



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۳۳۷۸

چاپ اول

ISIRI

13378

1st. Edition

نفت و فرآورده‌های مرتبط - اندازه‌گیری مقدار
کلر و برم - طیف سنجی فلورسانس
اشعه ایکس طول موج پاشنده

**Petroleum and related products-
Determination of chlorine and bromine
content- Wave length- dispersive X-ray
fluorescence spectrometry.**

ICS:75.080

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بینالمللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سا زمانها 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، مؤسسه استاندارد 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 آنها 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 مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

- 1- International organization for Standardization
- 2 - International Electro technical Commission
- 3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)
- 4 - Contact point
- 5 - Codex Alimentarius Commission-

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
« نفت و فرآورده‌های مرتبط - اندازه‌گیری مقدار کلر و برم - طیف سنجی فلورسانس اشعه
ایکس طول موج پاشنده »

رئیس:

سمت و/ یا نمایندگی
عضو هیأت علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

زرگر، بهروز
(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

دانشگاه شهید چمران اهواز

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شرکت کشت و صنعت فارابی

آریز، افشین
(فوق لیسانس خاکشناسی)

شرکت ملی مناطق نفت خیز جنوب - اداره پژوهش
فناوری

بیت سعید، علی
(فوق لیسانس شیمی)

شرکت ملی مناطق نفت خیز جنوب - اداره پژوهش
فناوری

حسن زاده، مهدی
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

دانشگاه شهید چمران اهواز

خسروی نیا، سارا
(لیسانس شیمی)

جامعه کنترل کیفیت

دوستی خواه، سمیرا
(لیسانس شیمی)

دانشگاه شهید چمران اهواز

عچرش، احمد
(فوق لیسانس فیزیک)

شرکت کشت و صنعت فارابی

کریمی، رویا
(لیسانس مهندسی شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ه	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۲	۵ وسایل
۳	۶ نمونه‌ها و نمونه برداری
۴	۷ محلول های کالیبراسیون
۵	۸ کالیبراسیون
۷	۹ روش انجام آزمون
۷	۱۰ محاسبه
۸	۱۱ بیان نتایج
۸	۱۲ دقت
۸	۱۳ گزارش آزمون

پیش گفتار

استاندارد " نفت و فرآورده‌های مرتبط- اندازه‌گیری مقدار کلر و برم- طیف سنجی فلورسانس اشعه ایکس طول موج پاشنده " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط دانشگاه شهید چمران اهواز تهیه و تدوین شده و در هفتصد و سی و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۸۹/۱۰/۰۹ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک 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 .

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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ISO 15597: 2001, Petroleum and related products- Determination of chlorine and bromine content- Wave length- dispersive X-ray fluorescence spectrometry.

نفت و فرآورده‌های مرتبط - اندازه‌گیری مقدار کلر و برم - طیف سنجی فلورسانس اشعه ایکس طول موج پاشنده

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

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار کلر و برم موجود در فرآورده‌های نفتی مایع، روغن‌ها و سیالات سنتزی و افزودنی‌های فرآورده‌های نفتی (شامل روغن‌های استفاده شده) که در حلال‌های آلی با مقدار قابل صرف نظر کردن یا کاملاً مشخص از کلر/ برم، محلول هستند، می باشد. روش برای فرآورده‌ها و افزودنی‌های دارای مقادیر کلر در محدوده ۰/۰۰۰۵٪ (جرمی/جرمی) تا ۰/۱۰۰۰٪ (جرمی/جرمی) و مقادیر برم در محدوده ۰/۰۰۱۰٪ (جرمی/جرمی) تا ۰/۱۰۰۰٪ (جرمی/جرمی) کاربرد دارد. عناصر دیگر عموماً مزاحم نیستند، اگرچه سرب در مقادیر بیش از ۰/۱۵۰۰٪ (جرمی/جرمی) ممکن است ایجاد مزاحمت کند (یادآوری-۲ را ببینید).

