



سیستم مدیریت ایزو  
www.isomanagement.ir

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

☎ ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

☎ ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۵۴۶۶

چاپ اول

۱۳۹۷

INSO

15466

1st.Edition

2018

هیدروکربن‌های گازی و گازهای نفتی مایع  
شده (LPG) - تعیین گوگرد کل فرار با  
استفاده از فلورسانس فرابنفش -  
روش آزمون

**Gaseous hydrocarbons and liquefied  
petroleum gases(LPG) - Determination of  
total volatile sulfur by ultraviolet  
fluorescence - Test method**

ICS: 75.160.30

استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۴۶۶ (چاپ اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

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: ۸۱۱۴۰۳۲۸ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.gov.ir](mailto:standard@isiri.gov.ir)

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

**Iranian National Standardization Organization (INSO)**

No.2592Valiasr 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.gov.ir](mailto:standard@isiri.gov.ir)

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

## 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، نهادهای 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 استاندارد 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

«هیدروکربن‌های گازی و گازهای نفتی مایع شده (LPG) - تعیین گوگرد کل فرار با استفاده از فلورسانس فرابنفش - روش آزمون»

رئیس:

امین منش، عباس  
(دکتری شیمی آلی)

سمت و/یا محل اشتغال:

هیئت علمی - دانشگاه پیام نور همدان

دبیر:

فرهادبیگی، جعفر  
(کارشناسی شیمی)

کارشناس مسئول امور استاندارد - اداره استاندارد ایلام

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بگی زاده، سجاد  
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کارشناس امور استاندارد - اداره استاندارد شهرستان مهران

خزایی، فرشاد  
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

کارشناس مسئول آزمایشگاه شیمی - دانشگاه صنعتی شریف

شهبازی، امیر  
(کارشناسی مهندسی گاز)

کارشناس - شرکت ملی نفت ایران

شاه امیری، زهره  
(کارشناسی مدیریت بازرگانی)

رئیس انجمن حمایت از حقوق مصرف کنندگان - شهرستان مهران

صیدی، بهنام  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

دبیر انجمن مدیران کنترل کیفیت استان ایلام

طلوع، علی  
(دکتری شیمی کاربردی)

مهندس ناظر - اداره کل نظارت بر صادرات و مبادلات نفتی

فتاحی مقدم، سعدی  
(کارشناسی شیمی)

رئیس اداره استاندارد شهرستان دره شهر - اداره کل استاندارد ایلام

فتح الهی، روح الله  
(دکتری شیمی آلی)

مدیر کنترل کیفیت شرکت گاز اکیژن عزیزصیفی

**اعضا:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

قامشلو، جهانشاه  
(دیپلم تجربی)

کاظمی، سید حجت الله  
(دکتری شیمی تجزیه)

کاکي، تیمور  
(دیپلم تجربی)

ناصری، سعید  
(کارشناسی ارشد نفت)

نظری، سجاد  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

**ویراستار:**

افتخاری دافچاهی، سمیه  
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

**سمت و/یا محل اشتغال:**

مدیر کنترل کیفیت- شرکت پرسی گاز ایلام

پژوهنده ارشد- پژوهشگاه صنعت نفت

مدیر کنترل کیفیت- شرکت پگاه گاز ایلام

کارشناس حفاری- شرکت ملی نفت ایران

کارشناس امور استاندارد - اداره کل استاندارد استان ایلام

کارشناس استاندارد- شرکت رویان پژوهان سینا

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	پیش‌گفتار
د	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ وسایل
۲	۴-۱ کوره
۲	۴-۲ لوله احتراق
۳	۴-۳ کنترل جریان
۳	۴-۴ لوله خشک کن
۳	۴-۵ آشکارساز فلورسانس فرابنفش
۳	۴-۶ سامانه ورودی نمونه
۵	۴-۷ نوار ثبت نمودار
۵	۵ مواد و/یا واکنش‌گرها
۵	۵-۱ خلوص واکنش‌گرها
۵	۵-۲ گاز بی اثر
۵	۵-۳ اکسیژن
۵	۵-۴ استانداردهای کالیبراسیون
۶	۵-۵ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)
۶	۶ خطرات
۶	۷ نمونه برداری
۶	۸ آماده‌سازی دستگاه
۷	۹ کالیبراسیون و استانداردسازی
۸	۹-۵-۱ کالیبراسیون چند نقطه‌ای
۸	۹-۵-۲ کالیبراسیون یک نقطه‌ای
۹	۱۰ روش اجرای آزمون
۹	۱۲ روش محاسبه
۱۱	۱۳ گزارش آزمون
۱۱	۱۳ کنترل کیفیت

صفحه	عنوان
۱۱	۱۴ دقت و اریبی
۱۲	۱۴-۲ تکرارپذیری (r)
۱۲	۱۴-۳ تجدیدپذیری (R)
۱۲	۱۴-۴ اریبی
۱۴	پیوست الف (آگاهی دهنده) پایش کنترل کیفیت
۱۵	پیوست ب نکات عملیاتی و ملاحظات ایمنی
۱۷	پیوست پ توصیه‌های ایمنی
۱۸	کتاب‌نامه



## پیش‌گفتار

استاندارد «هیدروکربن‌های گازی و گازهای نفتی مایع شده (LPG) - تعیین گوگرد کل فرار با استفاده از فلورسانس فرابنفش - روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در یکصد و بیست و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد تجهیزات و فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۷/۰۳/۲۱ 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 کمیسیون‌های 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 D6667: 2014, Standard Test Method for Determination of Total Volatile Sulfur in Gaseous Hydrocarbons and Liquefied Petroleum Gases by Ultraviolet Fluorescence

## مقدمه

مقدار گوگرد موجود در LPG مورد استفاده به عنوان سوخت، در نشر گاز  $SO_x$  مشارکت داشته و می‌تواند منجر به خوردگی موتور و سیستم‌های آگزوز گردد. برخی از فرایندهای کاتالیستی که در پالایش نفت و مواد شیمیایی به کار می‌روند، می‌توانند به وسیله مواد دارای گوگرد در خوراک پالایش مسموم گردند. این روش آزمون می‌تواند به تعیین مقدار گوگرد در خوراک فرآیند، جهت اندازه‌گیری گوگرد در محصولات نهایی و همچنین برای تعیین انطباق با مقررات قابل قبول که به صورت اختیاری وضع شده است کاربرد دارد.

