

**AZƏRBAYCAN
RESPUBLİKASININ
DÖVLƏT
STANDARTI**

AZS ASTM D7691

İlkin nəşr
2023

**İnduksiyalı Birləşmiş Plazma Atom Emissiya
Spektrometriyası (ICP-AES) ilə Xam Neftlərin
Çoxelementli Təhlilinin Standart Test Metodu.**

**Standard Test Method for Multielement Analysis
of Crude Oils Using Inductively Coupled
Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES).**



İstinad nömrəsi
AZS ASTM D7691:2023
©AZSTAND 2023

LAYIHƏ



Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi olmadan tam və ya hissə-hissə yenidən çap oluna, çoxaldıla və yayıla bilməz

Elçin İsaqzadə küç., 7-ci köndələn

Telefon: +994125149308

Email: office@azstand.gov.az

MÜQƏDDİMƏ

1. “Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu” publik hüquqi şəxs tərəfindən **İŞLƏNİB HAZIRLANIB**.

2. “Naftalan və ondan alınan məhsullar”ın standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK 29) tərəfindən **MÜZAKİRƏ EDİLİB** və **TƏQDİM EDİLİB**.

3. Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun “_____” _____2023-ci il tarixli _____saylı Qərarı ilə **TƏSDİQ EDİLİB**.

4. Bu standart ASTM D7691-16 “Standard Test Method for Multielement Analysis of Crude Oils Using Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)” standartı ilə eynidir.

This standard is identical (İDT) to the ASTM D7691-16 “Standard Test Method for Multielement Analysis of Crude Oils Using Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)” standard.

5. **QÜVVƏYƏ MİNMƏ TARİXİ** “_____” _____2023-ci il

6. **İLK DƏFƏ TƏTBİQ EDİLİR**.

7. Dövlət standartının müəyyən edilən beynəlxalq standartlar, norma, qayda və tövsiyələrə, digər dövlətlərin müvafiq mütərəqqi milli standartlarına, elm, texnika və texnologiyanın müasir nailiyyətlərinə əsaslanmasını müəyyən etmək üçün standartın ilkin yoxlama müddəti 2023-cü il, dövrü yoxlama müddəti ildə bir dəfədir.

MÜNDƏRİCAT

Contents

ÖN SÖZ	5
1. TƏTBİQ SAHƏSİ	6
2. NORMATİV İSTİNADLAR	8
3. TERMİNLƏR	8
4. MAHİYYƏT VƏ İSTİFADƏ	9
5. AVADANLIQLAR.....	10
6. REAGENTLƏR VƏ MATERİALLAR.....	10
7. TƏHLÜKƏLƏR	11
8. NÜMUNƏNİN GÖTÜRMÜLMƏSİ.....	13
9. AVADANLIĞIN HAZIRLANMASI	13
10. KALİBRLƏMƏ	14
11. NÜMUNƏ İLƏ İŞLƏMƏ.....	15
12. SİNAQ NÜMUNƏLƏRİNİN VƏ STANDARTLARIN HAZIRLANMASI.....	15
13. PROSEDUR.....	16
14. HESABLAMA	17
15. KEYFİYYƏTƏ TƏMİNAT/KEYFİYYƏTƏ NƏZARƏT (QA/QC)	17
16. DƏQİQLİK VƏ KƏNARAÇIXMALAR	18
17. AÇAR SÖZLƏR	18

**İnduksiyalı Birləşmiş Plazma Atom Emissiya
Spektrometriyası (ICP-AES) ilə Xam Neftlərin
Çoxelementli Təhlilinin Standart Test Metodu.¹****AZS ASTM D7691:2023****Standard Test Method for Multielement Analysis of
Crude Oils Using Inductively Coupled Plasma Atomic
Emission Spectrometry (ICP- AES).**

Qüvvəyə minmə tarixi “ ____ ” _____ 2022-ci il

ÖN SÖZ

Bu beynəlxalq standart Ümumdünya Ticarət Təşkilatının Ticarətdə Texniki Maneələr Komitəsi (ÜTT TBT) tərəfindən Beynəlxalq Standartların İşlənməsi üzrə Prinsiplər haqqında Qərarlarda, Rəhbərliklərdə və Təvsiyələrdə müəyyən edilmiş standartlaşdırma üzrə beynəlxalq səviyyədə tanınmış prinsiplərə uyğun olaraq hazırlanmışdır.

Bu standart D7691 müəyyən edilmiş işarə ilə verilir; işarədən dərhal sonra gələn nömrə ilkin qəbul ilini, və ya yenidən yoxlanıldığı halda, sonuncu dəfə yoxlanma ilini göstərir. Mötərizədə olan rəqəm sonuncu təsdiqləmə ilini göstərir. Üst işarə epsilon (ϵ) son yoxlamadan və ya yeni təsdiqdən sonra redaksiyada dəyişikliyi göstərir.

ASTM International, bu standartda qeyd olunan hər hansı maddə ilə bağlı irəli sürülən hər hansı patent hüquqlarının etibarlılığına dair heç bir mövqe tutmur. Bu Standartın istifadəçilərinə açıq şəkildə tövsiyə olunur ki, hər hansı belə patent hüquqlarının etibarlılığının və bu hüquqların pozulması riskinin müəyyən edilməsi tamamilə onların öz məsuliyyətidir.

Bu standart istənilən vaxt məsul texniki komitə tərəfindən yenidən nəzərdən keçirilməli və hər beş ildən bir baxılmalı, ona yenidən baxılmadıqda təsdiq edilməli və ya geri götürülməlidir. Şərhləriniz bu standartı yenidən baxılması və ya əlavə standartlar üçün buyurulur və ASTM Beynəlxalq Baş Qərargahına ünvanlanmalıdır. Şərhləriniz iştirak edə biləcəyiniz məsul texniki komitənin iclasında diqqətlə nəzərdən keçiriləcək. Şərhlərinizin ədalətli dinlənilmədiyini düşünürsünüzsə, aşağıda göstərilən ünvanda öz fikirlərinizi ASTM Standartlar Komitəsinə bildirməlisiniz.

Bu standartın müəllif hüquqları ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, Amerika Birləşmiş Ştatları tərəfindən qorunur. Bu standartın fərdi təkrar çapları (bir və ya çox nüsxə) yuxarıda göstərilən ünvanda və ya 610-832-9585 (telefon), 610-832-9555 (faks) və ya service@astm.org (e-poçt) ilə ASTM-lə əlaqə saxlamaqla və ya ASTM veb saytı (www.astm.org) vasitəsilə əldə edilə bilər.

Standartın sürətini çıxarmaq üçün icazə hüquqlarını Müəllif Hüquqlarının Təmizləmə Mərkəzindən, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>, təmin edilə bilər.

¹ Bu test metodu ASTM-in D02 “Neft məhsulları, Maye Yanacaqlar və Sürtkülər” Komitəsinin yurisdiksiyası altındadır və D02.03 “Element analizi” altkomitənin bir başa cavabdehliyindədir.

1 TƏTBİQ SAHƏSİ

1.1 Bu test metodunda xam neftlərdə olan bir sıra elementlərin təyini əsaslandırılır (dəmir, nikel, kükürd və vanadium daxil olmaqla).

1.2 190 nm-dən aşağı dalğa uzunluğu istifadə edərək hər hansı bir elementin təhlili üçün vakumlu və ya inert gaz optik yolu tələb olunur.

1.3 Bu test metoduna əsasən, tam neftdə olan arsen, selen və ya kükürd kimi elementlərin təhlili çətin ola bilər, çünki bu elementlərin neftdə olan uçucu birləşmələr mövcuddur; lakin bu test metodunun qalığı nümunələri üçün işləmənsi gözlənilir.

1.4 Neft nümunələrində mövcud olan hissəciklər üzvi həllediciləri həll olmadığı təqdirdə və ya nebulizatorunda aspirasiya edildikdə aşağı elementar qiymətlərlə nəticələnə bilər, xüsusilə dəmir və natrium üçün. Bu həmçinin elementlərin su ilə əlaqələndiyi hallarda baş verə bilər ki, həlledici ilə seyreltdikdə məhluldan düşə bilər.