یادآوری ۱- در این استاندارد، عبارت "٪ (جرمی/جرمی)" برای نشان دادن کسر جرمی یک ماده به کار رفته است.
یادآوری ۲- روان‌کننده‌های استفاده شده به دلیل دارا بودن عناصر مزاحم در غلظت‌های نسبتاً زیاد ممکن است باعث بروز مشکلات خاصی شود. به طور کلی برای روان‌کننده‌های استفاده شده، حد پایین تر حساسیت ممکن است ۰/۰۰۵٪ (جرمی/جرمی) باشد. حتی هنگامی که شرایط آخربند پاراگراف ۹-۳ اعمال شده باشد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی 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 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 کاربرد این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران ۴۱۸۹: سال ۱۳۷۷- روش‌های نمونه برداری دستی از مواد فرآورده‌های نفتی
- 2-2 ISO 3170: 1988, petroleum liquids- manual sampling.
- 2-3 ISO 3171: 1988, petroleum liquids- Automatic pipeline sampling.
- 2-4 ISO 4259: 1992, petroleum products- Determination and application of precision data in relation to methods of test.

۳ اصول آزمون

آزمونه و محلول بیسموت به عنوان استاندارد داخلی در یک نسبت جرمی مشخص مخلوط می شوند و در سلول نمونه در معرض تابش اولیه لوله اشعه^۱ ایکس قرار می گیرد. سرعت های شمارش ناشی از خطوط فلورسانس $K\alpha$ کلر در 0.4729 نانومتر و $M\beta$ بیسموت در 0.4909 نانومتر، یا $K\alpha$ برم در 0.1041 نانومتر و $L\alpha$ بیسموت در 0.1144 نانومتر در اثر برانگیخته شدن و سرعت شمارش تابش زمینه در 0.4807 نانومتر یا 0.1085 نانومتر اندازه گیری می شوند و نسبت کل سرعت های شمارش محاسبه می شود. مقدار کلر و/یا برم نمونه توسط منحنی های کالیبراسیون تهیه شده براساس استانداردهای کالیبراسیون کلر و/یا برم تهیه شده، تعیین می شود.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

۴-۱ روغن بی رنگ^۲ (روغن پارافینی سبک)، درجه خلوص بالا، حداکثر مقدار گوگرد یک میلی گرم در کیلوگرم.

۴-۲ ترکیب کلر، ۱- کلرواکتان یا دیگر ترکیب کلردار محلول در روغن که مقدار کلر کاملاً مشخصی داشته و برای تهیه استانداردهای اولیه استفاده شود. مقدار کلر باید با صحت مشخص و با تقریب 0.1% (جرمی/جرمی) کاملاً مشخص شده باشد.

۴-۳ ترکیب برم، ۲.۲.۱.۱- تترابروماتان یا ترکیب برم دار محلول در روغن دیگری که مقدار برم کاملاً مشخصی داشته و برای تهیه استانداردهای اولیه استفاده شود. مقدار برم با تقریب 0.1% (جرمی/جرمی) مشخص شده باشد.

هشدار- ۲.۲.۱.۱- تترابروماتان در صورت تنفس و بلع بی نهایت سمی است. احتیاط های مناسب برای عملیات حمل هنگام باز کردن ظرف نگه دارنده و وزن کردن باید رعایت شود.

۴-۴ مواد مرجع تأیید شده^۳، از یک سازمان استانداردهای ملی یا تهیه کننده های تأیید شده با مقادیر تأیید شده کلر و/یا برم جهت رسم منحنی های کالیبراسیون تجزیه های متداول تهیه شود.

۴-۵ ترکیب بیسموت، تری فنیل بیسموت، با حداقل خلوص 98%

۴-۶ ۲- اتیل هگزانوئیک اسید، با حداقل خلوص 98%

۵ وسایل

۵-۱ اسپکترومتر فلورسانس اشعه ایکس طول موج - پاشنده، هر اسپکترومتر مناسبی که بتواند سرعت های شمارش فلورسانس اشعه ایکس $Cl-K\alpha$ ، $Br-K\alpha$ ، $Bi-M\beta$ و $Bi-L\alpha$ را اندازه گیری کرده و شرایط داده شده در جدول ۱ را فراهم کند. اسپکترومتر باید براساس دستورالعمل کارخانه سازنده تنظیم شود.