## هیدروکربن‌های گازی و گازهای نفتی مایع شده (LPG) - تعیین گوگرد کل فرار با استفاده از فلورسانس فرابنفش - 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

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین گوگرد کل فرار در هیدروکربن‌های گازی و گازهای نفتی مایع شده (LP)<sup>۱</sup> است. این استاندارد برای تجزیه مواد طبیعی، فرآوری شده و محصول نهایی به کار می‌رود. دقت برای مقدار گوگرد در هیدروکربن‌های گازی در محدوده ۱ mg/kg تا ۱۰۰ mg/kg و در گازهای نفتی مایع شده (LPG) در محدوده ۱ mg/kg تا ۱۹۶ mg/kg تعیین شده است.

یادآوری- تخمین حد ادغام شده کمی‌سازی (PLOQ)<sup>۲</sup>، اطلاعات مربوط به پایداری نمونه و دیگر اطلاعات کلی از مطالعات بین آزمایشگاهی بر روی دقت را می‌توان به گزارشات تحقیقاتی ASTM ارجاع داد.

در این روش آزمون ممکن است ترکیبات گوگرد که تحت شرایط آزمون تبخیر نمی‌شوند، شناسایی نشود. این روش آزمون برای تعیین گوگرد کل فرار در گازهای نفتی مایع شده (LPG)<sup>۳</sup> حاوی ۳۵٪ (جرمی/جرمی) هالوژن (ها) به کار می‌رود.

### ۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده است، بنابراین 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:

یادآوری- در صورت اختلاف در ترجمه اصطلاحات انگلیسی به فارسی متن انگلیسی ملاک عمل خواهد بود.

#### 2-1 ASTM D 1070, Test Methods for Relative Density of Gaseous Fuels

- 
- 1- Liquefied Petroleum
  - 2- Pooled limit of quantification
  - 3- Liquefied Petroleum Gases

2-2 ASTM D 1265, Practice for Sampling Liquefied Petroleum (LP) Gases, Manual Method

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۴۷: سال ۱۳۹۳، فرآورده های نفتی - گازهای نفتی مایع شده-نمونه برداری به روش دستی، با استفاده از استاندارد ASTM D1265: 2011 تدوین شده است.

2-3 ASTM D 3700, Practice for Obtaining LPG Samples Using a Floating Piston Cylinder.

2-4 ASTM D 5287, Practice for Automatic Sampling of Gaseous Fuels

2-5 ASTM D 6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

2-6 GPA 2166, Obtaining Natural Gas Samples for Analysis by Gas Chromatography

2-7 GPA 2174, Obtaining Liquid Hydrocarbon Samples for Analysis by Gas Chromatography

### ۳ اصول آزمون

برای تزریق نمونه های گازی از یک شیر نمونه گرم شده استفاده می شود. نمونه های گاز نفتی مایع شده (LPG) توسط یک شیر نمونه متصل به یک محفظه انبساط گرم شده تزریق می شوند. نمونه های گازی سپس وارد یک لوله احتراق با دمای بالا شده که در آن گوگرد در یک محیط غنی از اکسیژن به دی اکسید گوگرد ( $SO_2$ ) اکسید می شود. آب تولید شده طی احتراق نمونه حذف می شود و سپس گازهای احتراق نمونه در معرض تابش فرابنفش (UV) قرار می گیرند. گاز  $SO_2$  از تابش فرابنفش انرژی جذب کرده و به  $SO_2$  برانگیخته تبدیل می شود. نشر فلورسانس از  $SO_2$  برانگیخته شده که به حالت  $SO_2$  پایدار برمی گردد توسط یک لوله فتومولتی پلایر آشکار می شود که سیگنال حاصله، مقدار گوگرد موجود در نمونه را نشان می دهد.

هشدار - قرار گرفتن بیش از اندازه در معرض تابش فرابنفش برای سلامتی مضر است. کاربر نباید بدن و به ویژه چشم های خود را در معرض تابش مستقیم فرابنفش قرار دهد. همچنین کاربر نباید در معرض نور غیرمستقیم و/یا پراکنده شده قرار گیرد.

### ۴ وسایل

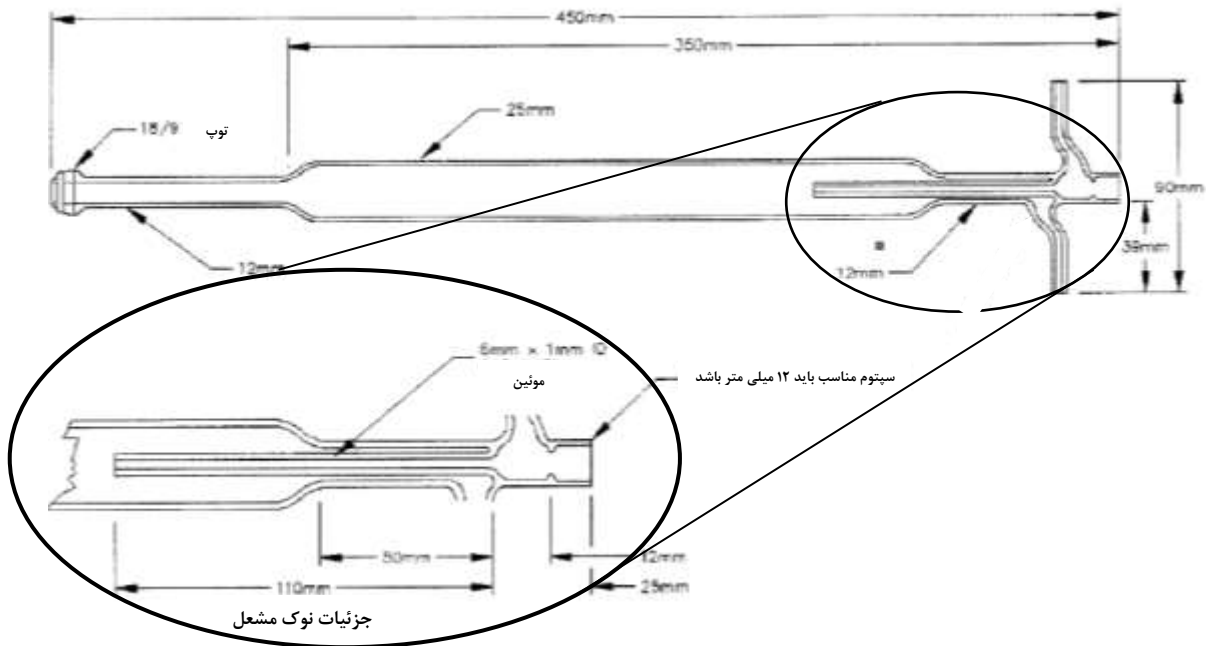
#### ۱-۴ کوره

یک کوره الکتریکی با قابلیت نگهداری دمای  $(1075 \pm 25)^\circ C$  جهت تجزیه حرارتی کل نمونه و اکسید کردن گوگرد به  $SO_2$  مناسب می باشد.