1.4.1 Belə hallarda alternativ olaraq, Test Metodu D5708, Prosedur B, istifadə edilir, neft nümunəsinin nəm parçalanması halı nəzərdə tutulur və ICP-AES vasitəsilə nikel, vanadium və dəmir üçün Test Metodu D5863 Proseduru A, bu da yaş turşunun parçalanmasından istifadə edir və atom udma spektrometriyasından istifadə edərək vanadium, nikel, dəmir və natriumu təyin edir.

1.4.2 Hazırda ASTM Laboratoriyalararası Çarpaz Yoxlama Proqramlarında (ILCP) indiyə qədər mövcud olan xam neft məlumatlarına görə, üzvi həlledicilərin seyreltmə üsullarının turşu parçalanma üsullarından istifadə etməklə əldə edilənlərdən mütləq daha aşağı nəticələr verəcəyi aydın deyil.

1.4.3 Bu da mümkündür ki, üzvi seyreltmə və ya turşu parçalanmasının istifadə olunmasından asılı olmayaraq, xüsusilə silisiumla bağlı aşağı nəticələr əldə oluna bilər. Silikonlar neft sahələrində əlavələr kimi mövcuddurlar və yanma zamanı itə bilərlər. Silikatlar saxlanılmalıdır, lakin nümunənin həlli üçün hidrofliorik turşu və ya qələvi birləşmə istifadə olunmadıqda, onlar hesaba alınmaya bilər.

1.5 Bu test metodu kalibrləmə üçün yağda həll olunan metallardan istifadə edir və həll olunmayan hissəcikləri kəmiyyətə müəyyən etməyi nəzərdə tutmur. Analitik nəticələr hissəcik ölçüsündən asılıdır və bir neçə mikrometrdən daha böyük hissəciklər üçün aşağı nəticələr əldə edilə bilər.

1.6 18-ci bölmədəki göstərilən dəqiqlik, laboratoriyalararası tədqiqatda əhatə olunan konsentrasiya diapazonlarını müəyyən edir. Bununla belə, bu test metodunun köməkliyi ilə daha aşağı və xüsusilə yüksək konsentrasiyalar da təyin edilə bilər. Aşağı konsentrasiya hədləri ICP avadanlığının həssaslığından və istifadə edilən seyreltmə faktorundan asılıdır. Yüksək konsentrasiya hədləri kalibrləmə əyrisində müəyyən edilmiş nümunənin seyreltmə əmsalı ilə təyin olunan maksimum konsentrasiyanın məhsulu ilə müəyyən edilir.

1.7 Kalibrləmə əyrilərinin yuxarı həddindən yuxarı konsentrasiyalarda mövcud olan elementlər əlavə müvafiq seyreltmələrlə və dəqiqliyin pozulması olmadan müəyyən edilə bilər.

1.8 Bu laboratoriyalararası tədqiqata əsaslanaraq (bax 18.1), xam neftlərdə müəyyən edilə bilən iz elementləri ümumilikdə üç kateqoriyaya bölünə bilər:

1.8.1 ICP-AES tərəfindən etibarlı şəkildə müəyyən etmək üçün çox aşağı səviyyədə olan və buna görə də müəyyən edilə bilməyən elementlər: alüminium, barium, qurğuşun, maqnezium, manqan və silisium.

1.8.2 ICP-AES metodunun təyini səviyyəsinə yaxın olan və bu səbəbdən də böyük inamla müəyyən edilə bilməyən elementlər: bor, kalsium, xrom, mis, molibden, fosfor, kalium, natrium və sink. Bu elementlərin təyini yarı kəmiyyət kimi nəzərdə tutula bilər.

1.8.3 Daha yüksək konsentrasiya səviyyələrində olan və yüksək dəqiqliklə müəyyən edilə bilən elementlər: dəmir, nikel, kükürd və vanadium.

1.9 Bu test metodu ilə müəyyən edilməyən elementlər üçün aşkarlama hədləri aşağıdakılardır. Bu məlumat adətən ICP-AES cihazları tərəfindən əldə edilən aşkarlama limitlərindən yuxarı hansı elementlərin mövcud olmadığına dair göstərici kimi xidmət etməlidir.

Element	mq/kq
Alüminium	1
Barium	0.2
Bor	1
Kalsium	0.1
Xrom	0.1
Mis	0.1
Qurğuşun	1.4
Maqnezium	1
Manqan	0.1
Molibden	0.2
Fosfor	1
Kalium	0.5
Silikon	4
Sink	0.5

1.10 Bu test metodu bütün mümkün elementləri eyni vaxtda müəyyən edir və D5184, D5708 və ya D5863 Test Metodlarına daha sadə alternativdir.

1.11 Beynəlxalq Vahidlər Sistemində (BS) göstərilən vahidlər standart hesab edilməlidir. Bu standartda başqa ölçü vahidləri daxil edilmir.

1.12 Bu standart, təhlükəsizlik məsələlərini həll etmək üçün, əgər varsa, hər hansı bir tədbir nəzərdə tutmur. Bu standartın istifadəçisi, onun tətbiqindən əvvəl uyğun təhlükəsizlik və sağlamlıq sınaqlarını və tənzimləyici məhdudiyyətlərin tətbiqini müəyyən etməyə məsuldur.

2 NORMATİV İSTİNADLAR

2.1 ASTM Standartları²:

C1109 İnduksiyalı Birləşmiş Plazma-Atom Emisiya Spektroskopiyasından İstifadə Edərək Nüvə Tullantılarının Materiallarının Suda Həllətmələrinin Təhlili üçün Metod Praktikasi

D1552 Yüksək Temperaturada Yanma və IR Aşkarlanması ilə Neft Məhsullarında Kükürdün Test Metodu

D4057 Neft və Neft Məhsullarının Əl ilə Nümunə götürülməsi üçün Metod Təcrübəsi

D4177 Neft və Neft Məhsullarının Avtomatik Nümunə alması üçün Metod Təcrübəsi

D4307 Analitik Standartlar kimi İstifadə üçün Maye Qarışıqların Hazırlanması Təcrübəsi

D5184 Neft yanacağında alüminium və silisiumun yanma, əritmə, induktiv üsulla təyini üçün test üsullarının Birləşmiş Plazma Atom Emissiya Spektrometriyası və Atom Emissiya Spektrometriyasında təyini üçün metodlar

D5185 İnduksiyalı Birləşmiş Plazma Atom Emissiya Spektrometriyası (ICP-AES) ilə İstifadə Olunan və İstifadə Edilməmiş Sürtkü Yağlarının və Əsas Yağların Çoxelementli Təyini üçün Metod

D5708 İnduksiyalı Birləşmiş Plazma (ICP) Atom Emisiya Spektrometriyası ilə Xam Neftlərdə və Qalıq Yanacaqlarda Nikel, Vanadium və Dəmirin Təyini üçün Test Metodları

D5854 Neft və Neft Məhsullarının Maye Nümunələrinin Qarışdırılması və Emalı üzrə Təcrübə

D5863 Alov Atom Emissiya spektrometriyası ilə Xam Neftlərdə və Qalıq Yanacaqlarda Nikel, Vanadium, Dəmir və Natriumun Təyini üçün Test Metodları

D6299 Analitik Ölçmə Sisteminin Performansını Qiymətləndirmək üçün Statistik Keyfiyyət Təminatı və Nəzarət Diaqram Texnikalarının Tətbiqi Təcrübəsi

D6792 Neft Məhsulları və Sürtkü Yağlarının Sınaq Laboratoriyalarında Keyfiyyət Sistemi Təcrübəsi

D7260 Neft Məhsullarının və Sürtkü Yağlarının Elementar Təhlili üçün İnduktiv Birləşmiş Plazma-Atom Emissiya Spektrometriyasının (ICP-AES) Təkmilləşdirilməsi, Kalibrənməsi və Təsdiqlənməsi üzrə Təcrübə

E135 Metallar, Filizlər və Əlaqəli Materiallar üçün Analitik kimyaya aid terminlər.

3 TERMİNLƏR

3.1 Emissiya spektroskopiyasının tərfi üçün Terminologiya E135-ə baxın.

3.2 Bu Standarta xas olan terminlərin tərifləri:

3.2.1. *Analit*, n—konsentrasiyası təyin olunan element..

3.2.2 *Babington tipli nebülizator*, n — qazın yüksək sürətlə axdığı dəşik olan səth üzərində mayenin axması ilə aerosol yaradan cihaz.