1- x-ray tube

2- White oil

3- Certified reference materials

جدول ۱- الزامات عمومی اسپکترومتر

اجزاء	الزامات
آند	روبیوم، اسکاندیم، کرم یا هر آند لوله‌ای دیگری که بتواند زمان‌های شمارش را با دقت مورد نیاز تنظیم کند.
موازی کننده ^a (در صورت استفاده)	پهن برای کلر، باریک برای برم
کریستال تجزیه کننده ^b	ژرمانیم برای کلر، لیتیم فلورید (LiF) برای برم، یا هر بلور مناسب دیگر برای پاشندگی طول موج های مورد نیاز در جدول ۲ در گستره زاویه‌ای اسپکترومتر
مسیر نوری	هلیوم
پنجره سلول ^c	فیلم پلی استر یا پلی پروپیلن، عاری از کلر و برم، ضخامت ۲ میکرومتر تا ۶ میکرومتر
آشکارساز ^d	شمارشگر تناسبی ^e مجهز به تفکیک کننده ارتفاع پالس. شمارشگر جرقه زن ^f با تفکیک کننده ارتفاع پالس برای برم، ترجیح داده می‌شود.
a Collimator b Analyzing crystal c Cell window d Detector e Proportional counter f Scintillation counter	

- ۵-۲ ترازوی تجزیه‌ای، قادر به اندازه‌گیری با تقریب ۰٫۱ میلی‌گرم.
- ۵-۳ همگن کننده^۱، بدون هوادهی، یا سرعت بالا، یا گرم‌کن دارای هم‌زن مغناطیسی یا التراسونیک.
- ۵-۴ صافی از نوع شیشه‌ای^۲، با اندازه حفره ۱۰ میکرومتر تا ۶۰ میکرومتر.
- ۵-۵ بالن‌ها، با ظرفیت ۲۵ میلی‌لیتر تا ۱۰۰ میلی‌لیتر، گردن باریک، مخروطی، ساخته شده از شیشه بروسیلیکات و مجهز به درپوش شیشه‌ای سر سنباده‌ای.

۶ نمونه‌ها و نمونه‌برداری

- ۶-۱ به غیر از موارد مشخص شده نمونه باید مطابق روش کار تعیین شده در استانداردهای ISO 3170 ISO 3171 برداشته شود.
- ۶-۲ آزمون‌ها از نمونه‌ها بعد از مخلوط کردن و تقسیم‌بندی‌های کوچکتر تهیه شوند. نمونه‌های با گرانی بالا را تا دمایی که نمونه به حالت سیال تبدیل شود، حرارت داده و در صورت نیاز توسط همگن کننده یا هم‌زن (۳-۵) همگن کنید.
- یادآوری- در این دستور کار عبارت "نمونه" شامل محلول‌های تهیه شده از افزودنی‌ها، فرآورده‌های نفتی جامد و نیمه جامد می‌باشد که به صورت مناسب آماده شده و/یا رقیق شده‌اند.

1- Homogenizer
2-Sintered glass

۷ محلول‌های کالیبراسیون

۱-۷ کلیات

از مواد مرجع تأیید شده (طبق بند ۴-۴) یا از استانداردهای اولیه تهیه شده از ترکیبات کلر (طبق بند ۴-۲) و/یا ترکیبات برم (طبق بند ۴-۳) که در روغن بی‌رنگ حل شده (طبق بند ۴-۱) به عنوان مبنایی برای تهیه محدوده مناسبی از محلول‌های ذخیره استفاده کنید.