#### ۲-۴ لوله احتراق

یک لوله احتراق از جنس کوارتز که امکان تزریق مستقیم نمونه به داخل منطقه اکسیداسیون گرم کوره را فراهم می نماید. لوله احتراق باید بازوهای جانبی برای ورود اکسیژن و گاز حامل را دارا باشد. بخش

اکسیداسیون برای اطمینان از احتراق کامل نمونه باید به اندازه کافی بزرگ باشد (به شکل ۱ مراجعه شود) (به بند ۱۰-۳ مراجعه شود).



شکل ۱- مثالی از یک لوله تجزیه حرارتی از جنس کوارتز با تزریق مستقیم

#### ۳-۴ کنترل جریان

دستگاه باید به یک کنترل کننده جریان که قادر به حفظ عرضه ثابت اکسیژن و گاز حامل در نرخهای معین باشد، مجهز گردد.

#### ۴-۴ لوله خشک کن

دستگاه باید مجهز به مکانیسمی جهت حذف بخار آب تشکیل شده در طی احتراق نمونه باشد. این امر را می توان توسط یک لوله خشک کن غشایی یا یک خشک کن نفوذی که از یک عمل موئینگی انتخابی برای حذف آب استفاده می کند، انجام داد.

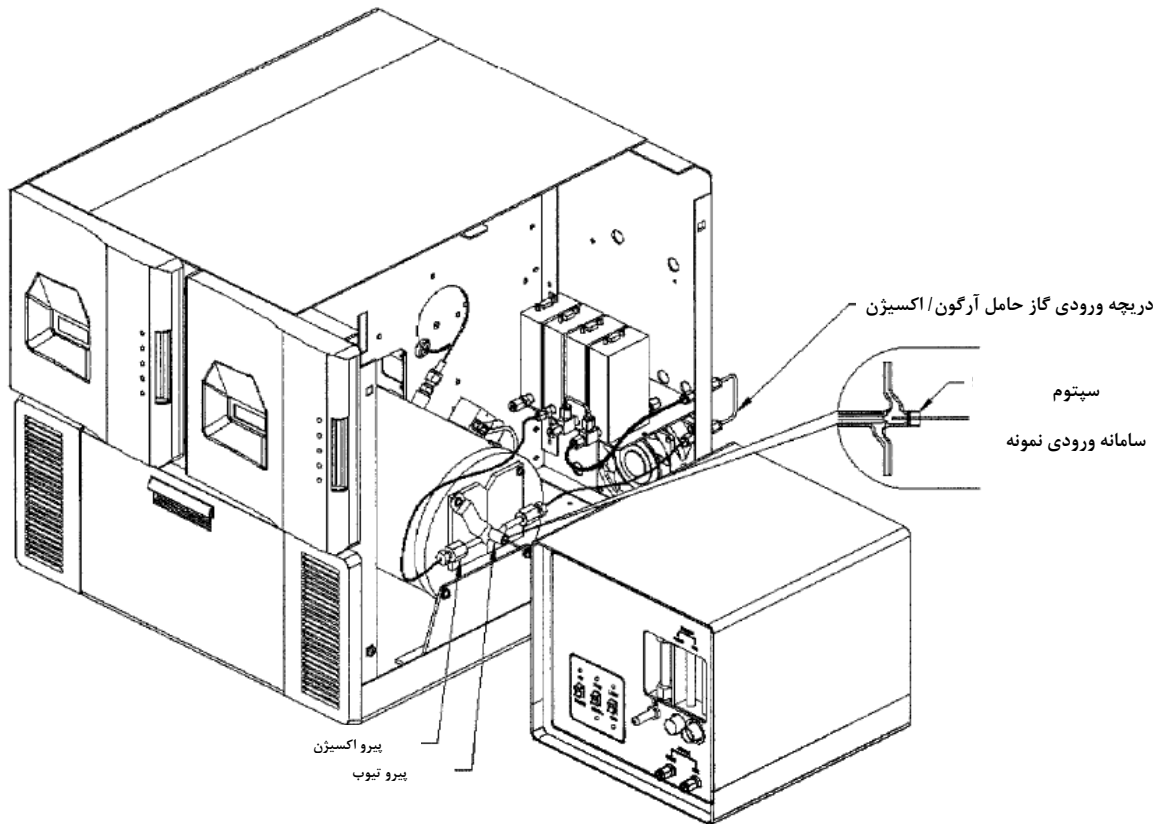
#### ۵-۴ آشکارساز فلورسانس فرابنفش

یک آشکارساز کمی که قادر به اندازه گیری میزان نور نشر یافته از فلورسانس دی اکسید گوگرد به وسیله تابش فرابنفش باشد.

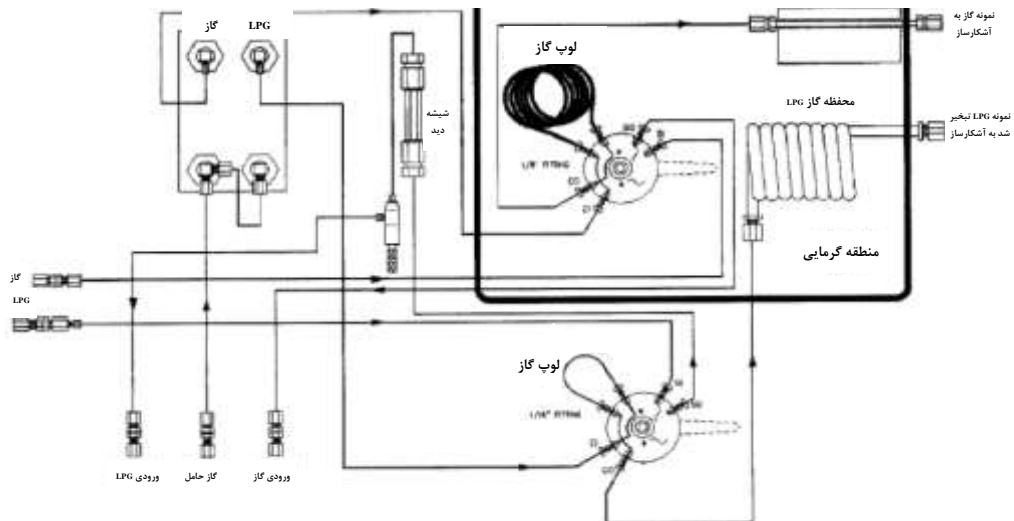
#### ۶-۴ سامانه ورودی نمونه

این سامانه یک دریچه نمونه برداری گاز گرم شده یا یک دریچه نمونه برداری گاز نفتی مایع شده یا هر دو را با یک محفظه انبساط گرم به ناحیه اکسیداسیون متصل می کند، (به شکل ۲ مراجعه شود). این سامانه

توسط یک گاز حامل بی اثر جاروب شده و باید قادر به تحویل کمی مواد برای تجزیه در منطقه اکسیداسیون در نرخ کنترل شده و قابل تکرار حدود ۳۰ ml/min باشد (به شکل ۳ مراجعه شود).