3.2.3 *Kalibrəlmə*, n — xüsusi elementin təhlili üçün signalın intensivliyi və element konsentrasiyası arasında əlaqənin müəyyən edildiyi proses.

3.2.4 *Kalibrəlmə əyrisi*, n—standartlarla ölçmələr aparmaqla əldə edilən məlumatlardan istifadə etməklə signal intensivliyinin elementar konsentrasiyasına qarşı qrafiki.

² ASTM istinad standartları üçün www.astm.org veb sahifəsinə müraciət edin, və ya ASTM müştəri dəstək service@astm.org ünvanı ilə əlaqə saxlayın. ASTM standartlarının illik məcmuəsinin həcmi barədə məlumat almaq üçün ASTM veb-saytında standanın qısa təsviri sahifəsinə baxın.

3.2.5 Aşkarlama həddi, n — ölçmənin dalğa uzunluğunda fon intensivliyinin standart kənarından bir neçə dəfədən (adətən iki) çox olan signal intensivliyi ilə nəticələnən analitin konsentrasiyası.

3.2.6 İnduksiyalı birləşmiş plazma (ICP) n — ionlaşa bilən qazın, qazı daşıyan boruları əhatə edən yük sargısının yaratdığı maqnit sahəsindən ionlaşan qazın axması nəticəsində yaranan yüksək temperaturlu qaz boşalması.

3.2.7 Xətti cavab diapazonu, n — sınaq metodunun dəqiqliyi daxilində kalibrləmə əyrisinin düz xətt olduğu elementlərin konsentrasiyası diapazonu.

3.2.8 Profilləşdirmə, n — texnikası müəyyən analit üçün ölçülmüş signal intensivliyinin maksimum olduğu dalğa uzunluğunu müəyyən edən texnika.

3.2.9 Radio tezliyi (RF), n — audio və infraqırmızı diapazonlar arasındakı tezlik diapazonu (3 GHz-dən 300 GHz-ə qədər).

4 MAHİYYƏT VƏ İSTİFADƏ

4.1 Bu test metodu adətən hər nümunə üçün bir neçə dəqiqə tələb edir. Hərtərəfli həmcins enləşdirilmiş xam neftin çəkilməmiş hissəsi qarışıq ksilenlər, kerosin və ya digər uyğun həlledicinin çəkisi on dəfə azaldılır. Standartlar eyni qaydada hazırlanır. Test nümunəsinin tətbiqi səmərəliliyindəki dəyişiklikləri kompensasiya etmək üçün həllərə məcburi daxili standart əlavə olunur. Həllər peristaltik nasos vasitəsilə ICP cihazına daxil edilir. Sınaq nümunəsindəki elementlərin emissiya intensivliyini standartlarla ölçülən emissiya intensivliyi ilə müqayisə etməklə, sınaq nümunəsindəki elementlərin konsentrasiyalarını hesablamaq olar.

4.2 Xam Neftlərdə ən çox müəyyən edilən iz elementləri adətən nikel və vanadiumdur; lakin xam neftlərdə 45-ə qədər elementin olduğu bildirilmişdir. Xam neftin tərkibindəki iz elementləri haqqında biliklər vacibdir, çünki onlar neft emalına və məhsulun keyfiyyətinə mənfi təsir göstərə bilər. Bu təsirlərə neft emalı zavodunda katalizatorların zəhərlənməsi və yanacaqların yanması zamanı həddindən artıq atmosfer emissiyası daxil ola bilər. Mikroelement konsentrasiyaları, həmçinin yataqda müxtəlif quyulardan və horizontlardan hasilatı əlaqələndirmək üçün faydalıdır. Dəmir, arsen və qurğuşun kimi elementləri katalizator kimi zəhərləyir. Vanadium birləşmələri sobalarda odadavamlı zədələrə səbəb ola bilər və natrium birləşmələrinin yanğın kərpicində səthi birləşməyə səbəb olduğu aşkar edilmişdir. Bəzi orqanometalik birləşmələr uçucudur, bu da distillə fraksiyalarının çirklənməsinə və onların dayanıqlığının azalmasına və ya yanma zamanı avadanlıqların nasazlığına səbəb ola bilər.

4.3 Xam neftin dəyəri qismən nikel, vanadium və dəmirin konsentrasiyası ilə müəyyən edilə bilər.

4.4 İnduktiv Birləşmiş Plazma-atom Emissiya Spektrometriyası (ICP-AES) neft sənayesində geniş istifadə olunan texnikadır. Ənənəvi Atomlararası Absorbsiya Spektrometriyası (AAS) ilə müqayisədə onun üstünlüklərinə daha çox həssaslıq, molekulyar müdaxilələrdən azad olmaq, geniş dinamik diapazon və çox elementli qabiliyyət daxildir. D7260 Test Metoduna baxın.

5 AVADANLIQLAR

5.1 Balans— Yuxarı yükləmə və ya analitik, avtomatik tara ilə, 0,001 və ya 0,0001 q-a qədər çəkə bilən, hazırlanmış məhlulları çəkmək üçün kifayət qədər tutum.

5.2 İnduksiya Birləşmiş Plazma Atom Emissiya Spektrometriyası — plazmanı formalaşdırmaq və saxlamaq üçün kvarts ICP məşəli və RF generatoru ilə təchiz olunarsa, ardıcıl və ya eyni vaxtda olan spektrometr ilə uyğundur. Xam neftlərdəki elementlərin təyini üçün təklif olunan dalğa uzunluqları Cədvəl 1-də verilmişdir. Kükürdün təhlili üçün spektrometr 180 nm dalğa uzunluğu bölgəsində işləmək qabiliyyətinə malik olmalıdır.

5.3 Nebulizer — Babinqton tipli yüksək qatı maddələrə malik nebulizer şiddətlə tövsiyə olunur. Bu tip nebulizer tıxanma ehtimalını azaldır və aerosol hissəciklərinin təsirini minimuma endirir

5.4 Peristaltik nasos—Daimi məhlul axınıni təmin etmək üçün peristaltik nasos şiddətlə tövsiyə olunur. Nasosun sürəti 0,5 ml/dəq ilə 3 ml/dəq aralığında olmalıdır. Nasos borusu durulaşdırıcı həlledicinin ən azı 6 saat məruz qalmasına tab gətirə bilməlidir. Viton boruları adətən karbohidrogen həllediciləri ilə, polivinilxlorid boruları isə adətən metil izobutil keton ilə istifadə olunur.

5.5 Solvent dispenser, (İstəyə görə)—Sınaq nümunəsinin on qat seyrəldilməsi üçün durulaşdırıcı həlledicinin tələb olunan çəkisini çatdırmaq üçün kalibrlənmiş həlledici dispenser çox faydalıdır.

5.6 Nümunə üçün məhlul qabları - müvafiq ölçüdə, şüşə və ya plastik flakonlar və ya butulkalar, vida qapaqları.

5.7 Ultrasonik Homogenizator, (Tövsiyə olunur)—Nümunəni homogenləşdirmək üçün vanna tipli və ya zond tipli ultrasəs homogenizatoru.

5.8 Vortexer, (İstəyə görə)—Nümunənin burulğanlanması ultrasəs homogenləşdirməyə alternativdir.

5.9 Yüksək Sürətli Homogenizator, (İstəyə görə).

6 REAGENTLƏR VƏ MATERIALLAR

6.1 Reagentlərin təmizliyi — Bütün sınaqlarda reagent dərəcəli kimyəvi maddələrdən istifadə edilməlidir. Başqa cür göstərilmədiyi təqdirdə, bütün reagentlərin Amerika Kimya Cəmiyyətinin Analitik Reagentlər üzrə Komitəsinin spesifikasiyalarına uyğun olması nəzərdə tutulur, burada belə spesifikasiyalar mövcuddur. Reagentin kifayət qədər yüksək olması ilk dəfə müəyyən edilərsə, digər siniflərdən istifadə edilə bilər. Təmizlik üçün təyinin dəqiqliyini azaltmadan istifadəsinə icazə verilməlidir.

6.2 Beynəlxalq standart — Beynəlxalq standartlaşdırma üçün neftdə həll olunan kadmium, kobalt, lantan, skandium və ya itrium (və ya digər uyğun metal) tələb olunur.

