test method**

ICS: 75.080

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.org.ir](mailto: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](mailto: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 کمیسیون‌های 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 کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان 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)<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 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 به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای 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 سیستم‌های 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

« فراورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به روش احتراق در دمای بالا و آشکارسازی با اشعه مادون قرمز -

روش آزمون »

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

کارشناس - شرکت پالایش نفت تهران

قدسی نژاد، رضا  
(کارشناسی شیمی)

دبیر:

کارشناس - اداره استاندارد کاشان

آسایی اردکانی، آمیتیس  
(کارشناسی شیمی کاربردی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

دانشگاه کاشان

آرین، ندا  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کاردان تحقیق و توسعه - شرکت نفت پارس

اصغریان مرزآباد، محیا  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس نظارت بر اجرای استاندارد - سازمان ملی استاندارد

رادی، پانته آ  
(کارشناسی شیمی کاربردی)

مسئول پروژه - پژوهشگاه صنعت نفت

برخورداربویون، ابوالفضل  
(کارشناسی ارشد مکانیک)

مدیر فنی - شرکت مشاوران آزمایش نفت ایرانیان

سید معصومیان، سلاله  
(کارشناسی شیمی کاربردی)

رئیس آزمایشگاه استاندارد - پژوهشگاه صنعت نفت

شجاع، سید محمد رضا  
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

**اعضا:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

نیک سیرت، نازلی

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

کریمی، لیلا

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

وهاب زاد، سحر

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

**ویراستار:**

امینیان، وحید

(کارشناسی ارشد شیمی)

**سمت و/یا محل اشتغال:**

کارشناس ارشد پژوهش - شرکت نفت ایرانول

کارشناس استاندارد - شرکت رزپلیمر

کارشناس تحقیق و توسعه - شرکت نفت پارس

معاون پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ اهمیت و کاربرد
۲	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۶ وسایل
۳	۷ نمونه‌برداری
۳	۸ آماده‌سازی دستگاه
۴	۹ استانداردسازی
۴	۱۰ آماده‌سازی کک
۴	۱۱ آزمون نمونه‌های کنترل کیفیت
۵	۱۲ روش با کوره مقاومتی - آشکارسازی IR
۶	۱۳ محاسبه
۶	۱۴ گزارش آزمون
۶	۱۵ کنترل کیفیت
۶	۱۶ دقت و اریبی
۹	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) کنترل کیفیت

## پیش‌گفتار

استاندارد « فرآورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به روش احتراق در دمای بالا و آشکارسازی با اشعه مادون قرمز - روش آزمون » که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در شصت و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۹۴/۱۰/۱۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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.

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

ASTM D1552: 2015, Standard test method for sulfur in petroleum products by high temperature combustion and IR detection

## فراورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به روش احتراق در دمای بالا و آشکارسازی با اشعه مادون قرمز - روش آزمون

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی برای تعیین گوگرد کل در فراورده‌های نفتی از جمله روغن‌های روان‌کننده دارای افزودنی‌ها و مواد افزودنی تغلیظ‌شده می‌باشد. این روش آزمون برای نمونه‌هایی با نقطه جوش بیشتر از  $177^{\circ}\text{C}$  و حاوی گوگرد معادل  $0.06\%$  درصد جرمی و بیش‌تر از آن، کاربرد دارد. در این روش آزمون از آشکارسازی مادون قرمز (IR) پس از پیرولیز در یک کوره مقاومتی استفاده می‌شود.

۲-۱ کک نفتی حاوی تا ۸ درصد جرمی گوگرد می‌تواند با این روش، آزمون شود.