۲-۷ تهیه محلول‌های ذخیره

۱-۲-۷ محلول‌های ذخیره برم و کلر

مقداری از ترکیب کلر (طبق بند ۴-۲) یا ترکیب برم (طبق بند ۴-۳) را جهت تهیه محلول‌های ذخیره حدود ۰/۱۰٪ جرمی نسبت به کلر یا برم، با تقریب ۰/۱۰۰٪ (جرمی/جرمی) محاسبه کرده، با تقریب ۰/۱ میلی‌گرم وزن کنید. سپس در روغن بی‌رنگ (طبق بند ۴-۱) در دمای اتاق حل کنید. محتویات را به طور کامل با استفاده از همگن‌کننده (طبق بند ۵-۳) مخلوط کرده و در بالن شیشه‌ای (۵-۵) مجهز به درپوش ذخیره کنید. پیشنهاد می‌شود که از یک پلی‌تترافلورواتیلن (PTFE)^۱ یا میله مغناطیسی پوشانده شده با شیشه و دستگاه همزن جهت مخلوط کردن محتویات بالن استفاده شود. مقدار دقیق کلر و/یا برم، w_2 ، را بر حسب درصد جرمی، در هر مورد از مقادیر روغن بی‌رنگ و ترکیبات مورد استفاده، تا سه رقم اعشار توسط معادله ۱ محاسبه کنید.

$$w_2 = \frac{m_c \times w_1}{m_c + m_0} \quad (1)$$

که در آن:

m_c جرم ترکیب کلر یا برم، بر حسب گرم؛
 w_1 مقدار کلر یا برم ترکیب، بر حسب درصد جرمی؛
 m_0 جرم روغن بی‌رنگ، بر حسب گرم.

۲-۲-۷ محلول بیسموت

مقدار مناسب از تری‌فنیل بیسموت (طبق بند ۴-۵) را جهت تهیه محلول ۱٪ جرمی محلول در روغن بی‌رنگ با تقریب ۰/۱ میلی‌گرم، وزن کنید. تری‌فنیل بیسموت را در روغن بی‌رنگ توسط همزدن و گرم کردن تا دمایی کمتر از ۸۰ °C حل کنید. ۲- اتیل‌هگزانوئیک اسید (طبق بند ۴-۶) ۵٪ (جرمی/جرمی) را به محلول اضافه کنید. با عبور دادن از صافی (۴-۵) هرگونه کدورت باقی مانده مخلوط حرارت داده شده را حذف کنید. در یک بطری یا بالن شیشه‌ای غیر قابل نفوذ در برابر هوا ذخیره کنید. محلول بیسموت را در صورتی که در برابر رطوبت محافظت شود، می‌توان برای چندین ماه نگهداری کرد. باید هرگونه کدورتی که دلالت بر نامناسب بودن محلول دارد، حذف شود.

۱- Polytetrafluorethylene

۳-۷ تهیه محلول‌های استاندارد

محلول‌های استاندارد دارای مقادیر 0.10005% (جرمی/جرمی)، 0.10010% (جرمی/جرمی)، 0.10020% (جرمی/جرمی)، 0.10050% (جرمی/جرمی)، 0.10100% (جرمی/جرمی)، 0.10250% (جرمی/جرمی) و 0.10500% (جرمی/جرمی) کلر و/یا برم را از محلول‌های ذخیره (بند ۷-۲-۱) تهیه کنید. با تقریب 0.1 میلی گرم مقداری از محلول ذخیره را برای تهیه حدود 25 گرم محلول استاندارد در بالن (بند ۵-۵) وزن کرده و با روغن بی‌رنگ (بند ۴-۱) رقیق کنید. دوباره با تقریب 0.1 میلی‌گرم وزن کرده و به طور کامل در دمای اتاق مخلوط کنید. مقدار کلر یا برم، w_3 ، بر حسب درصد جرمی در هر محلول را با تقریب 0.100001% (جرمی/جرمی) توسط معادله ۲ محاسبه کنید. محلول‌ها را به بطری‌های شیشه‌ای تیره رنگ مجهز به درپوش نفوذ ناپذیر، که مقدار بر روی هر بطری نوشته شده است، منتقل کنید.

$$w_3 = \frac{w_2 (m_2 - m_1)}{m_3 - m_1} \quad (2)$$

که در آن:

m_1 جرم بالن بر حسب گرم؛

m_2 جرم بالن و محلول ذخیره، بر حسب گرم؛

m_3 جرم بالن، محلول ذخیره و روغن بی‌رنگ، بر حسب گرم.