6.3 Organometalik Standartlar - Hər bir elementin 0,0500 kütlə %-i olan çox elementli etalonlar fərdi konsentratlardan hazırlana bilər. Çoxkomponentli maye qarışıqların hazırlanması proseduru üçün D4307 Təcrübəsinə baxın. Çox elementli standartları hazırlayarkən, düzgün qarışdırmanın əldə olunduğundan əmin olun. Ultrasəs vannası tövsiyə olunur. Tərkibində hər bir elementin 0,0500 kütlə %-i olan standart çox elementli konsentratlar da qənaətbəxşdir.

Təhlükələr—Bəzi kommersiyada mövcud olan orqanometalik standartlar metal sulfonatlardan hazırlanır və buna görə də tərkibində kükürd var. Kükürdün təyini üçün ayrıca kükürd standartı tələb olunacaq.

6.3.1 Bütün elementləri əhatə etmək üçün birdən çox çox elementli standart lazım ola bilər və bu sınaq metodunun istifadəçisi çox elementli standartlarda elementlərin birləşməsinə və onların konsentrasiyasını seçə bilər. Xam neftlərə xas olan konsentrasiyaları seçmək faydalı ola bilər. Bununla belə, konsentrasiyaların elə seçilməsi vacibdir ki, işçi standartlarla ölçülən emissiya intensivliyi dəqiq ölçülə bilsin (yəni emissiya intensivliyi fondan əhəmiyyətli dərəcədə böyükdür) və bu standartlar kalibrləmə əyrisinin xətti bölgəsini təmsil etsin. Tez-tez cihaz istehsalçısı xətti diapazonu təyin etmək üçün təlimatlar dərc edir.

6.4 Kükürd standartı – Metal sulfonatu kükürd standartı kimi istifadə etmək üçün sulfonatu D1552 Sınaq Metoduna əsasən təhlil edin. Alternativ olaraq, NIST SRM 1622c8-i yanacaq neftində seyreltməklə kükürd standartı hazırlayın. Kükürdün müəyyən edilməsi üçün daxili standart birləşmədə kükürd olmamalıdır. Metal sulfonatlardan daha çox metal naftenat və ya oxşar birləşmələrdən istifadə edin. Qeyri-sulfonatlı neft əsaslı kükürd standartları ticari olaraq mövcuddur və istifadə oluna bilər.

6.5 Seyreltmə Həllədicisi – Analitlərdən azad olan və bütün standartları və nümunələri tamamilə həll edə bilən həllədi. Qarışıq ksilenlər, kerosin, toluol və orto-ksilen dəqiqliyə dair laboratoriyalararası tədqiqatda həllədi kimi uğurla istifadə edilmişdir.

7 TƏHLÜKƏLƏR

7.1 Spektral — Cədvəl 1-də sadalanan spektral xətlərdən istifadə edərkən bu sınaq metodunun əhatə etdiyi elementlər arasında məlum spektral müdaxilələr yoxdur. Bununla belə, D5185 Test Metodunda təsvir edilən texnikada spektral müdaxilələr digər müdaxilə edən elementlər və ya digər spektral xətlərin seçilməsi səbəbindən mövcud olarsa, müdaxiləni tənzimləmə metodundan istifadə edərək düzəliş edin.

7.2 Cədvəl 1-də sadalanan elementlərdən gözlənilən bütün spektral müdaxilələri yoxlayın. Müdaxilələri kompensasiya etmək üçün düzəliş amillərini hazırlamaq və tətbiq etmək üçün istehsalçının əməliyyat təlimatına əməl edin. Müdaxilə korreksiyalarını tətbiq etmək üçün bütün konsentrasiyalar Cədvəl 1-də sadalanan hər bir elementin əvvəllər müəyyən edilmiş xətti reaksiya diapazonu daxilində olmalıdır.

- Mikro metalların müəyyən edilməsi üçün istifadə olunan spektral xətlərdə bəzi elementlərin yüksək konsentrasiyalarından spektral müdaxilələri aşkar etmək üçün düzgün profiləşdirmə vacibdir

7.2.1 Spektral müdaxilələrin qarşısını adətən analitik dalğa uzunluqlarının düzgün seçilməsi ilə almaq olar. Spektral müdaxilələrin qarşısını almaq mümkün olmadıqda, cihaz istehsalçısı tərəfindən təchiz edilmiş kompüter programından və ya aşağıda təsvir edilən empirik metoddan istifadə etməklə lazımi düzəlişlər edilməlidir. Empirik metodun təfərrüatları Test Metodunda C1109-da və Boumans tərəfindən verilmişdir. Həm analitik, həm də müdaxilə edən xətlər dəqiq və təkrarlana bilən şəkildə yerləşdirilə bilmədikdə, bu empirik korreksiya üsulu skan edən spektrometr sistemləri ilə istifadə edilə bilməz. İstənilən cihazla təhlili həmişə müdaxilə edən spektral xətlər yaradan gözlənilməz elementlərin mümkün mövcudluğundan xəbərdar olmalıdır.

7.2.2 Spektral müdaxilənin korreksiyasının empirik üsulunda müdaxilənin korreksiyası amillərindən istifadə edilir. Bu amillər sınaq nümunəsinin təhlili üçün istifadə olunanlara mümkün qədər yaxından uyğun gələn şəraitdə tək elementli, yüksək təmizlikli məhlulların təhlili ilə müəyyən edilir. Plazma şəraiti gündən-günə və ya daha uzun müddətlər üçün dəqiq şəkildə təkrarlana bilmədikdə, nəticələrə əhəmiyyətli dərəcədə təsir göstərirdiyi aşkar edilən müdaxilə korreksiyası faktorları nümunələr hər dəfə təhlil edildikdə yenidən müəyyən edilməlidir.

7.2.3 Element üçün qeyri-pik fon korreksiyası tətbiq edilərsə, müdaxilənin korreksiyası amilləri mənfi ola bilər, yəni. Mənfi Kia korreksiya əmsalı pik dalğa uzunluğunda deyil, fon korreksiyası dalğa uzunluğunda müdaxilə edən xətlə qarşılaşdıqda nəticələrə bilər.

7.3 Özlülük effektləri — Sınaq nümunəsi məhlullarının və standart məhlulların özlülüklərindəki fərqlər qəbul etmə dərəcələrində fərqlərə səbəb ola bilər. Bu fərqlər təhlilin düzgünlüyünə mənfi təsir göstərə bilər. Təsirləri nebulizərə məhlul çatdırmaq üçün peristaltik borudan istifadə etməklə və ya daxili standartlaşdırma və ya hər ikisindən istifadə etməklə azalda bilər. Şiddətli özlülük təsirləri ilə qarşılaşdıqda, daxili standartın eyni konsentrasiyasını saxlamaqla sınaq nümunəsini və standartı on dəfə deyil, iyirmi dəfə həll edin.

7.4 Hissəciklər—Hissəciklər nebulizeri bağlaya bilər və beləliklə, aşağı nəticələrə səbəb olur. Babington tipli yüksək qatı nebulizərdən istifadə bu effekti minimuma endirməyə kömək edir. Həmçinin, nümunə daxiletmə sistemi hissəciklərin daşınmasını məhdudlaşdırma bilər və plazma hissəcikləri natamam atomlaşdırma bilər və bununla da aşağı nəticələrə səbəb ola bilər.

CƏDVƏL 2 Təklif olunan daxili standartlar

Element	Konsentrasiya, mq/kq	Dalğa uzunluğu, Nm
Kadmium	10	226.502; 228.802; 214.438
Kobalt	10	228.616; 238.892; 237.662
Lantan	10	379.48; 379.08
Skandium	10	255.237; 361.384; 357.253
İtrium	10	371.030; 324.228; 360.073

8 NÜMUNƏNİN GÖTÜRMÜLMƏSİ

8.1 Toplu materialdan təhlil üçün reprezentativ nümunənin alınması vacibdir. Bu nümunələrin toplandığı andan təhlilinə qədər kompozisiya bütövlüyünün qorunması qayğı və səy tələb edir. Nümunə alma proseduru həmçinin nümunəyə hər hansı çirkləndirici daxil etməməli və ya nümunənin tərkibini başqa şəkildə dəyişdirməməlidir ki, sonrakı sınaq nəticələrinə təsir etsin.

