



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۵۱۵

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

18515

1st.Edition

2014

ارزیابی فعالیت سولفات‌ها در
اتم‌سفر به روش سرب دی‌اکسید - روش
آزمون

**Evaluation of total sulfation activity in the
atmosphere by the lead dioxide technique -
Test methods**

ICS: 13.040.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان 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 پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، تعیین عبارات فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« ارزیابی فعالیت سولفات‌ها در اتمسفر به روش سرب دی اکسید – روش آزمون »

رئیس :

سمت و / یا نمایندگی

هیئت علمی دانشگاه جندی شاپور اهواز

گودرزی ، غلامرضا

(دکتری کنترل آلودگی هوا)

دبیر :

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش

حاتمی، امیر

(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

آتشی، مزگان

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس بهداشت محیط معاونت بهداشت
خوزستان

احمدپور، الهام

(لیسانس بهداشت محیط)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

پولادزاده، آذر دخت

(لیسانس فیزیک)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

پولادزاده، اعظم

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

تاجی، مرضیه

(فوق لیسانس شیمی فیزیک)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شیمیایی
شبنم خوزستان

چرمزاده، مهرناز

(فوق لیسانس شیمی)

شرکت گروه ملی صنعتی فولاد ایران

خدابخش نژاد، فرزانه

(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی
شاپور

دوستی خواه، سمیرا

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت دانش پیشرو اکسین

رافعی پور، مرجان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آلودگی هوا - معاونت بهداشت

صفدری، فرهاد
(لیسانس بهداشت محیط)

معاون تولید و بهره‌برداری گروه صنایع کاغذ
پارس

صفی زاده، عادل
(فوق لیسانس مدیریت محیط زیست)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

بازرس فنی شرکت انطباق آوران

کریمی بیرگانی، کاوه
(لیسانس مهندس شیمی)

کارشناس

گیلاسی، فهیمه
(لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ وسایل
۳	۶ مواد و/ یا واکنشگرها
۶	۷ نمونه برداری
۶	۸ روش انجام آزمون
۷	۹ محاسبات
۷	۱۰ دقت و انحراف
۹	۱۱ گزارش آزمون
۱۰	۱۲ پیوست الف (الزامی) تهیه شمع سرب دی اکسید
۱۱	۱۳ پیوست ب (الزامی) تهیه صفحه سولفات هگزا
۱۳	۱۴ پیوست پ (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش گفتار

استاندارد " ارزیابی فعالیت سولفات‌ها در اتمسفر به روش سرب دی اکسید - روش آزمون " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش تهیه و تدوین شده است و در بیست و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع محیط زیست مورخ ۱۳۹۲/۱۲/۱۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D 2010:2010, Standard test methods for evaluation of total sulfation activity in the atmosphere by the lead dioxide technique

مقدمه

در حین احتراق مواد حاوی گوگرد، گازهای گوگرد دی‌اکسید تولید می‌شوند. این گازها پیش‌ماده سولفوریک اسید اتمسفری است که ثابت شده برای موجودات زنده و گیاهان، و همچنین مواد بی‌جان مانند فلزات، آهک و مواد ساختمانی سنگی مضر می‌باشند.

گوگرد دی‌اکسید سمیت متوسط دارد و به شدت برای بیشتر گونه‌ها مضر می‌باشد. سطوح مجاز SO_2 محیط از طریق قانونی مشخص می‌شود.

هنگامی که لازم باشد تثبیت شود که آیا غلظت‌های پیش‌ترکیب سولفوریک اسید هوای محیط، مانند گوگرد اکسید، حضور داشته و با معیارهای قانونی تطابق دارند یا خیر، سیستم‌های پایش خودکار و غیرخودکار مخصوص به هر گونه گوگرد منفرد استفاده می‌شوند. موقعیت‌های مناسب سایت‌های پایش، جهت تخمین غلظت‌ها و روند غلظت‌ها در طی دوره‌های زمانی طولانی را می‌توان به آسانی با استفاده از شمع‌های PbO_2 و یا صفحات سولفات‌ها کردن مشخص کرد.

خوردگی اتمسفری مواد فلزی تابع بسیاری از متغیرهای اتمسفری و آب و هوایی است. اثر خورنده‌های ویژه، مانند SO_2 ، می‌تواند خوردگی اتمسفری فلزات یا ساختارها را به طور قابل توجهی تسریع کند. روش آزمون شمع PbO_2 و صفحه سولفات‌ها کردن، مستقلاً روش‌های ساده‌ای را برای پایش سطوح SO_2 در اتمسفر، جهت به دست آوردن یک نتیجه متوسط وزنی در اختیار می‌گذارند.

نتایج این روش‌های آزمون برای تعیین ویژگی‌های سایت‌های آزمون خوردگی اتمسفری با توجه به تاثیر متوسط غلظت‌های SO_2 در اتمسفر این موقعیت‌ها کاربرد دارد.