شکل ۲- مثالی از دریچه آنالیزور کل گوگرد و شیر نمونه برداری مایع یا گازی



شکل ۳- مسیر جریان سامانه ورودی نمونه

#### ۴-۷ نوار ثبت نمودار

داده‌های الکترونیکی که به صورت انتگرال گیری یا ثبت کننده ارائه میشود (اختیاری).

#### ۵ مواد و/یا واکنش‌گرها

##### ۱-۵ خلوص واکنش‌گرها

فقط از واکنشگرهایی با خلوص آزمایشگاهی استفاده کنید. موادی با خلوص دیگر نیز ممکن است استفاده شوند، مشروط بر آنکه ابتدا معلوم شود که این مواد دارای خلوص کافی هستند تا کاربرد آنها، بدون کاهش صحت اندازه‌گیری‌ها مجاز گردد.

##### ۲-۵ گاز بی اثر

فقط آرگون یا هلیوم با درجه خلوص بالا (کروماتوگرافی یا درجه صفر)، کمینه خلوص % ۹۹/۹۹۸، بیشینه رطوبت ۵ mg/kg.

هشدار- آرگون یا هلیوم ممکن است تحت فشار بالا به صورت فشرده باشند (به بند ۶ مراجعه شود).

##### ۳-۵ اکسیژن

درجه خلوص بالا (کروماتوگرافی یا درجه صفر)، کمینه خلوص % ۹۹/۷۵، بیشینه رطوبت ۵ mg/kg (خشک شده بر روی غریبال‌های مولکولی).

هشدار- اکسیژن به شدت قابل احتراق است و ممکن است به صورت فشرده تحت فشار بالا باشند.

#### ۴-۵ استانداردهای کالیبراسیون

استانداردهای کالیبراسیون گواهی شده از مراکز تجاری یا گازهای کالیبراسیون تهیه شده با استفاده از دستگاه لوله نفوذپذیر موردنیاز است. در جدول ۱، منابع گوگرد و مواد رقیق‌کننده مورد استفاده در طول مطالعات بین آزمایشگاهی ارائه شده است.

یادآوری ۱- سایر منابع گوگرد و مواد رقیق‌کننده در صورتی که دقت و صحت را کاهش ندهند، می‌توانند مورد استفاده قرار گیرند.

یادآوری ۲- استانداردهای کالیبراسیون معمولاً بسته به تکرار استفاده و مدت زمان انتشار، به صورت منظم ترکیب شده و مجدد گواهی می‌شوند. این استانداردهای کالیبراسیون ممکن است طول عمر مفیدی بین ۶ ماه تا ۱۲ ماه داشته باشند.

جدول ۱- مثالی از مواد استاندارد

منبع گوگرد	رقیق کننده
دی متیل سولفید	N - بوتان ایزو - بوتان پروپیلن پروپان

۵-۵ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)<sup>۱</sup>

ترجیحا بخشی از یک یا چند گاز یا مواد گاز LP هستند که پایدار بوده و نمایانگر نمونه‌های موردنظر می‌باشند.

۶ خطرات

دمای بالا، هیدروکربن‌های قابل اشتعال و گازهای تحت فشار از خطرات این روش آزمون می‌باشند. برای نگهداری هیدروکربن‌های تحت فشار از ظروف نمونه و دستگاه‌های انتقال نمونه مجاز استفاده کنید. هنگام استفاده از مواد قابل اشتعال در نزدیکی کوره اکسایش، اقدامات احتیاطی را به کار ببرید.

۷ نمونه‌برداری

۱-۷ یک نمونه مطابق با استانداردهای ASTM، ASTM D 3700، ASTM D 5287، ASTM F307 یا ASTM D1265 یا GPA 2174 یا GPA 2166 تهیه کنید. نمونه‌ها را در سریع‌ترین زمان ممکن بعد از برداشت از توده مواد، آنالیز کنید تا از کاهش گوگرد یا آلودگی ناشی از در معرض قرار گرفتن یا تماس با ظروف نمونه جلوگیری شود.

۲-۷ اگر نمونه بلافاصله مورد استفاده قرار نگیرد، آن را قبل از گرفتن آزمون در ظرفش کاملاً مخلوط نمایید. استفاده از ظروف نمونه جدا شده یا مخصوص می‌تواند به کاهش آلودگی متقاطع<sup>۲</sup> و بهبود پایداری نمونه کمک کند.

۸ آماده سازی دستگاه

۱ - Quality control

۲ - cross-contamination فرآیندی که توسط آن باکتری یا سایر آلودگی‌ها به طور غیر مستقیم از یک ماده یا یک شیء به یکدیگر منتقل می‌شوند.



- ۱-۸ دستگاه را سوار کنید و طبق دستورالعمل سازنده، آن را برای نشتی بررسی نمایید.
- ۲-۸ مثالی از تنظیمات دستگاه و شرایط آن در جدول ۲ ارائه شده است.
- ۳-۸ حساسیت دستگاه، پایداری خط مبنا و اجرای روش‌های صفر کردن دستگاه را طبق دستورالعمل سازنده تنظیم کنید.

جدول ۲- مثالی از شرایط عملکردی معمول

دمای سامانه ورودی نمونه	$(۸۵ \pm ۲۰) ^\circ C$
سامانه تزریق نمونه گاز حامل	۳۰ ml/min تا ۲۵ ml/min
دمای کوره	$(۱۰۷۵ \pm ۲۵) ^\circ C$
تنظیم جریان اکسیژن کوره	۴۵۰ ml/min تا ۳۷۵ ml/min
تنظیم جریان اکسیژن ورودی	۳۰ ml/min تا ۱۰ ml/min
تنظیم جریان گاز حامل ورودی	۱۶۰ ml/min تا ۱۳۰ ml/min
حجم نمونه گاز	۲۰ ml تا ۱۰ ml
حجم نمونه LPG	۱۵ $\mu$ l

## ۹ کالیبراسیون و استانداردسازی

۹-۱ از جدول ۳ استفاده نموده و یک گستره کالیبراسیون بر اساس غلظت گوگرد پیش‌بینی شده در نمونه‌هایی که تجزیه شده‌اند را انتخاب نمایید. به طور ترجیحی از یک ترکیب گوگرد و یک رقیق‌کننده نماینده نمونه‌ها برای تجزیه استفاده کنید (به یادآوری مراجعه شود). جدول ۳ نشان دهنده گستره‌های نوعی است، اما در صورت لزوم ممکن است گستره‌های باریک‌تر از موارد مشخص شده مورد استفاده قرار گیرند. با این حال دقت روش استفاده از گستره‌های باریک‌تر از موارد مشخص شده تعیین نشده است. از استانداردهای استفاده شده برای کالیبراسیون غلظت نمونه‌های مورد تجزیه اطمینان حاصل کنید.