8.2 Neft və neft məhsullarının əl ilə və avtomatik nümunə götürülməsi üçün müvafiq olaraq D4057 və D4177 təcrübələrinə baxın. Xam neftlərdən nümunə götürülərkən materialda əsas komponentdən ayrılmağa meyli olan sərbəst su kimi ağır komponent ola bilər. D5854 müxtəlif təhlillər üçün xam neft nümunələrinə uyğun qabların seçilməsi üçün təlimatçı kimi təqdim edilir.

9 AVADANLIĞIN HAZIRLANMASI

9.1 Avadanlıq – Avadanlıqlar, ICP həyəcan mənbələri və ayrı-ayrı spektrometrlər üçün müxtəlif seçilmiş analitik dalğa uzunluqları arasındakı dizayn fərqləri iş şəraitinin təfərrüatlarını qeyri-mümkün edir. Avadanlığı üzvi həlledicilərlə idarə etmək üçün istehsalçının təlimatlarına müraciət edin. Avadanlığı seçilmiş xüsusi həlledici həlledici ilə istifadə etmək üçün qurun.

9.2 Peristaltik nasos—Peristaltik nasosdan istifadə etməzdən öncə hər gün işə başlayarkən nasos borusunu yoxlayın və zəruri hallarda onu dəyişdirin. Məhlulun qəbulu sürətini yoxlayın və onu uyğun olan sürətə uyğunlaşdırın.

9.3 ICP Oyandırma Mənbəsi—Təhlildən ən azı 30 dəqiqə əvvəl plazma mənbəyini işə salın. İstiləşmə başladıqda seyrəltmə həlledicisini hazırlayın. İstiləşmə zamanı yanacağı karbon yığılmasını yoxlayın. Karbon yığılması baş verərsə, yanacağı dərhal dəyişdirin və vəziyyəti düzəltmək üçün müvafiq addımlar ataraq istehsalçının istismar təlimatına müraciət edin.

QEYD 1—Bəzi istehsalçılar kalibrləmə ayrılarının yamaclarında dəyişiklikləri minimuma endirmək üçün daha uzun yanma müddətini tövsiyə edirlər.

QEYD 2 – Yanacaq injektor borusunun ucunda yığılan karbon, arqonda təxminən 1 % oksigendən ibarət nebulizer qazından istifadə etməklə çıxarıla bilər.

QEYD 3—Ümumilikdə, aralıq arqon axını sürətini artırmaqla və ya yanacaq və ya hər ikisini yükləmə bobinə nisbətən aşağı salmaqla karbon yığılmasını minimuma endirmək olar.

9.4 Dalğauzunluğu profilinin yaradılması — Avadanlığın normal işləməsi zamanı tələb oluna biləcək istənilən dalğa uzunluğu profilini həyata keçirin.

9.5 Əməliyyat Parametrləri - İstədiyiniz elementləri müəyyən etmək üçün avadanlığın tapşırıq faylında müvafiq əməliyyat parametrlərini təyin edin. Daxil ediləcək parametrlər element, dalğa uzunluğu, fon korreksiyası nöqtələri (kənüllü olaraq), elementlərarası düzəliş amilləri (kənüllü olaraq), integrasiya vaxtı və daxili standart korreksiyadır (kənüllü olaraq).

Hər bir ölçmə üçün birdən çox integrasiya tələb olunur və integrasiya vaxtı adətən 10 saniyədir.

10 KALİBRLEMƏ

10.1 Xətti diapazon istifadə olunan xüsusi avadanlıq üçün bir dəfə müəyyən edilməlidir. Bu standartda boşluq və işçi arasında olan aralıq standartları tətbiq etməklə və işçi standartdan daha yüksək konsentrasiyaları ehtiva edən standartları tətbiq etməklə həyata keçirilir. Sınaq nümunəsi məhlullarının təhlili cavabın xətti diapazonu daxilində aparılmalıdır.

10.1.1 Xətti diapazon həmçinin cihazın parametrləri (güc, qaz axını sürətləri, nebulizer növü, nebulizer axını sürətləri və s.) ilə müəyyən edilməlidir. Çox güman ki, bu, hər bir avadanlıq üçün bir neçə dəfəyə müəyyən edilməlidir. Korrelyasiya əmsalı 0,995-dən daha yaxşı olmalıdır.

10.2 İş standartı - Nümunələrin hər partiyasının təhlilinin əvvəlində boşluq və işçi standartından ibarət iki nöqtəli kalibrlemə ilə tətbiq olunur. Hər bir elementin kalibrlemədə mövcudluğunu müəyyən etmək üçün yoxlama standartından istifadə edilir. Yoxlama standartı ilə əldə edilən nəticələr bütün elementlər üçün gözlənilən konsentrasiyaların 5%-i daxilində olarsa, sınaq nümunəsinin təhlili davam etdirilir. Əks halda, avadanlıqda lazımi düzəlişlər edilir və kalibrlemə təkrar edilir. Bu metod hər beş nümunədən bir yoxlama standartı ilə təkrar edilir.

10.3 Daxili Standartla İş Standartı—11.2-də təsvir olunduğu kimi cihaz kalibrlənir. Aşağıdakı tənliklə hər bir element üçün intensivlik nisbəti hesablanır:

$$I(\text{Re}) = (I(e) - I(\text{Be})) / I(\text{Is}) \quad (1)$$

$I(\text{Re})$ -- element üçün intensivlik nisbəti, e

$I(e)$ -- element üçün intensivlik, e

$I(\text{Be})$ -- element üçün blankın intensivliyi, e

$I(\text{Is})$ - daxili standart elementin intensivliyi.

10.3.1 İntensivlik əmsallarına nəzərən kalibrlemə amilləri hesablanır. Müasir ICPAES avadanlıqlarının əksəriyyətində bu hesablamaları avadanlığın istehsalçısı tərəfindən təmin edilmiş kompüter proqramı tərəfindən həyata keçirilir.

10.4 Daxili Standartlaşdırma:

10.4.1 Daxili standartlaşdırma hər bir sınaq nümunəsi məhlulunun həqiqi nümunəsində olmayan daxili standart elementin eyni konsentrasiyasına (və ya məlum konsentrasiyasına) malik olmasını tələb edir. Nümunə üçün daxili standart elementinin emissiya intensivliyindəki dəyişiklikləri, fiziki xassələrindən asılı olan sınaq nümunəsinin tətbiqi səmərəliliyindəki dəyişiklikləri düzəltmək üçün istifadə edilə bilər.

10.4.2 Daxili standartlaşdırmada adətən durulaşdırıcı həlledici ilə birləşdirilir. Daxili standart kompensasiya adətən aşağıda ümumiləşdirilmiş iki müxtəlif üsuldan biri ilə həyata keçirilir.

10.4.2.1 Kalibrlemə ayriləri hər bir analitin ölçülmüş intensivliyinin daxili standart elementinin konsentrasiyası vahidinə düşən daxili standartın ölçülmüş intensivliyinə bölünməsinə əsaslanır. Test nümunəsi məhlulunda hər bir analit üçün konsentrasiyalar birbaşa bu kalibrlemə ayrilərindən oxunur.

10.4.2.2 Hər bir analit və daxili standart elementi üçün kalibrləmə əyriləri ölçülmüş intensivliyə əsasən ölçülür. Test nümunəsi məhlulunda hər bir analit üçün düzəldilməmiş konsentrasiyalar kalibrləmə əyrilərində təyin olunur. Düzəliş edilmiş analit konsentrasiyaları düzəliş edilməmiş konsentrasiyaları faktiki daxili standart konsentrasiyasına bərabər olan əmsalın təhlili ilə müəyyən edilmiş düzəliş edilməmiş daxili standart konsentrasiyaya bölünməklə hesablanır.

10.4.3 Daxili standart məhlul – 2 q-dan 4 q-a qədər kütlə %-i 0,500 kadmium, kobalt, skandium və ya itrium (və ya hər hansı digər uyğun metal) orqanometal konsentratını 1 litrlik ölçü kolbasına əlavə edin və durulaşdırıcı həlledici ilə 1 L-ə qədər seyrəldin. Ən azı həftədə bir dəfə yenidən hazırlayın və bu məhlulu paylayıcı qaba əlavə edin. Bu məhlulun dayanıqlığına nəzarət edilməlidir. Daxili standart elementin konsentrasiyasının xüsusi konsentrasiyası tələb olunmur; bununla belə, sınaq nümunəsinin məhlulunda daxili standart elementin konsentrasiyası onun aşkarlama limitindən ən azı 100 dəfə çox olmalıdır. 10 mq/kq ilə 20 mq/kq aralığında konsentrasiya tipikdir. Bunun üçün yağ nümunəsinin bir hissəsinin daxili standart məhlulla on dəfə seyrətilməsi tələb olunur.