این استاندارد برای تعیین تغییرات ریز اقلیمی فصلی و طولانی مدت در غلظت‌های موثر میانگین SO_2 کاربرد دارد.

نتایج این روش‌های آزمون، را می‌توان در ارتباط سرعت خوردگی اتمسفری، با داده‌های اتمسفری به منظور تعیین حساسیت سرعت خوردگی، با سطوح SO_2 استفاده کرد.

این روش‌های آزمون را همچنین می‌توان با سایر روش‌های آزمون به منظور تعیین ویژگی‌های اتمسفر در محل‌هایی که در آن‌ها ساختمان‌ها یا سایر سازه قرار است بنا شود به کار برد تا مقدار تمهیدات بازدارنده مورد نیاز برای مواد ساختمانی را تعیین نمود.

ارزیابی فعالیت سولفات‌ها در اتمسفر به روش سرب دی‌اکسید – روش آزمون

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

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای ارزیابی فعالیت سولفات‌ها در اتمسفر می‌باشد. دی‌اکسید سرب (PbO_2)، به علت قدرت اکسیدکنندگی، نه تنها گوگرد دی‌اکسید (SO_2)، بلکه سایر ترکیبات مانند مرکاپتانها و هیدروژن سولفید را به سولفات تبدیل می‌کند. دی‌اکسید سرب، غبار گوگرد تری‌اکسید و سولفوریک اسید موجود در اتمسفر را تثبیت می‌کند (یادآوری را ببینید). در این استاندارد دو روش به کار برده می‌شود:

روش الف با استفاده از شمع PbO_2 و روش ب با استفاده از صفحه سولفات‌ها کردن PbO_2 انجام می‌شود. این استاندارد برای مقدار SO_2 موثر بر اساس میانگین وزنی در فواصل زمانی ۳۰ روزه کاربرد دارد. نتایج این استاندارد، به طور تقریبی با غلظت‌های حجمی SO_2 مرتبط است چرا که حضور شبنم یا رطوبت متراکم شده باعث بهبود گیراندازی SO_2 روی شمع یا صفحه می‌شود.

یادآوری – نشان داده شده است که چنانچه ۱۵٪ یا کمتر از PbO_2 کاهیده شود، ثابت سرعت واکنش شیمیایی بین SO_2 و PbO_2 مستقل از غلظت SO_2 تا سطح ۱۰۰۰ قسمت در میلیون است. ۱۵٪ PbO_2 معادل ۱۱ mg تا ۱۲ mg از گوگرد دی‌اکسید بر سانتی‌متر مربع (SO_2/cm^2) به ازای هر روز می‌باشد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

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

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۵۳، کیفیت آب – اندازه‌گیری یون سولفات در آب

2-3 ASTM D1356 Terminology relating to sampling and analysis of atmospheres

2-4 ASTM D1357 practice for planning the sampling of the ambient atmosphere

2-5 ASTM G91 Practice for monitoring atmospheric SO_2 using the sulfation plate technique

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد ASTM D 1356 ، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌رود.

۱-۳

سولفاته کردن

فرایندی که در آن ترکیبات حاوی گوگرد، در اثر فعالیت PbO_2 اکسید می‌شوند.

۲-۳

فعالیت سولفاته کردن

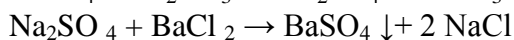
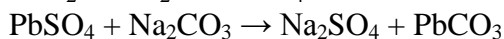
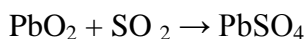
سرعت جذب ترکیبات حاوی گوگرد هنگامی که تحت شرایط این استاندارد بوسیله PbO_2 اکسید می‌شوند.

۴ اصول آزمون

در روش الف، استوانه‌های بی‌اثر، با خمیر PbO_2 پوشش‌دار شده و برای مدت زمان طولانی، معمولاً یک ماه، در معرض اتمسفر قرار می‌گیرند. اکسیدهای گوگرد به طور شیمیایی با خمیر واکنش کرده و سرب سولفات ($PbSO_4$) تشکیل می‌شود.

در روش ب، صفحات سولفاته کردن متشکل از یک خمیر PbO_2 در یک ظرف وارونه، به طور مشابه در معرض اتمسفر قرار می‌گیرند.