یادآوری- تعداد استانداردهای استفاده شده در هر منحنی ممکن است متفاوت باشد.

جدول ۳- محدوده کالیبراسیون گوگرد و غلظت‌های استاندارد

منحنی ۱ گوگرد mg/kg	منحنی ۲ گوگرد mg/kg	منحنی ۳ گوگرد mg/kg
شاهد	شاهد	شاهد
۵	۱۰	۵۰
۱۰	۵۰	۱۰۰
	۱۰۰	۲۰۰

۲-۹ به وسیله شیر نمونه در موقعیت بارگذاری، مخزن نمونه تحت فشار را به شیر نمونه سامانه ورودی نمونه متصل نمایید.

۳-۹ مقدار کمی مواد تزریق شده را به وسیله پرکردن لوپ نمونه از سامانه شیر نمونه برای ماتریس مورد تجزیه به دست آورید (به جدول ۲ و یادآوری ۱ و ۲ مراجعه شود).

یادآوری ۱- تزریق ثابت یا اندازه نمونه مشابه برای همه مواد تحت تجزیه در یک گستره عملکردی انتخاب شده، شرایط احتراق پایدار و سهولت محاسبه نتایج را ارتقاء می‌بخشد.

یادآوری ۲- ممکن است از یک دستگاه انتقال و تزریق خودکار استفاده شود.

۱-۳-۹ لوپ نمونه را با ماده کالیبره‌کننده کافی شستشو دهید تا مطمئن شوید مواد تزریق شده نماینده نمونه گرفته شده است.

۲-۳-۹ برای نمونه‌های LPG، در صورتی که حباب‌ها در قسمت قابل مشاهده ستون مایع وجود دارد، حلقه نمونه را به منظور معرفی یک قسمت جدید نمونه مایع شستشو دهید.

۴-۹ تجزیه‌گر را روشن کنید و مطابق با دستورالعمل‌های سازنده مواد کالیبراسیون را تزریق کنید.

۵-۹ دستگاه را با استفاده از یکی از تکنیک‌های زیر تنظیم کنید.

#### ۱-۵-۹ کالیبراسیون چند نقطه‌ای

۱-۱-۵-۹ هنگامی که دستگاه دارای امکان خود کالیبراسیون داخلی معمول است، استانداردهای کالیبراسیون و شاهد را سه بار با استفاده از روش‌های شرح داده شده در زیربند ۲-۹ و ۴-۹ تجزیه کنید.

۲-۱-۵-۹ برای به دست آوردن غلظت گوگرد، تجزیه‌گر را مطابق دستورالعمل‌های سازنده کالیبره کنید (به بند ۱۳ مراجعه شود). این منحنی به طور معمول خطی است و عملکرد سامانه در روزهای استفاده را باید حداقل یکبار در روز بررسی کنید (به یادآوری مراجعه شود).

یادآوری- در صورت عدم کاهش دقت و صحت ممکن است دیگر تکنیک‌های منحنی کالیبراسیون استفاده شود. تکرار کالیبراسیون ممکن است به وسیله نمودارهای کنترل کیفیت یا دیگر تکنیک‌های تضمین کیفیت/ کنترل کیفیت تعیین شود.

#### ۲-۵-۹ کالیبراسیون یک نقطه‌ای

۱-۲-۵-۹ از یک استاندارد کالیبراسیون (زیربند ۴-۵) با مقدار گوگرد نزدیک به نمونه تجزیه شده استفاده کنید (بیشینه  $\pm 25\%$ ).

۲-۲-۵-۹ از دستورالعمل‌های سازنده دستگاه برای ایجاد صفر دستگاه (شاهد دستگاه) به وسیله انجام تجزیه بدون تزریق استاندارد کالیبراسیون پیروی نمایید.

۳-۲-۵-۹ اندازه‌گیری استاندارد کالیبراسیون را حداقل سه بار انجام دهید.

۹-۲-۵-۴ ضریب کالیبراسیون، K، در هر نانوگرم گوگرد (counts/ng S) همانگونه که در زیربند ۲-۱۱ شرح داده شده است را محاسبه کنید.

## ۱۰ روش اجرای آزمون

۱۰-۱ با استفاده از روش شرح داده شده در بند ۷ یک آزمون را تهیه کنید. به طور معمول غلظت گوگرد در آزمون کمتر از غلظت بالاترین استاندارد و بیشتر از غلظت کمترین استاندارد مورد استفاده در کالیبراسیون است.

۱۰-۲ پاسخ آزمون را با استفاده از یکی از روش‌های شرح داده شده در زیربند ۲-۹ تا ۴-۹ اندازه‌گیری کنید.

۱۰-۳ لوله احتراق و سایر اجزای مسیر جریان را جهت تایید اکسیداسیون کامل آزمون بررسی کنید.

۱۰-۳-۱ هنگامی که کک یا دوده مشاهده می‌شود، نرخ تزریق یا اندازه نمونه یا هر دو را به کوره کاهش دهید.

۱۰-۴ تمیز کردن و کالیبراسیون مجدد، قسمت‌های کک شده و دوده گرفته را مطابق با دستورالعمل‌های سازنده تمیز کرده و مجدد کالیبره نمایید. بعد از هر تمیزکاری یا تنظیم کردن، دستگاه را جمع کرده و برای نشت کردن بررسی کنید. برای تجزیه مجدد آزمون، دوره کالیبراسیون دستگاه را تکرار نمایید.

۱۰-۵ برای به دست آوردن یک نتیجه، هر آزمون را سه بار اندازه‌گیری نمایند و میانگین پاسخ آشکارساز را محاسبه کنید.

۱۰-۶ مقادیر چگالی موردنیاز برای محاسبات را با استفاده از استاندارد ASTM D1070 یا معادل آن، در دمایی که نمونه مورد آزمون قرار گرفته است، اندازه‌گیری کنید.

یادآوری- هنگامی که اجزای نمونه شناخته شده باشند، به شرطی که دقت و صحت کم نشود می‌توان از تکنیک‌های دیگر برای به دست آوردن دانسیته نمونه استفاده نمود.