### ۲ مراجع الزامی<sup>۱</sup>

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت 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: سال ۱۳۷۷، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فراورده‌های نفتی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۹۳۹: سال ۱۳۹۴، فراورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به روش لامپ- روش آزمون

2-3 ASTM D6299:2013 Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance

2-4 ASTM D6792:2013 Practice for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories

---

1- Normative references



### ۳ اصول آزمون

۳-۱ نمونه در یک قایق سرامیکی مخصوص<sup>۱</sup> وزن می‌شود و سپس در یک کوره احتراقی با دمای °C ۱۳۵۰ در معرض اتمسفر اکسیژن قرار می‌گیرد. بیشترین گوگرد موجود می‌سوزد و به SO<sub>۲</sub> تبدیل می‌شود. پس از رفع رطوبت و غبار توسط تله‌ها، گوگرد با استفاده از یک آشکارساز مادون قرمز اندازه‌گیری می‌شود. یک ریزپردازنده، درصد جرمی گوگرد را با استفاده از وزن نمونه، انتگرال سیگنال خروجی از آشکارساز و یک ضریب کالیبراسیون از پیش تعیین شده محاسبه می‌کند. ضریب کالیبراسیون با استفاده از استانداردهایی نزدیک به ماده مورد آزمون، تعیین می‌شود.

### ۴ اهمیت و کاربرد

۴-۱ این استاندارد، روش آزمونی برای پایش مقدار گوگرد فراورده‌های نفتی مختلف و افزودنی‌ها ارائه می‌دهد. این اطلاعات می‌تواند برای پیش‌بینی کارایی، جابجایی یا ویژگی‌های فرایندی استفاده شود. در برخی موارد حضور ترکیبات گوگرد برای فراورده، سودمند است و پایش کاهش گوگرد می‌تواند اطلاعات مفیدی را ارائه دهد. در موارد دیگر، حضور ترکیبات گوگرد برای فرایند یا کاربرد فراورده، زیان‌آور است.

### ۵ مواد و/یا واکنشگرها

#### ۵-۱ خلوص واکنشگرها

در همه آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با خلوص آزمایشگاهی استفاده شود، مگر این‌که به صورت دیگری مشخص شده باشد. درجات خلوص دیگر به شرط عدم کاهش صحت اندازه‌گیری نیز می‌توانند استفاده شوند.

۵-۲ تسریع‌کننده احتراق، منیزیم اکساید (کمک احتراق) یا آلوندام<sup>۲</sup> (AL<sub>۲</sub>O<sub>۳</sub>).

۵-۳ منیزیم پرکلرات، بدون آب.

هشدار- علاوه بر رعایت سایر موارد ایمنی، منیزیم پرکلرات را با احتیاط، جابجا کنید و از تماس آن با اسید و مواد آلی پرهیزید چون ممکن است واکنش این ماده با سوخت شدید باشد.

۵-۴ اکسیژن (بسیار خشک)، اکسیژن باید حداقل دارای خلوص ۹۹٫۵ درصد باشد و در اندازه‌گیری شاهد، گوگرد قابل تشخیصی را نشان ندهد.

هشدار- اکسیژن، احتراق را به شدت تسریع می‌کند.

1- Special ceramic boat

2- Alundum

۵-۵ واندیم پنتا اکساید ( $V_2O_5$ )، بدون آب، پودر شده

۵-۶ نمونه‌های (های) کنترل کیفیت (QC)<sup>۱</sup>، ترجیحاً اجزایی از یک یا چند فراورده نفتی که پایدار و نماینده‌ای از نمونه‌های موردنظر هستند. نمونه‌های QC می‌توانند برای بررسی اعتبار مراحل آزمون و کارایی دستگاه شرح داده شده در بند ۱۱، به کار روند.

## ۶ وسایل

۱-۶ کوره نوع مقاومتی، قادر به حفظ دمای حداقل  $1350^{\circ}C$

۲-۶ جاذب، طبق روش آزمون ASTM D1266.

۳-۶ سیستم احتراق و آشکارسازی مادون قرمز، شامل ترازوی خودکار، کنترل‌های جریان اکسیژن، لوله‌های خشک‌کننده، کوره احتراقی، آشکارساز مادون قرمز و ریزپردازنده. کوره باید قادر به حفظ دمای عملیاتی اسمی معادل  $1350^{\circ}C$  باشد.

۴-۶ الک، با مش  $60(250 \mu m)$

## ۷ نمونه برداری

۱-۷ نمونه برداری را طبق استاندارد ملی شماره ۴۱۸۹ انجام دهید.

## ۸ آماده‌سازی دستگاه

۱-۸ کوره از نوع مقاومتی- آشکارسازی IR<sup>۲</sup> - دستگاه را طبق دستورالعمل‌های سازنده سوار و تنظیم کنید. ریزپردازنده را راه اندازی کنید، منابع نیرو را بررسی، فشار اکسیژن و جریان‌ها را تنظیم و دمای کوره را تا  $1350^{\circ}C$  تنظیم کنید.