QEYD 4 – Bu sınaq metodu daxili standartın durulaşdırıcı həlledici ilə birləşdirildiyini müəyyən edir, çünki bu texnika çoxlu nümunələr hazırlayarkən ümumi və səmərəlidir. Bununla belə, daxili standart konsentrasiya sabit və ya dəqiq məlum olduqda, daxili standart durulaşdırıcısı həlledicidən ayrı da əlavə edilə bilər.

11 NÜMUNƏ İLƏ İŞLƏMƏ

11.1 Homogenləşdirmə - Nümunə qabında xam nefti homogenləşdirmək çox vacibdir ki, nümunəvi sınaq nümunəsi əldə olunsun. Bu homogenləşdirmə proseduruna əməl edilməməsi nəticələri etibarsız edə bilər, çünki təmsili olmayan alikvotlar əldə edilə bilər və bu, səhv nəticələrə səbəb ola bilər.

11.2 Nümunə qabını 50 °C ilə 60 °C arasında olan bir sobaya yerləşdirilir. Nümunə göstərilən istiliyə gələnə qədər qab sobada saxlanılır. Nümunəni qızdırdıqdan sonra qarışdırmağın bu üç yoluna icazə verilir.

11.2.1 Yüksək sürətli homogenizatorun mili nümunə qabına elə daxil edilməlidir ki, milin üst hissəsi nümunə qabının dibindən təxminən 5 mm məsafədə yerləşsin. Nümunə təxminən 5 dəqiqə qarışdırılmalıdır.

11.2.2 Ultrasonik Homogenləşdirmə - Xam neft ultrasəs vannasına (nümunə qabına) yerləşdirilir. Nümunə seyrəldilmədən öncə hamamda saxlanılmalıdır.

11.2.3 Vortex Homogenləşdirmə - Ultrasəs homogenləşdirməyə alternativ olaraq, mümkün olarsa, nümunə konteynerindəki xam nefti burulğanla qarışdırmaq lazımdır

12 SINAQ NÜMUNƏLƏRİNİN VƏ STANDARTLARIN HAZIRLANMASI

12.1 Daxili standart – İşçi standartına daxili standart məhlulu əlavə edilir, standart və seyrəltmə həlledicisi ilə seyrəltmədən öncə nümunə yoxlanılır. Standart və ya sınaq nümunəsinin konsentrasiyası 10 kütlə %-i olmalıdır. Alternativ olaraq, daxili standart durulaşdırıcı həlledicidə mövcud ola bilər.

12.2 Blank — Xam nefti və ya yanacaq neftini seyrəldici həlledici ilə kütlə üzrə on qat seyrəltməklə blank hazırlanır.

12.3 İş standartı, 10 µg/g — İstifadə olunan balansın dəqiqliyinə uyğun olaraq 0,0500 kütlə %-i olan çox elementli standartın miqdarı (bax 5.1) müvafiq ölçülü konteynerə yerləşdirilir və əsas neftin çox elementli standartının çəkisinin dörd qatı əlavə edilir. Həlledicini çox elementli standartının çəkisinin 45 qatı ilə seyrəltmək mümkündür. Xam neftlərdəki elementlərin konsentrasiyalarından asılı olaraq daha yüksək və ya daha aşağı konsentrasiyaları olan iş standartları hazırlana bilər. Bundan əlavə, sadə elementləri olan məhlullar da hazırlana bilər. Buna baxmayaraq, bütün məhlullar üçün on qat seyrəltmənin təmin edildiyindən əmin olmaq lazımdır.

12.4 Yoxlama standartları — İş standartları ilə eyni şəkildə cihazların yoxlanılması standartlarını hazırlamaq lazımdır ki, yoxlama standartlarında olan elementlərin konsentrasiyası sınaq nümunəsi məhlullarında olan elementlərin konsentrasiyasına oxşar olsun. Yoxlama standartını sertifikatlaşdırılmış orqanometal standartların alternativ mənbələrindən hazırlamaq məqsədəuyğundur.

QEYD 5 - Orqanometalik standartlar standartın iş gücünü seyrəltildikdə maye standartlar kimi sabit qalmır. İstifadə etməzdən öncə yenisi hazırlanmalıdır.

12.5 Sınaq Nümunəsi - Yaxşı homogenləşdirilmiş nümunənin bir hissəsi uyğun konteynerə yerləşdirilir. Kütlənin üç mühüm göstəricisini qeyd edilir. Test nümunəsinin konsentrasiyası kütlə % -i 10 olana qədər seyrəldici həllediciyə əlavə edilir.

13 PROSEDUR

13.1 Təhlil – Test nümunəsi həlləri kalibrləmə standartları ilə eyni şəkildə təhlil edilir (yəni, eyni integrasiya vaxtı, fon korreksiyası nöqtələri, plazma şəraiti və s.). Test nümunələri arasında seyrəltmə həllədisini nebulizasiya edilir. Bəzi avadanlıqlarda keçid klapanları istifadə olunur və lazımi durulama vaxtını azaldır. Peristaltik nasos nümunələri üçün durulama müddət 60 saniyədir, lakin əsas intensivliyə nail olunduğu müddətdə fərqli durulama müddəti olması mümkündür. Seyrəldilmiş sınaq nümunəsi məhlulunda müəyyən edilmiş konsentrasiyayı seyrəltmə əmsalı ilə çarparaq element konsentrasiyaları hesablanır. Belə bir xüsusiyyət mövcud olduqda konsentrasiyaların hesablanması əl ilə və ya kompüter vasitəsilə həyata keçirilə bilər.

13.2 Hər hansı analitin konsentrasiyası kalibrləmə əyrisinin xətti diapazonunu keçdikdə, seyrəldici əlavə etməzdən öncə nümunəni xam neft və ya yanacaq neftlə qarışdıraraq başqa sınaq nümunəsi hazırlanır. Sonra isə təhlil edilir.

13.3 Yoxlama Standartı ilə Keyfiyyətə Nəzarət - Hər beşinci nümunədən sonra yoxlama standartı təhlil edilir və hər hansısa nəticə gözlənilən konsentrasiyanın 5%-i daxilində deyilsə, avadanlıq yenidən kalibrlənməlidir və sınaq nümunələri həlləri əvvəlki məqbul yoxlama standartı təhlilinə qaytarılmalıdır.

QEYD 6 - Avadanlığın kalibrlənməsinin düzgünlüyünü və dəqiqliyini yoxlamaq üçün NIST SRM 2721, 2722 və ya RM 8505 kimi sertifikatlaşdırılmış standartlar mütəmadi olaraq təhlil edilməlidir..

13.4 Daxili Standartlaşdırma ilə Təhlil – Sınaq nümunəsi məhlulları təhlil edilir və 10.3-də verilmiş 1-ci tənlikdən istifadə edərək sınaq nümunəsi məhlullarında tapılan elementlərin hər

biri üçün intensivlik nisbəti hesablanır. Bu intensivlik nisbətlərindən elementlərin konsentrasiyalarını hesablamaq da mümkündür.

14 HESABLAMA

14.1 2-ci tənlikdən istifadə edərək nümunə əsasında konsentrasiyaların hesablanması mümkündür. Ümumiyyətlə, ICP avadanlığının proqram təminatı bu hesablamaları avtomatik həyata keçirir.

$$C = S((W_1 + W_2 + W_3)/W_1) \quad (2)$$

C = nümunə kütləsində analitin konsentrasiyası %

S = sınaq nümunəsindəki analitin konsentrasiyası, kütlə %

W_1 = nümunə kütləsi, g

W_2 = seyrelticinin kütləsi, g

W_3 = əsas neftin kütləsi (əgər varsa), g

15 KEYFİYYƏT TƏMİNAT/KEYFİYYƏT NƏZARƏT (QA/QC)

15.1 Nəzarət (QC) nümunəsi təhlil edilərək cihazın işi və sınaq prosedura təsdiq edilir. Göstəriş üçün D6792 təlimatına diqqət yetirilməlidir.