۴-۷ تهیه محلول‌های کالیبراسیون

مجموعه‌ای از بالن‌ها طبق بند (۵-۵) را وزن کرده و مقداری از هر محلول استاندارد (بند ۷-۳) را جداگانه به بالن‌ها اضافه کنید. همچنین مقداری از هر محلول ذخیره (بند ۷-۲-۱) و روغن بی‌رنگ (بند ۴-۱) را به بالن‌های وزن شده اضافه کنید. دوباره وزن کنید. هر کدام را با محلول بیسموت (بند ۷-۲-۲) با نسبت $1:10$ مخلوط کرده، در دمای اتاق به طور کامل مخلوط کنید. مقدار هر محلول بدست آمده جهت پر کردن سلول‌های نمونه اسپکترومتر کافی می‌باشد.

یادآوری - معمولاً از مجموع (0.1 ± 25) گرم محلول همراه با (0.1 ± 2.5) گرم محلول بیسموت حجم مناسبی حاصل می‌شود.

۵-۷ نگهداری استانداردها

مواد مرجع تأیید شده را مطابق با دستورکار سازمان تأیید کننده نگه داری کرده و در محدوده زمانی تعیین شده استفاده کنید.

استانداردهای تهیه شده از روغن بی‌رنگ و ترکیبات برم و/یا کلر را در بطری‌های شیشه‌ای تیره درپوش‌دار در محلی تاریک و خنک نگه داری کنید.

۸ کالیبراسیون

۱-۸ کلیات

بعد از اینکه اسپکترومتر (۵-۱) نصب و بررسی گردید، گاز هلیم را به درون مسیر نوری تزریق کنید.

۸-۲ اندازه‌گیری‌ها

هر کدام از محلول‌های کالیبراسیون (طبق بند ۷-۴) را به سلول نمونه منتقل کرده و به ترتیب افزایش مقدار کلر یا برم در اسپکترومتر برای قرار گرفتن در معرض تابش اولیه، قرار دهید. سرعت‌های شمارش، I ، را در طول موج‌های تعیین شده در جدول ۲ اندازه‌گیری کرده و فقط از یک تابش زمینه در یک طول موج مناسب برای لوله اشعه ایکس استفاده کنید. یادآوری- سرب در اندازه‌گیری‌های زمینه در طول موج کوتاه کنار خط برم مزاحم است. کل زمان تابش را تا حد امکان کاهش دهید. تابش فلورسانس اشعه ایکس را برای هر محلول کلر و/یا برم و در ادامه بیسموت اندازه‌گیری کنید. برای تابش کلر یا برم، زمان اندازه‌گیری نباید بیش از ۱۰۰ ثانیه، یا در صورت استفاده از یک لوله پنجره انتهایی^۱ نباید بیش از ۴۰ ثانیه باشد. یک دستورکار اندازه‌گیری که حداقل ۵۰۰۰۰ پالس برای تابش $Bi-M\beta$ یا $Bi-L\alpha$ در طی مدت زمان کل اندازه‌گیری تولید کند، انتخاب کنید.

جدول ۲- طول موج‌های تابش فلورسانس اشعه ایکس و زمینه

طول موج nm	تابش
۰٫۴۷۲۹	کلر $Cl-K\alpha$
۰٫۴۹۰۹	بیسموت (Cl) $Bi-M\beta$
۰٫۴۸۰۷	زمینه، Cl B, Cl
۰٫۱۰۴۱	برم $Br-K\alpha$
۰٫۱۱۴۴	بیسموت (Br) $Bi-L\alpha$
۰٫۱۰۸۵	زمینه، Br $B-Br$

نسبت‌های کل شمارش $R_{\circ,Cl}$ و $R_{\circ,Br}$ را با استفاده از معادله ۳ یا معادله ۴ محاسبه کنید.

$$R_{\circ,Cl} = \frac{I_{Cl} - I_{B,Cl}}{I_{Bi,Cl} - I_{B,Cl}} \quad (۳)$$

$$R_{\circ,Br} = \frac{I_{Br} - I_{B,Br}}{I_{Bi,Br} - I_{B,Br}} \quad (۴)$$

که در آن:

I_{Cl} سرعت شمارش برای $Cl-K\alpha$ ؛

$I_{Bi,Cl}$ سرعت شمارش برای $Bi-M\beta$ ؛

$I_{B,Cl}$ سرعت شمارش برای تابش زمینه (کلر)؛

I_{Br} سرعت شمارش برای $Br-K\alpha$ ؛

$I_{Bi,Br}$ سرعت شمارش برای $Bi-L\alpha$ ؛

$I_{B,Br}$ سرعت شمارش برای تابش زمینه (برم) است.

۳-۸ منحنی های کالیبراسیون

با رسم نسبت شمارش R_0 محلول های کالیبراسیون به صورت جداگانه در برابر مقدار کلر و/یا برم منحنی های کالیبراسیون برای کلر و/یا برم را رسم کنید. یادآوری - یک معادله چندگانه ممکن است برای آنالیز ریاضی نتایج تجربی نیاز باشد.

۴-۸ بررسی

منحنی های کالیبراسیون را به طور مرتب بعد از تهیه هر محلول تازه بیسموت بررسی کنید. در هنگام استفاده منظم، حداقل ۲ نقطه را بر روی هر منحنی کالیبراسیون در فواصل زمانی کمتر از هر شش ماه، چندین مرتبه بررسی کنید. اگر نتایج بررسی از منحنی تفاوت داشته و بیشتر از تکرارپذیری این استاندارد باشد، یک منحنی کالیبراسیون جدید رسم کنید.

۹ روش انجام آزمون

۱-۹ از عاری بودن همه ظروف شیشه ای آزمایشگاهی از کلر و/یا برم و هوای آزمایشگاه که نباید حاوی هرگونه بخاری از حلال های هالوژن دار باشد، اطمینان حاصل کنید.

۲-۹ (25 ± 0.1) گرم نمونه که باید تجزیه شود را با تقریب 0.1 میلی گرم درون یک بالن تجزیه ای طبق بند (۵-۵) وزن کرده، (2.5 ± 0.1) گرم محلول بیسموت (طبق بند ۷-۲-۲) را که با تقریب مشابه ای وزن شده است را به آن اضافه کنید. به سرعت درپوش را قرار داده و با استفاده از همگن کننده (طبق بند ۵-۳) به طور کامل همگن کرده و در دمای کمتر از 50°C به آرامی حرارت دهید.

۳-۹ محلول را در دمای اتاق خنک کرده، به یک سلول نمونه منتقل کنید و آن را برای قرار گرفتن در معرض تابش اولیه، در اسپکترومتر قرار دهید. سرعت های شمارش، I ، در طول موج های تعیین شده همراه با تابش های زمینه را اندازه گیری کنید. سرعت های شمارش، I_{Bi} را برای خطوط مناسب بیسموت اندازه گیری کرده و نسبت شمارش $R_{0,Cl}$ یا $R_{0,Br}$ را توسط معادله ۳ و/یا معادله ۴ محاسبه کنید.

اگر تشکیل حباب یک مشکل تشخیص داده شد و اگر مقادیر کلر و برم همزمان مورد نیاز باشد، محلول را در دو سلول نمونه جهت کاهش زمان کل تابش دهی تقسیم کنید و غلظت ها را جداگانه اندازه گیری کنید. اگر عناصر مزاحم برای مثال سرب در مقادیر بیش از 0.15% (جرمی/جرمی) موجود باشد. از موازی کننده اولیه با قدرت تفکیک بیشتر از آنچه به طور معمول استفاده می شود برای اندازه گیری $Cl - K\alpha$ توصیه می شود، استفاده کنید.

۱۰ محاسبه

مقدار کلر و/یا برم را توسط منحنی های کالیبراسیون رسم شده (طبق بند ۳-۸) قرائت کنید. اگر مقدار کلر یا برم بیش از مقدار تعیین شده در دامنه کاربرد این استاندارد است، نمونه را با روغن بی رنگ (طبق بند ۴-۱) رقیق کرده و دستور کار مشخص شده در بند (۳-۹) و (۲-۹) را تکرار کنید. یادآوری - دستگاه های جدید شامل یک سیستم کامپیوتری هستند که منحنی کالیبراسیون و نتایج حاصل را ذخیره می کند.