۱-۱-۸ یک دستگاه گازشوی (جمع‌آوری‌کننده گاز) حاوی منیزیم پرکلرات تازه<sup>۳</sup> را با چهار نمونه کک (در صورت آزمون نمونه‌های کک نفتی) یا با چهار نمونه فراورده نفتی که نماینده یا نمونه‌ای از انواع نمونه مورد آزمون هستند، آماده کنید.

---

1- Quality control  
2- Infrared detection  
3- Fresh anhydrous scrubber

۲-۱-۸ ترازوی خودکار را طبق دستورالعمل‌های سازنده کالیبره کنید.

## ۹ استانداردسازی

### ۱-۹ تعیین ضریب استانداردسازی

۱-۱-۹ چون اثراتی مانند فراریت نمونه نیز می‌تواند بر بازیافت نسبی  $SO_2$  حاصل از گوگرد موجود در نمونه، تأثیر گذارد، لازم است که ضریب استانداردسازی را تعیین کنید. با استفاده از یک نمونه روغن با مقدار گوگرد دقیقاً معلوم و مشابه نوع نمونه مجهول، مراحل شرح داده شده در بندهای ۹ تا ۱۲ را انجام دهید.

۲-۱-۹ ضریب کالیبراسیون را برای نوع خاصی از نمونه مورد آزمون (روغن روان‌کننده، کک نفتی، سوخت باقی‌مانده)، طبق توصیه‌های سازنده، تعیین کنید.

۲-۹ کنترل کیفیت - یک نمونه کنترل کیفیت آزمایشگاهی مناسب را روزانه، چند بار آزمون کنید. در صورتی که مقدار مشاهده شده در محدوده قابل قبول نمودار کنترل کیفیت قرار می‌گیرد، اندازه‌گیری‌های نمونه را انجام دهید.

## ۱۰ آماده‌سازی کک

۱-۱۰ فرض می‌شود که نمونه نماینده برای آزمون تهیه شده است. اگر نمونه کک، خشک نباشد، توصیه می‌شود که نمونه را قبل از آسیاب کردن، خشک کنید.

۲-۱۰ نمونه را به گونه‌ای آسیاب کنید تا از الک با مش ۶۰ عبور کند.

۳-۱۰ ماده الک‌شده را تا رسیدن به وزن ثابت در  $105^{\circ}C$  تا  $110^{\circ}C$  خشک کنید.

## ۱۱ آزمون نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)

۱-۱۱ هر روز که نمونه‌ها آزمون می‌شوند، یک نمونه QC باید آزمون شود تا روش آزمون و کارایی دستگاه تأیید شوند. البته ممکن است نمونه‌های QC بیشتری آزمون شوند. با نمونه‌های QC باید براساس تنظیم نوع کوره استفاده شده توسط آزمایشگاه، طبق بند ۱۲ رفتار شود.

۱۱-۲ در صورتی که توافق نامه‌های کنترل کیفیت / تضمین کیفیت (QC/QA)<sup>۱</sup> از قبل برای سهولت آزمون، موجود باشند، ممکن است برای تأیید اعتبار نتیجه آزمون به کار روند.

۱۱-۳ در صورتی که هیچ توافق نامه QC/QA برای سهولت آزمون موجود نباشد، پیوست الف می‌تواند به عنوان سیستم QC/QA به کار رود.

## ۱۲ روش با کوره مقاومتی - آشکارسازی IR

۱۲-۱ اجازه دهید تا سیستم گرم شود و کوره به دمای عملیاتی برسد.

۱۲-۲ پس از اطمینان از همگنی نمونه، مقدار مناسبی از نمونه را طبق توصیه‌های سازنده دستگاه، انتخاب کنید. به عنوان مثال برای آزمون نمونه‌های مایع، g ۰٫۱۳ و نمونه‌های جامد g ۰٫۴ را بردارید.

۱۲-۳ مقدار شاهد سیستم را تعیین و یادداشت کنید.