## ۱۱ روش محاسبه

۱۱-۱ برای تجزیه‌گرهای کالیبره شده با استفاده از خودکالیبراسیون داخلی، مقدار گوگرد آزمون را با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$(1) \quad \text{گوگرد (mg/kg)} = \frac{G \times d}{s}$$

که در آن:

$d$  چگالی مخلوط استاندارد، بر حسب g/ml؛

$s$  چگالی نمونه، بر حسب g/ml؛

$G$  محتوای گوگرد آزمونه، بر حسب  $\text{mg/kg}$ .

۱۱-۲ برای تجزیه‌گرهای کالیبره شده با استفاده از کالیبراسیون یک نقطه‌ای، ضریب کالیبراسیون (زیربند ۱۰-۵-۲-۴) با استفاده از معادلات زیر محاسبه می‌شود:

$$k = \frac{A_c}{M_c \times S_{cg}} \quad (۲)$$

یا

$$k = \frac{A_c}{V_c \times S_{cv}} \quad (۳)$$

که در آن:

$A_c$  پاسخ آشکارساز پیوسته، برای مقادیر استاندارد کالیبراسیون؛

$M_c$  جرم استاندارد کالیبراسیون تزریق شده بر حسب میلی‌گرم که به طور مستقیم یا از مقدار حجم تزریق شده و چگالی محاسبه شده است.

$$M_c = V \times D_c \quad (۴)$$

که در آن:

$D_c$  دانسیته استاندارد کالیبراسیون دردمای اندازه‌گیری، بر حسب  $\text{g/ml}$ ؛

$V_c$  حجم استاندارد کالیبراسیون تزریق شده، بر حسب  $\mu\text{l}$ ؛

$S_{cg}$  مقدار گوگرد استاندارد کالیبراسیون، بر حسب  $\text{ml/kg}$ ؛

$S_{cv}$  مقدار گوگرد استاندارد کالیبراسیون، بر حسب  $\text{mg/l}$ .

۱۱-۲-۱ میانگین ضریب کالیبراسیون،  $K$ ، را محاسبه کرده و بررسی کنید که انحراف استاندارد با رواداری قابل قبول باشد. این ضریب کالیبراسیون باید روزانه تعیین شود.

۱۱-۲-۲ مقدار گوگرد،  $S$ ، نمونه را بر حسب  $\text{mg/kg}$  با استفاده از معادلات زیر محاسبه کنید:

$$S = \frac{A}{M \times K \times F_g} \quad (۵)$$

یا

$$S = \frac{A}{V \times K \times F_v} \quad (۶)$$

که در آن:

$K$  ضریب کالیبراسیون بر حسب مقدار در نانوگرم گوگرد؛

$M$  جرم محلول تزریقی آزمونه بر حسب میلی‌گرم، اندازه‌گیری شده به صورت مستقیم یا محاسبه شده از حجم تزریقی و چگالی:

$$M = V \times D \quad (Y)$$

که در آن:

$D$  چگالی محلول آزمونه در دمای اندازه‌گیری، بر حسب g/ml؛

$V$  حجم محلول آزمونه تزریق شده، بر حسب ml؛

$A$  پاسخ یکپارچه آشکارساز برای نمونه در تعداد شمارش؛

$F_g$  ضریب رقت جرم‌سنجی، جرم آزمونه/جرم آزمونه و حلال، بر حسب g/g؛

$F_v$  ضریب رقت حجم‌سنجی جرم آزمونه/حجم آزمونه و حلال، بر حسب g/ml.

## ۱۲ گزارش آزمون

برای نتایج معادل یا بیشتر از ۱۰ mg/kg، گزارش نتایج گوگرد را با تقریب mg/kg و برای نتایج کمتر از ۱۰ mg/kg نتایج گوگرد را با تقریب ۰٫۱ mg/kg گزارش کنید. در گزارش آزمون باید قید شود که نتایج بر طبق این روش آزمون به دست آمده است.

## ۱۳ کنترل کیفیت

۱۳-۱ عملکرد دستگاه یا روش اجرای آزمون را با تجزیه یک نمونه کنترل کیفیت (QC) (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود) بعد از هر کالیبراسیون و حداقل هر روز پس از استفاده، تایید نمایید.

۱۳-۱-۱ هنگامی که پروتکل‌های کنترل کیفیت (QC) / تضمین کیفیت (QA)<sup>۱</sup> از قبل در شرایط آزمون ایجاد شده باشند، ممکن است هنگام تایید اعتبار بخشی نتیجه آزمون به کار روند.

۱۳-۱-۲ هنگامی که هیچ پروتکل QC/QA از قبل در شرایط آزمون ایجاد نشده باشد، پیوست الف را می‌توان به عنوان سامانه QC/QA به کار برد.

## ۱۴ دقت و اریبی<sup>۲</sup>

۱۴-۱ داده‌های دقت و اریبی زیر از دو مطالعه جداگانه بین آزمایشگاهی حاصل شده است.

1-Quality assurance

2- bias

۲-۱۴ تکرارپذیری (r)، تفاوت بین دو نتیجه آزمون به دست آمده توسط آزمون گر واحد با همان دستگاه تحت شرایط عملکردی ثابت بر روی مواد آزمون مشخص در دراز مدت در عملکرد نرمال و درست آزمون، تنها در یک مورد از بیست مورد، بیشتر از مقادیر زیر می باشد که X برابر است با میانگین دو نتیجه آزمون. برای هیدروکربن های گازی با گوگرد در گستره ۱ mg/kg تا ۱۰۰ mg/kg:

$$r = 0,1152(X) \quad (8)$$

برای گازهای مایع (LPG) با گوگرد در گستره ۱ mg/kg تا ۱۹۶ mg/kg:

$$r = 0,2707X^{1/4} \quad (9)$$

۳-۱۴ تجدیدپذیری (R)، اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل به دست آمده با آزمون گره های متفاوت در آزمایشگاه های متفاوت بر روی مواد مشخص در دراز مدت در عملکرد نرمال و درست آزمون، تنها در یک مورد از بیست مورد، بیشتر از مقادیر زیر شد که X برابر است با میانگین دو نتیجه آزمون. برای هیدروکربن های گازی با گوگرد در گستره ۱ mg/kg تا ۱۰۰ mg/kg:

$$R = 0,3130(X) \quad (10)$$

برای گازهای مایع (LPG) با گوگرد در گستره ۱ mg/kg تا ۱۹۶ mg/kg:

$$r = 2,3205X^{1/4} \quad (11)$$

۴-۱۴ اریبی، اریبی برای این روش آزمون در طی مطالعات بین آزمایشگاهی به وسیله تجزیه جرم سنجی تایید شده استاندارد کالیبراسیون و مواد نمونه تهیه شده مطالعه گردیده و در سال ۲۰۰۰ به عنوان یک گزارش پژوهشی منتشر شده است. این گزارش نشان داد که نتایج به دست آمده در تکرارپذیری روش آزمون است.