۱۱ بیان نتایج

با تقریب ۰/۰۰۰۱٪ (جرمی/جرمی) یا با تقریب یک میلی‌گرم بر کیلوگرم مقدار کلر و/یا برم نمونه را گزارش کنید.

۱۲ دقت

۱-۱۲ کلیات

دقت را توسط آزمون‌های آماری طبق استاندارد ISO 4259، نتایج آزمون درون آزمایشگاهی ارائه شده در بندهای (۲-۱۲) و (۳-۱۲) تعیین کنید.

۲-۱۲ تکرارپذیری

تفاوت میان نتایج به دست آمده از دو آزمون با مواد آزمونی مشابه، توسط یک آزمایشگر با دستگاه‌های مشابه و تحت شرایط عملیاتی یکسان است. در شرایط عملیاتی صحیح روش آزمون فقط در یک مورد از بیست مورد از نتایج داده شده در جدول ۳ بیشتر می باشد.

۳-۱۲ تجدید پذیری

تفاوت میان دو نتیجه آزمون مستقل و منفرد که توسط آزمایشگرهای مختلف، در آزمایشگاه‌های متفاوت با مواد آزمون یکسان است. در شرایط عملیاتی صحیح روش آزمون فقط در یک مورد از بیست مورد از نتایج داده شده در جدول ۳ تجاوز می کند.

جدول ۳- داده‌های دقت

تجدید پذیری درصد (جرمی/جرمی) $[mgr/kg]$	تکرارپذیری درصد (جرمی/جرمی) $[mgr/kg]$	مقدار هالوزن درصد (جرمی/جرمی) $[mgr/kg]$
		کلر
۰/۰۰۰۳ [۳]	۰/۰۰۰۱۵ [۱، ۵]	۰/۰۰۰۵ تا ۰/۰۰۱۰ [۵ تا ۱۰]
۰/۰۰۰۶ [۶]	۰/۰۰۰۳ [۳]	۰/۰۰۱۰ تا ۰/۰۰۵۰ $>[۱۰ تا ۵۰]$
۰/۰۰۱۰ [۱۰]	۰/۰۰۰۵ [۵]	۰/۰۰۵۰ تا ۰/۰۱۰۰ $>[۵۰ تا ۱۰۰]$
* ۱۰٪ نسبی	* ۳٪ نسبی	۰/۰۱۰۰ تا ۰/۱۰۰۰ $>[۱۰۰ تا ۱۰۰۰]$
		برم
۰/۰۰۰۵ [۵]	۰/۰۰۰۲ [۲]	۰/۰۰۱۰ تا ۰/۰۰۵۰ [۱۰ تا ۵۰]
۰/۰۰۱۰ [۱۰]	۰/۰۰۰۳ [۳]	۰/۰۰۵۰ تا ۰/۰۱۰۰ $>[۵۰ تا ۱۰۰]$
* ۱۰٪ نسبی	* ۳٪ نسبی	۰/۰۱۰۰ تا ۰/۱۰۰۰ $>[۱۰۰ تا ۱۰۰۰]$

* بر اساس مقدار میانگین محاسبه شده از ۲ نتیجه است.

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل حداقل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۳ استاندارد ملی ایران که این آزمون براساس آن انجام شده است؛

۲-۱۳ تمامی اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه، آزمایشگاه و تاریخ آزمون؛
۳-۱۳ نتایج آزمون " به بند ۱۱ رجوع کنید " ؛
۴-۱۳ جزئیات لازم برای شناسایی نمونه؛
۵-۱۳ هر پدیده قابل توجه و غیرمعمول در طول اندازه‌گیری؛
۶-۱۳ هرگونه عملی که در این استاندارد بیان نشده یا عمل اختیاری که ممکن است تأثیری بر نتایج حاصله داشته باشد.