در روش‌های الف و ب، استوانه‌ها یا صفحه‌ها پس از زمان نمونه برداری به آزمایشگاه برگردانده می‌شوند. خمیر برداشته شده و در محلول داغ سدیم کربنات (Na_2CO_3) به حالت تعلیق در می‌آید تا سرب سولفات حل شده و سولفات به سدیم سولفات محلول (Na_2SO_4) تبدیل شود. محلول سدیم سولفات به وسیله صاف کردن، از دوغاب PbO_2 جدا می‌شود. سولفات از طریق رسوب‌گذاری با باریم کلرید اندازه‌گیری می‌شود. شیمی فرایند، برای مورد SO_2 با واکنش‌های زیر نشان داده می‌شود:



۵ وسایل

۱-۵ روش الف

۱-۱-۵ شمع سرب دی اکسید، یک استوانه بی اثر با مساحت سطح تقریبی 100 cm^2 ، پوشیده شده با یک پارچه و روکش شده با خمیر PbO_2 . پیوست الف را برای آماده‌سازی شمع ببینید.

هشدار - از آنجا که سرب ماده‌ای سمی است، تهیه و تجزیه شمع‌های PbO_2 و صفحه‌های سولفاته کردن را زیر هود یا با یک تهویه مورد تایید برای استفاده با بخارات سمی، انجام دهید.

۲-۱-۵ وسیله نمونه‌برداری، می‌تواند یک محفظه پنجره‌دار مانند یک استوانه یا یک جعبه مستطیلی باشد. اگر استوانه‌ای باشد، نباید ارتفاع کمتر از 20 cm و قطر کمتر از 18 cm داشته باشد. اگر مستطیلی باشد،

ابعاد آن نباید کمتر از $20\text{ cm} \times 20\text{ cm} \times 20\text{ cm}$ باشد. پنجره‌ها را در زاویه ۴۵ درجه قرار دهید تا بیشترین محافظت در برابر باران را داشته باشد. محفظه را از یک ماده بی‌اثر مانند پلاستیک یا چوب درست کنید و آنها را با یک رنگ سرب پایه روکش ندهید. وسیله نمونه‌برداری باید قادر به نگهداری شمع PbO_2 به صورت عمودی باشد.

۲-۵ روش ب

۱-۲-۵ صفحه سولفات‌ها کردن، یک ظرف پتری^۱ کشت از جنس پلی‌کربنات یا پلی‌استیرن، با قطر ۵۰ mm یا ۶۰ mm، شامل صفحه کاغذ صافی، روکش شده با خمیر PbO_2 . بند الف-۱-۲ را برای آماده‌سازی صفحه سولفات‌ها کردن ببینید.

۲-۲-۵ گیره^۲، به منظور نگه داشتن صفحات به صورت ایمن در موقعیتی وارونه، به گونه‌ای که وجه‌های مخلوط PbO_2 رو به پایین باشد. طراحی گیره باید شامل یک گیره نگه‌دارنده یا وسیله دیگری برای نگهداری صفحه در صورت وقوع بادهای شدید باشد. گیره نگه‌دارنده مجاز است از جنس فولاد زنگ‌نزن، فنر برنزی، آلیاژ آلومینیوم سخت (3003H19)، یا سایر آلیاژها با استحکام و مقاومت کافی در برابر خوردگی اتمسفری باشد. یک طرح متداول از گیره در شکل ۱ نشان داده شده است.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

به جز موارد ذکر شده، در همه آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با درجه خلوص واکنشگر استفاده شود. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.

۱-۶ آب، به جز در موارد ذکر شده، باید از آب درجه ۲ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده شود.

۲-۶ استون، با درجه خلوص واکنشگر.

۳-۶ محلول باریوم کلرید، با غلظت ۵۰ g/l، ۵۹ g باریوم کلرید دوآبه ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کنید و تا حجم ۱ ل رقیق کنید.

۴-۶ اتیل الکل، ۹۵٪

۵-۶ صمغ کتیرا، پودر شده

۶-۶ هیدروکلریک اسید، با وزن مخصوص ۱٫۱۹، هیدروکلریک غلیظ (HCl)

1 – Petri dish
2 - Bracket

۶-۷ هیدروکلریک اسید، ۲ M، ۱۷۱ ml هیدروکلریک اسید غلیظ را به حجم ۱ ل برسانید.

۶-۸ هیدروکلریک اسید، ۰/۰۵ M، ۲۵ ml از هیدروکلریک اسید ۲ M را به حجم ۱ ل برسانید.