3. CƏDVƏL Nəticələrin dəqiqliyi.

1. QEYD—X iki nəticənin ortasıdır.

Element	Diapazon, mg/kg	Təkrarlanma	Təkrarlanabilirlik
Dəmir	1-dən 40-a qədər	$0.1885 X^{0.9145}$	$0.5649 X^{0.9145}$
Nikel	1-dən 100-ə qədər	$0.1764 X^{1.0168}$	$1.1389 X^{0.7085}$
Kükürd	400-dən 50.000-ə qədər	$0.01971 X^{1.160}$	$0.06360 X^{1.1606}$
Vanadium	1-dən 1000-ə qədər	$0.0392 (X + 0.7485)^{0.8668}$	$0.8628 (X + 0.7485)^{0.8668}$

15.1.1 Sınaq obyektində QA/QC protokolları hazırlandıqda, bunlar sınaq nəticəsinin etibarlılığını təsdiqləmək üçün istifadə oluna bilər.

15.1.2 Sınaq obyektində heç bir QA/QC protokolu hazırlanmadıqda, Əlavə olaraq X1 QA/QC protokolu kimi istifadə edilə bilər.

16 DƏQİQLİK VƏ KƏNARAÇIXMALAR³

16.1 Dəqiqlik – Bu test metodunun dəqiqliyi laboratoriyalararası nəticələrin statistik təhlili ilə müəyyən edilmişdir. Bu tədqiqatda seyrəltmə həllediciləri ksilen və ya kerosinlə məhdudlaşdırılır. Bütün laboratoriyalar Babinqton tipli nebulizerlərdən, peristaltik nasoslardan, fon korreksiyasından və daxili standartlardan istifadə edirdi. On bir laboratoriya iki nüsxədə 18 nümunəni təhlil etdi. Nümunələrə 12 müxtəlif xam neft, üç NIST SRM və üç ASTM ILCP xam neft nümunəsi daxildir.

16.1.1 Təkrarlanma qabiliyyəti — Uzun müddətdə sınaq üsulunun normal və düzgün işləməsi zamanı müxtəlif laboratoriyalarda eyni sınaq materialı üzərində işləyən müxtəlif operatorlar tərəfindən əldə edilən iki ayrı-ayrı sınaqların nəticələri arasındakı fərq aşağıdakı dəyərlərdən yalnız iyirmi haldan birində artıq olur (Cədvəl 3).

16.1.2 Təkrarlanabilirlik – Uzun müddətdə sınaq üsulunun normal və düzgün işləməsi zamanı eyni sınaq materialı üzərində sabit iş şəraitində eyni aparatla eyni operator tərəfindən əldə edilən eyni sınaq nəticəsi arasındakı fərq yalnız iyirmi haldan birində dəyərlərdən artıq olur (Cədvəl 3).

16.1.3 3-cü cədvəldə verilmiş dəqiqliklərdən hesablanmış bu elementlərin bəzi tipik konsentrasiyaları üçün dəqiqliklər 4-cü cədvəldə qeyd edilmişdir.

16.2 Kənarçıxmalar — NIST SRM 2721 və 2722 və RM 8505⁸-in kəmiyyət seyrəltmələrinin təhlili ilə qiymətləndirilmişdir. Kükürd və vanadium üçün bildirilmiş dəyərlərin vasitələri, əhəmiyyətli müdaxilələr olmadığı halda, digər elementlərdə metodun təkrarlanma qabiliyyəti gözləniləndən daha çox fərqlənmir və müvafiq dəyərlərdə mövcuddur (bax 6.1).

17 HESABAT

17.1 Bu test metodu ilə müəyyən edilmiş elementlər üçün mühüm göstəricilərə əsasən hesabat verin. Bu təhlillərin D7691 Test Metodu ilə təyin edildiyini qeyd edin.

18 ƏSAS SÖZLƏR

18.1 xam neft; induksiya birləşmiş plazma-atom emissiya spektrometriyası; dəmir; nikel; kükürd; vanadium.

CƏDVƏL 4. Elementlərin Bəzi Konsentrasiyaları üçün Hesablanmış Dəqiqliklər.

QEYD. 1—r = Təkrarlanma qabiliyyəti. R = Təkrarlanabilirlik.

Element	1 mg/kg		10 mg/kg		50 mg/kg		100 mg/k	
	r	R	r	R	r	R	r	R
Dəmir	0.19	0.57	1.11	3.35	...	...	...	...
Nikel	...	...	1.83	5.8	9.4	18.2	19.1	29.8
Kükürd	...	...	...	...	...	...	...	...
Vanadium	...	...	...	...	1.14	23.5	2.14	47.0

³ Təsdiqedic məlumatlar ASTM-in beynəlxalq qərarına təqdim edilmişdir, RR:D02-1199 və RR:D02-1527 tədqiqat hesabatının sorğusu ilə əldə edilə bilər. ASTM müştəri xidməti ilə əlaqə saxla service@astm.org.

ƏLAVƏLƏR**(Qeyri-məcburi məlumat)****X1. D02 SINAQ ÜSULLARI ÜÇÜN ÜMUMİ KEYFİYYƏT NƏZARƏT BƏYANATI.**

X1.1 Mümkünsə, adətən təhlil edilən nümunələri təmsil edən keyfiyyət nəzarət (QC) nümunəsini təhlil etməklə cihazın və ya test prosedurunun işini təsdiq edin.

X1.2 Ölçmə prosesinə nəzarət etməzdən əvvəl metodun istifadəçisi QC nümunəsinin orta dəyərini və nəzarət hədlərini müəyyən etməlidir (bax. D6299 və MNL 7¹⁰ Təcrübəsi).

X1.3 QC nəticələrini qeyd edin və ümumi sınaq prosesinin statistik nəzarət vəziyyətini müəyyən etmək üçün nəzarət qrafikləri və ya digər statistik ekvivalent üsullarla təhlil edin (Təcrübə D6299, D6792 və MNL 7). Nəzarətdən kənar hər hansısa bir məlumat, əsas səbəb(lər) üçün işə salınmalıdır. Bu araşdırmanın nəticələri cihazın yenidən kalibrlənməsi ilə nəticələnmə bilər, lakin məcburi deyil.

X1.4 Test metodunda verilən açıq tələblər olmadıqda, QC testinin tezliyi ölçülən keyfiyyətin kritikliyindən, sınaq prosesinin nümayiş etdirilən sabitliyindən və müştəri tələblərindən asılıdır. Ümumiyyətlə, QC nümunəsi gündəlik nümunələrlə hər test günü təhlil edilməlidir. Çox sayda nümunə müntəzəm olaraq təhlil edilirsə, QC tezliyi artırılmalıdır. Bununla belə, testin statistik nəzarət altında olduğu nümayiş etdirildikdə, QC test tezliyi azaldıla bilər. Məlumat keyfiyyətini təmin etmək üçün QC nümunəsinin dəqiqliyi vaxtaşırı ASTM metodunun dəqiqliyinə qarşı yoxlanılmalıdır.

X1.5 Mümkünsə, müntəzəm sınaqdan keçirilən QC nümunəsinin tipinin müntəzəm təhlil edilən nümunəni təmsil etməsi tövsiyə olunur. QC nümunə materialının kifayət qədər ehtiyatı nəzərdə tutulan istifadə müddəti üçün mövcud olmalıdır və gözlənilən saxlama şəraiti altında həmcins və sabit olmalıdır.

X1.6 QC və nəzarət qrafiki üsulları üzrə əlavə təlimatlar üçün müvafiq sənədlərə (D6299 Təcrübəsinə, D6792 Təlimatına və MNL7) baxın.

X1.7 Mümkünsə, müntəzəm sınaqdan keçirilən QC nümunəsinin tipinin müntəzəm təhlil edilən nümunəni təmsil etməsi tövsiyə olunur. QC nümunə materialının kifayət qədər ehtiyatı nəzərdə tutulan istifadə müddəti üçün mövcud olmalıdır və gözlənilən saxlama şərtlərində həmcins və sabit olmalıdır.

X1.8 QC və nəzarət qrafiki üsulları üzrə əlavə məlumatlar üçün sənədlərə (D6299 Təcrübəsinə, D6792 Təlimatına və MNL7) baxın.

X2. D7691 TEST METODUNUN İSTİFADƏSİ ÜÇÜN FAYDALI GÖSTƏRİŞLƏR.