۱۲-۴ نمونه‌های جامد را درون قایق‌های احتراق، توزین و وزن‌های خالص را یادداشت کنید. در مورد نمونه‌های مایع، مراحل بندهای ۱۲-۴-۱ تا ۱۲-۴-۴ را انجام دهید. می‌توانید قبل از شروع یک سری سوزاندن، چندین نمونه را توزین و در ریزپردازنده ذخیره کنید.

۱۲-۴-۱ یک سوم ظرفیت قایق احتراق را با پودر MgO یکنواخت پخش شده، پر کنید.

۱۲-۴-۲ با استفاده از قاشقک، شیار کوچکی بر روی پودر MgO ایجاد کنید.

۱۲-۴-۳ قایق احتراق را بر روی ترازو قرار دهید و مقدار مناسبی از نمونه را درون شیار برش پودر MgO بریزید. وزن را یادداشت و وارد دستگاه کنید.

۱۲-۴-۴ قایق احتراق را از روی ترازو بردارید و پودر MgO را اضافه کنید تا دو سوم ظرفیت قایق احتراق پر شود.

یادآوری - اگر در مورد نمونه‌های روغنی خاص، با تکرارپذیری غیرقابل قبولی مواجه شدید، تسریع کننده احتراق نظیر  $V_2O_5$  یا سایر کمک احتراق‌ها می‌تواند جایگزین MgO گردد.

هشدار - چون  $V_2O_5$  می‌تواند موجب آسیب‌رسانی به سرامیک‌های کوره گردد بنابراین با احتیاط از آن استفاده کنید.

۱۲-۵ جریان اکسیژن را برقرار کنید و قایق را درون کوره احتراق قرار دهید.

۶-۱۲ پس از تکمیل آزمون، نتیجه را از ریزپردازنده بخوانید.

۷-۱۲ قایق احتراق مورد آزمون را از کوره بردارید.

۸-۱۲ آزمون‌ها را تکرار کنید تا اختلاف دو نتیجه، کمتر از مقدار تکرارپذیری روش باشد.

### ۱۳ محاسبه

۱-۱۳ همه نتایج را با استفاده از ریزپردازنده گزارش کنید.

۲-۱۳ میانگین دو نتیجه را گزارش کنید.

### ۱۴ گزارش آزمون

۱-۱۴ در گستره درصد جرمی گوگرد از ۰/۰۵ تا ۵/۰۰، نتیجه را با تقریب ۰/۰۱ درصد گزارش کنید. در گستره درصد جرمی گوگرد از ۵ تا ۳۰، نتیجه را با تقریب ۰/۱ درصد گزارش کنید.

### ۱۵ کنترل کیفیت

۱-۱۵ با آزمون یک نمونه QC که پایدار و نماینده نمونه مورد آزمون است، کارایی روش آزمون را تأیید کنید.

۱-۱-۱۵ در صورتی که توافق‌نامه‌های QC/QA، قبلاً برای سهولت آزمون، موجود باشند، ممکن است برای تأیید اعتبار نتیجه آزمون، به کار روند.

۲-۱-۱۵ در صورتی که هیچ توافق‌نامه QC/QA برای سهولت آزمون، موجود نباشد، پیوست الف می‌تواند برای این منظور استفاده گردد.

### ۱۶ دقت و اریبی<sup>۱</sup>

۱-۱۶ برای فراورده‌های نفتی با روش‌های IR

دقت این روش آزمون، با استفاده از تجربیات آماری نتایج بین‌آزمایشگاهی، در جدول ۱ ذکر شده است.

### ۱-۱-۱۶ تکرارپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون به دست آمده از یک آزمایشگر با همان وسایل و شرایط ثابت بر روی مواد آزمون یکسان در فواصل زمانی طولانی و اجرای صحیح و معمول طبق این روش آزمون، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد می تواند از مقادیر جدول ۱ بیشتر شود (با سطح اطمینان ۹۵ درصد).

### ۲-۱-۱۶ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل به دست آمده از آزمایشگرهای متفاوت در آزمایشگاه های مختلف بر روی مواد آزمون یکسان در فواصل زمانی طولانی، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد می تواند از مقادیر جدول ۱ بیشتر شود (با سطح اطمینان ۹۵ درصد).