۵-۱۴ مثال هایی از برآوردهای با دقت بالا برای مقادیر مطلق انتخابی X در جدول ۴ ارائه شده است.

جدول ۴- تکرارپذیری (r) و تجدیدپذیری (R)

تجدیدپذیری		تکرارپذیری		غلظت
LPG	هیدروکربن‌های گازی	LPG	هیدروکربن‌های گازی	گوگرد mg/kg
۲/۳	۰/۳	۰/۳	۰/۱	۱
۷/۲	۱/۶	۰/۸	۰/۶	۵
۲۲	۷/۸	۲/۶	۲/۹	۲۵
۳۶	۱۶	۴/۲	۵/۸	۵۰
۵۸	۳۱	۶/۸	۱۲	۱۰۰
۷۷	N/A	۹	N/A <sup>الف</sup>	۱۵۰
۹۳	N/A	۱۱	N/A	۱۹۶
N/A <sup>الف</sup> در محدوده هیدروکربن‌های گازی کاربرد ندارد.				

## پیوست الف

### (آگاهی دهنده)

#### پایش کنترل کیفیت

**الف-۱** عملکرد دستگاه یا روش آزمون را از طریق آنالیز نمونه(های) کنترل کیفیت تایید کنید.

**الف-۲** قبل از پایش فرایند اندازه‌گیری، نیاز است که کاربر روش آزمون، مقدار میانگین و محدوده‌های کنترل نمونه کنترل کیفیت را تعیین کند. به استاندارد ASTM D 6299 و مرجع [۱] در کتاب نامه مراجعه شود.

**الف-۳** نتایج کنترل کیفیت را ثبت و به وسیله نمودارهای کنترل یا روش‌های آماری معادل دیگر، آنالیز کنید تا وضعیت کنترل آماری فرایند آزمون کل مشخص شود. به استاندارد ASTM D 6299 و مرجع [۱] در کتاب‌نامه مراجعه شود. برای ریشه‌یابی، هرگونه اطلاعات خارج از کنترل را بررسی کنید. نتایج این بررسی ممکن است لزوماً منجر به کالیبراسیون مجدد دستگاه نشود.

**یادآوری-** در صورت عدم وجود الزامات صریح داده شده در روش آزمون، بند الف-۴، راهنمایی‌هایی برای تکرار آزمون کنترل کیفیت ارائه می‌دهد.

**الف-۴** تکرار آزمون کنترل کیفیت به طور بحرانی به کیفیت مورد اندازه‌گیری، پایداری اثبات شده فرآیند آزمون و الزامات مشتری بستگی دارد. به طور کلی، توصیه می‌شود یک نمونه کنترل کیفیت در هر روزی که آزمون انجام می‌شود با نمونه‌های معمول آنالیز شود. چنانچه تعداد زیادی نمونه به طور معمول مورد آنالیز قرار می‌گیرد، توصیه می‌شود تکرارهای کنترل کیفیت افزایش یابد. گرچه، هنگامی که اثبات شود آزمون تحت کنترل آماری است، تعداد آزمون‌های کنترل کیفیت ممکن است کاهش یابد. توصیه می‌شود، برای اطمینان از کیفیت داده‌ها، دقت آزمون نمونه کنترل کیفیت به صورت دوره‌ای در مقابل دقت روش ASTM بررسی شود. به استاندارد ASTM D 6299 و مرجع [۱] در کتاب نامه مراجعه شود.

**الف-۵** توصیه می‌شود در صورت امکان، نوع نمونه کنترل کیفیت که به طور منظم آزمون می‌شود، نماینده ماده معمول مورد آنالیز باشد. پیشنهاد می‌شود، منبع بزرگی از ماده نمونه کنترل کیفیت برای دوره زمانی استفاده مورد نظر امکان‌پذیر باشد و باید تحت شرایط نگهداری پیش‌بینی شده همگن و پایدار باشد.

**الف-۶** به استاندارد ASTM D 6299 و مرجع [۱] در کتاب‌نامه را برای راهنمایی بیشتر در مورد روش‌های رسم نمودار کنترل و کنترل کیفیت مراجعه شود.