X2.1 Nümunəvi nümunə əldə etmək üçün nümunə konteynerində xam neftin homogenləşdirilməsi son dərəcədə vacibdir. Əks halda, səhv nəticələrə səbəb ola bilər.

X2.2 ICPAES avadanlıqları olan laboratoriyanın temperatur və rütubət nəzarətlərini yoxlayın və dəqiq təhlilinin aparılması üçün adekvatlığını yoxlayın. İstifadə müddəti ərzində sabit ekoloji şəraitin mövcud olduğundan əmin olun.

X2.3 Mümkünsə, istifadə etməzdən əvvəl ya uyğun ilkin standartlarla, ya da müstəqil analitik üsulla müqayisə etməklə, kommersiya baxımından əldə edilmiş kalibrləmə standartlarının element konsentrasiyalarının düzgünlüyünü yoxlayın.

X2.4 Dalğa boyu araşdırmanı həyata keçirməklə istifadə olunan bütün həlledicilərdə və reagentlərdə analitlərin olmamasını yoxlayın. Xalis intensivlik sıfır olmalıdır. İstənilən halda, boşluqdan və ya fərdi həlledicilərdən və reagentlərdən intensivlik hesabları hesabat limiti ilə əlaqəli intensivlik saylarından xeyli aşağı olmalıdır. Bir qayda olaraq, boş saylar, sıfır olmasa da, hesabat limitində standart üçün alınan saylardan on dəfə aşağı olmalıdır.

X2.5 Təcrübə yolu ilə kalibrləmə etalonlarının hazırlanma tezliyini müəyyən edin. Hər bir ölçmə dəstindən əvvəl və ya uyğun olaraq gündəlik olaraq yeni iş hazırlayın və standartları yoxlayın.

X2.6 Hər bir analitin kalibrləmə əyrisinin xəttini üç aydan bir və ya daha tez-tez yoxlayın.

X2.7 İstifadə etməzdən əvvəl məşəllərdə çatların olub-olmadığını yoxlayın və lazım olduqda atın və ya təmir edin.

X2.8 Karbon yığılması olmayan təmiz məşəllərdən istifadə edin.

X2.9 İstehsalçı tərəfindən təklif olunduğu kimi alətin ən azı 30 dəqiqə və ya daha çox istinməsinə icazə verin.

X2.10 Hər gün peristaltik nasos borusunu çatlar və yastı ləkələr üçün vizual yoxlayın və qeyri-sağlamsa, dəyişdirin. Gündəlik qəbul nisbətlerini yoxlayın

X2.11 Hər beşinci nümunədən sonra və ya sonuncu təhlildən ən azı 30 dəqiqə keçdikdən sonra boş və müvafiq yoxlama standartını işə salın. Əgər standartın xalis intensivliyi əvvəlki yoxlamaya nisbətən 5%-dən çox dəyişərsə, yenidən kalibrləmə edin.

X2.12 Yaddaş təsirlərinin qarşısını almaq üçün ölçmələr arasında kifayət qədər durulama müddətinə icazə verin. Birdən çox ölçmə apararkən signalda kəskin azalma əvəzinə sabit bir azalma müşahidə edilərsə, yaddaş effektləri mövcuddur.

X2.13 Mümkün hallarda, metodda təklif olunan yüksək və fon dalğa uzunluqlarından istifadə edin. Seçim olduqda, məsələn, ardıcıl cihazlarda, aşkarlama limitindən 100-1000 dəfə çox signal verəcək dalğa uzunluqlarını seçin. Həmçinin, seçilmiş dalğa uzunluqlarına gözlənilməz elementlər tərəfindən müdaxilə olunmayacağından əmin olun

X2.14 Nümunədə mövcud olan elementlərdən gözlənilən bütün spektral müdaxilələri yoxlayın. Müdaxilələri kompensasiya etmək üçün düzəliş amillərini hazırlamaq və tətbiq etmək üçün istehsalçının əməliyyat təlimatına əməl edin. Mümkün olduqda, dalğa

uzunluğunun düzgün seçilməsi və ya eyni element üçün iki müxtəlif dalğa uzunluğunun nəticələrini müqayisə etməklə spektral müdaxilələrdən qaçın. Rəhbərlik üçün 6-cı bölməyə baxın.

X2.15 Əgər kükürd müəyyən olunacaqdırsa, tərkibində sulfonatlar olan kommersiya standartlarından istifadə etməyin. Kükürdün məlum konsentrasiyası ilə ayrıca standartlar hazırlayın.

X2.15 Çox elementli standartları hazırlayarkən, elementlərin bir-biri ilə reaksiya vermədiyinə əmin olun ki, nəticədə həll olunmayan birləşmələr yaransın.

X2.17 Xam neftləri təhlil edərkən, nümunələrdə hissəciklərin olması ilə bağlı yaranan tıxanma problemlərinin qarşısını almaq üçün yüksək qatılıqlı Babington tipli nebulizərdən istifadə edin. Əgər düzəldilməzsə, bu, aşağı nəticələrə səbəb ola bilər.

X2.18 Yüksək özlülüklü neftlərin yaratdığı nebulizer daşınma təsirlərini minimuma endirmək və potensial spektral müdaxilələri azaltmaq üçün nümunəni və standartları mümkün qədər seyrəldin. Həm standart, həm də nümunə məhlullarında neftin miqdarı 10%-dən çox olmamalıdır.

X2.19 Standart məhlulların nümunə məhlulları ilə eyni kütlə %-i neft ehtiva etdiyinə əmin olun. Analit ehtiva etməyən əsas neft əlavə edərək neftin düzgün miqdarını qoruyun. Seyrəltmə zamanı neftin həlledici nisbətini sabit saxlayın.

X2.20 Bu test metodunda təsvir edilən daxili standart proseduru nebulizerin daşınması təsirlərini aradan qaldırmaq üçün məcburidir. Daxili standartda elementin ayrıca kalibrlənməsi zamanı bütün nümunələrə və standart məhlullara daxili standart elementinin eyni dəqiq konsentrasiyasını əlavə etmək lazım olmasa da, bunu etmək yaxşı təcrübədir. Daxili etalon ayrıca kalibrlənməyibsə, bütün nümunələrə və kalibrləmə standartlarına eyni daxili etalon konsentrasiyasını əlavə etmək lazımdır. Bu yanaşma adətən daxili standart həlledicisində əvvəlcədən seyrəldildikdə istifadə olunur.

X2.21 İş standartını nebulizasiya edərkən yanacaqda karbon yığılmasını yoxlayın. Birləşməni aradan qaldırmaq üçün lazımi düzəlişləri edin. Bu düzəlişlər aşağıdakılardan ibarət ola bilər:

X2.21.1 Nasos sürətinin azaldılması

X2.21.2 Köməkçi gaz axınının artırılması.

X2.21.3 Dondurulmuş sprey kamerasından istifadə.

X2.21.4 Nümunənin seyrəldilməsi.

X2.21.5 Cihazlar üzrə təlimatda təsvir edilən digər düzəlişlərin edilməsi.

X2.22 Test nümunəsi məhlullarının və standart məhlulların özlülüklərindəki fərqlər təhlilin dəqiqliyinə mənfi təsir göstərən qəbuletmə sürətlərində fərqlərə səbəb ola bilər. Analitsiz və otaq temperaturunda təhlil ediləcək nümunə üçün mümkün qədər yaxın özlüyə malik olan əsas neftdən istifadə edin. Bu təsirlər peristaltik nasos və ya daxili standartdan istifadə etməklə minimuma endirilə bilər. Məhlulun daimi axınını təmin etmək üçün peristaltik

nasosun istifadəsi şiddətlə tövsiyə olunur. Baxmayaraq ki, bu test metodu daxili standartdan könüllü olaraq istifadə etməyə imkan verir, lakin bu seçimdən istifadə etmək qətiyyətlə tövsiyə olunur.

LAYIHƏ

ICS 75.040

Əsas sözlər: Xam neft; induksiya birləşmiş plazma-atom emissiya spektrometriyası; dəmir; nikel; kükürd; vanadium.

LAYIHƏ



Rəsmi nəşr
“Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu”
publik hüquqi şəxs

AZS ASTM D7691:2023
İnduksiyalı Birləşmiş Plazma Atom Emissiya Spektrometriyası
(ICP-AES) ilə Xam Neftlərin Çoxelementli Təhlilinin
Standart Test Metoduna Dair
Standart Təlimat