جدول ۱- تکرارپذیری و تجدیدپذیری فراورده های نفتی

تجدیدپذیری	تکرارپذیری	گستره درصد جرمی گوگرد
۰٫۱۳	۰٫۰۴	۰٫۵ تا ۰٫۰
۰٫۲۱	۰٫۰۷	۱٫۰ تا ۰٫۵
۰٫۲۷	۰٫۰۹	۲٫۰ تا ۱٫۰
۰٫۳۸	۰٫۱۲	۳٫۰ تا ۲٫۰
۰٫۴۴	۰٫۱۳	۴٫۰ تا ۳٫۰
۰٫۴۹	۰٫۱۶	۵٫۰ تا ۴٫۰

### ۲-۱۶ برای کک های نفتی با روش های IR

دقت روش آزمون، با استفاده از تجربیات آماری نتایج بین آزمایشگاهی، طبق زیر است:

### ۱-۲-۱۶ تکرارپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون به دست آمده از یک آزمایشگر با همان وسایل و شرایط ثابت بر روی مواد آزمون یکسان در فواصل زمانی طولانی و اجرای صحیح و معمول طبق این روش آزمون، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد می تواند از مقادیر معادله (۱) بیشتر شود (با سطح اطمینان ۹۵ درصد).

$$r = 0.05 X \quad (1)$$

که  $X$ ، میانگین دو نتیجه آزمون است.

۲-۲-۱۶ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل به دست آمده از آزمایشگرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف بر روی مواد آزمون یکسان در فواصل زمانی طولانی، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد می‌تواند از مقادیر معادله (۲) بیشتر شود (با سطح اطمینان ۹۵ درصد).

$$R = 0.22 X \quad (2)$$

که  $X$ ، میانگین دو نتیجه آزمون است.

۳-۱۶ اریبی

اریبی این روش آزمون تعیین نشده است.

پیوست الف  
(آگاهی دهنده)  
کنترل کیفیت

الف-۱ با آزمون یک نمونه کنترل کیفیت (QC)، کارایی دستگاه یا روش آزمون را تأیید کنید.

الف-۲ قبل از پایش مراحل اندازه‌گیری، کاربر روش باید مقدار میانگین و حدود کنترلی نمونه QC را تعیین کند (ASTM MNL7 , ASTM D6299 , ASTM D6792 را ببینید).

الف-۳ نتایج QC را یادداشت و با استفاده از نمودارهای کنترلی یا دیگر روش‌های آماری معادل، تحلیل کنید تا وضعیت کنترل آماری کل مراحل آزمون معین شود (ASTM MNL7 , ASTM D 6299 , ASTM D6792 را ببینید). هر داده خارج از کنترلی باید علت‌یابی شود. نتایج این بررسی ممکن است (اما نه لزوماً) در کالیبراسیون مجدد دستگاه، نتیجه‌بخش باشد.

الف-۴ در غیاب الزامات ذکر شده در روش آزمون، تکرار آزمون QC بستگی به بحرانی بودن کیفیت مورد اندازه‌گیری، پایداری نشان داده شده مراحل آزمون و الزامات مشتری دارد. به طور عمومی، هر روز که نمونه‌های عادی آزمون می‌شوند، یک نمونه QC نیز باید آزمون شود. اگر تعداد زیادی نمونه به طور روزمره آزمون می‌شوند، نمونه‌های QC بیشتری باید آزمون شوند. به هر حال زمانی که معلوم شود کنترل آماری برای آزمون وجود دارد، تعداد آزمون‌های QC می‌تواند کاهش یابد. دقت نمونه QC باید در برابر دقت روش ASTM بررسی شود تا از کیفیت داده‌ها مطمئن شوید.

الف-۵ توصیه می‌شود در صورت امکان، نوع نمونه QC که به طور عادی آزمون می‌شود، نماینده موادی باشد که به طور روزمره آزمون می‌شوند. تعداد کافی نمونه QC باید برای دوره زمانی موردنظر در دسترس و در شرایط نگه‌داری پیش‌بینی شده، یکنواخت و پایدار باشد.

الف-۶ برای راهنمایی بیشتر در مورد QC و روش‌های کنترل نموداری ASTM MNL7 , ASTM D 6299 , ASTM D 6792 را ببینید.