## پیوست ب

### (آگاهی دهنده)

#### نکات عملیاتی و ملاحظات ایمنی

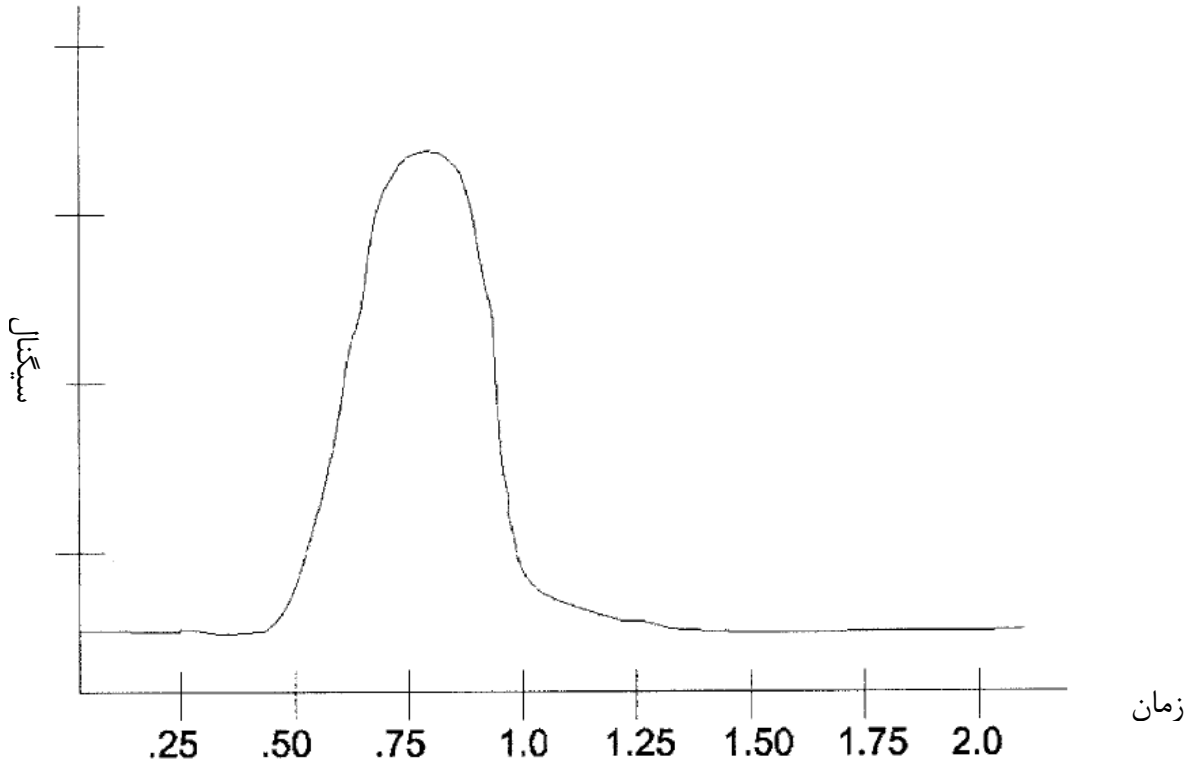
- ب-۱ قبل از تزریق نمونه، مطابق با دستورالعمل‌های سازنده دستگاه را برای آنالیز، کاملاً تثبیت و آماده‌سازی نمایید.
- ب-۲ معمولاً شیرها در سامانه ورودی نمونه، به جز در طول آنالیز نمونه، در حالت بارگذاری باقی می‌مانند.
- ب-۳ هنگامی که شیر نمونه پر شده، و مجاز به برقراری تعادل باشد، تزریق نمونه را با سرعت و چرخش کامل شیر به موقعیت تزریق انجام دهید.
- ب-۴ شیر نمونه‌برداری را تا تکمیل شدن تجزیه در وضعیت تزریق بگذارید (دستگاه به خط مبنا برگشته و انتگرال‌گیری پایان یافته باشد).
- ب-۵ مدت زمان مورد نیاز برای پاسخ آشکارساز به نوع لوله (پیرولیز) استفاده شده، گاز حامل، اندازه نمونه یا غلظت گوگرد یا هردو بستگی دارد و معمولاً بین ۲۰ ثانیه تا ۱ دقیقه می‌باشد (به شکل الف-۱ مراجعه شود).
- ب-۶ جریان گاز حامل سامانه ورودی نمونه را می‌توان برای احتراق نمونه و آشکارسازی خواص به کار برد. با این حال نرخ جریان حامل بیش از حد (بزرگتر از ۳۰ ml/min) می‌تواند سبب احتراق ناقص نمونه شود (دوده زدن).
- ب-۷ بین تزریق‌ها اجازه دهید سیگنال به خط پایه برسد.
- ب-۸ برای سیلندرهای حاوی گازهای نفتی مایع شده (LPG) برای انتقال نمونه به سامانه ورودی نمونه بدون تشکیل حباب، لوله انتقال و شیشه دید<sup>۱</sup> از فشار کافی استفاده شود (به طور معمول بیش از ۲۰۰ Psi<sup>۲</sup> فشار مخزن).
- ب-۹ از شرایط جریان گاز استاندارد برای تجزیه‌گر استفاده نمائید (به بند ۸ مراجعه شود).
- ب-۱۰ استفاده از یک دستگاه تصفیه قبل از ورود نمونه به شدت توصیه می‌گردد. این تا حد زیادی قابلیت شیرها را گسترش داده و لوله‌های انتقال را کم کند و از انسداد خط (لوله کشی) انتقال جلوگیری می‌کند.
- ب-۱۱ استفاده از آلیاژهای دارای آهن کم یا بدون آهن و/یا مواد بی‌اثر می‌تواند در سطوح پایین غلظت گوگرد، تجزیه را تسهیل نماید.

1 - Sight glass

2 - Psig(pounds force per square inch gauge) 200 psig = 1378951046 pascals = 13.78 Bar = 13.60 ATM

ب-۱۲ استفاده از ثبات نوار کاغذی یا نرم افزار نمایشگر پیک می تواند در تنظیم و عملکرد مناسب سامانه ورودی نمونه کمک کند.

ب-۱۳ هنگامی که مواد کالیبراسیون با ماتریس نمونه های تجزیه شده مطابقت داشته باشند، بهترین نتایج تجزیه کیفی به دست می آیند. تزریق حلال های مایع (در دمای اتاق) به عنوان کالیبره کننده یا نمونه می تواند سبب تشکیل دوده (احتراق ناقص نمونه) در اجزاء مسیر جریان نمونه و نتایج ضعیف از نظر بازده شود.



شکل الف - ۱ - مثالی از پروفایل تزریق

## پیوست پ

### (آگاهی دهنده)

#### توصیه‌های ایمنی

- پ-۱ به طور مرتب خطوط انتقال و اتصالات مورد استفاده برای اتصال ظرف نمونه به سامانه ورودی نمونه را برای نشتی و افت فشار که می‌تواند به علت خم شدن مکرر، عمر آنها و یا استفاده مکرر رخ دهد، بررسی کنید.
- پ-۲ اتصالات سریع و دیگر دستگاه‌های انتقال و تخلیه نمونه را برای نشتی و عملکرد مناسب به طور معمول مورد بررسی قرار دهید.
- پ-۳ گازهای زائد را از سامانه ورودی نمونه به یک منطقه دور از محیط کار دستگاه و منابع قابل اشتعال تخلیه کنید.
- پ-۴ فشار مورد استفاده برای حفظ محتویات سیلند نمونه‌گیری و فعال کردن انتقال نمونه به طور معمول کمتر از ۷۵۰ psig است. از نرخ فشار کلی عمومی (۹۰۰ psig) سامانه ورودی نمونه یا ظرفیت دستگاه انتقال نمونه مورد استفاده تجاوز نکنید.
- پ-۵ هنگام پر شدن نمونه در طول مرحله بارگیری نمونه در روش نمونه‌برداری از جریان پاک‌سازی آهسته استفاده کنید.
- پ-۶ پس از بارگیری لوپ نمونه، اجازه دهید فشار درون لوپ و سامانه تهویه به تعادل برسند. استفاده از یک وسیله نمایشگر حباب گاز<sup>۱</sup> که به ناحیه‌ای از منطقه خالی از مواد قابل اشتعال تخلیه می‌شود، می‌تواند تائید چشمی و کمک به حصول اطمینان از تزریق اندازه‌های نمونه سازگار را فراهم کند.
- پ-۷ پس از اتمام نمونه‌برداری، تخلیه کنترل شده یا کاهش فشار خط انتقال نمونه توصیه می‌شود.
- پ-۸ پس از تجزیه، با دریچه‌های نمونه در موقعیت بار، می‌توان برای پاک کردن مانده نمونه، یک گاز بی‌اثر متصل به سامانه ورودی را به کار برد.

کتاب نامه

[1] MNL 7 Manual on Presentation of Data and Control Chart Analysis, ASTM International.