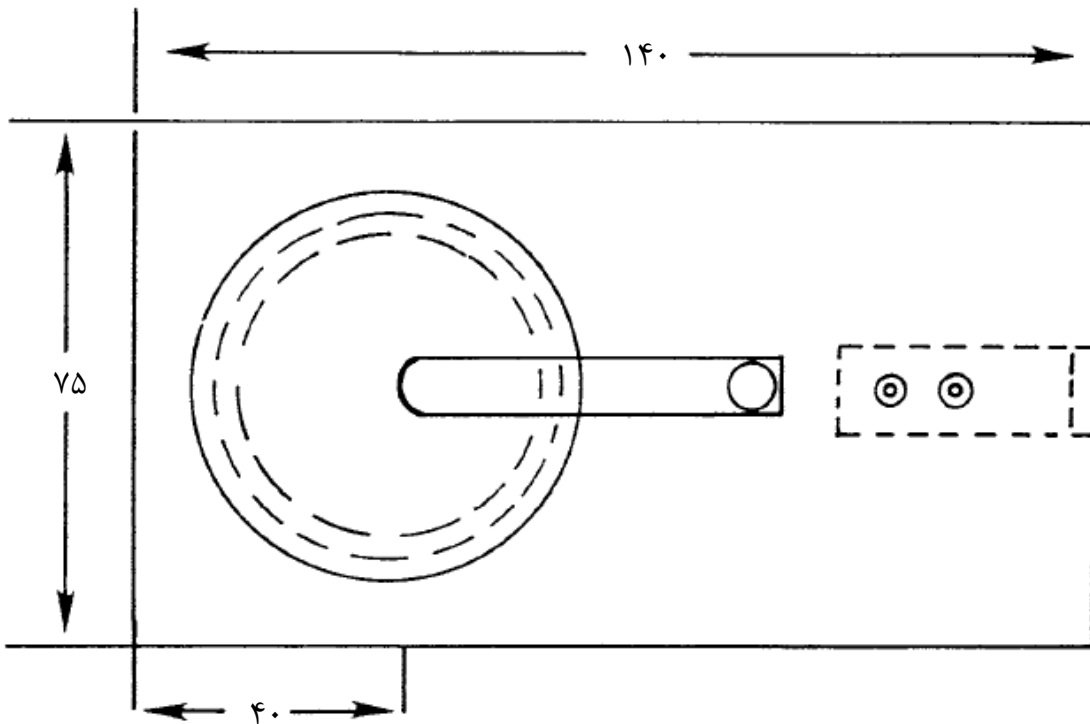
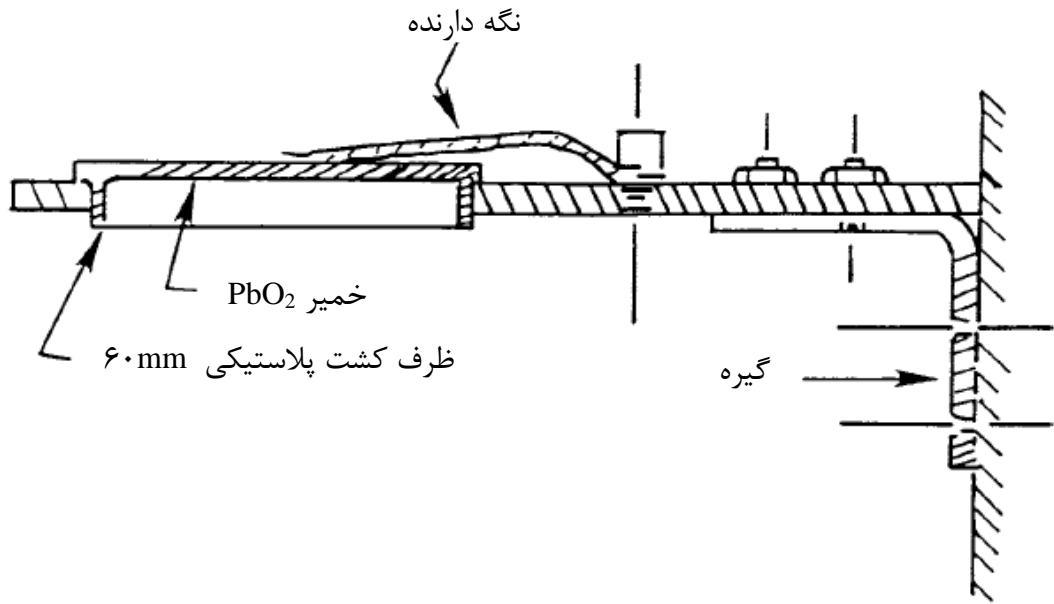
۶-۹ سرب دی اکسید، PbO_2 ، با بالاترین درجه خلوص، پودر شده.

هشدار - PbO_2 یک عامل اکسید کننده قوی است که می تواند نفوذ کرده و محیط آزمایشگاهی را آلوده کند، که این امر استفاده از آن را در تجزیه نمونه های زیست محیطی برای سرب غیرممکن می کند. بنابراین، برای کار با PbO_2 یا صفحه سولفاتته کردن از یک اتاق مخصوص با تهویه مناسب به سمت بیرون استفاده کنید.

۶-۱۰ محلول سدیم کربنات (Na_2CO_3)، با غلظت 83.3 g/l ، 83.3 gr سدیم کربنات بدون آب را در آب حل کرده و تا حجم ۱ ل رقیق کنید.

۶-۱۱ شناساگر متیل اورانژ (۰/۱٪)، ۱۰۰ mg را در مقداری آب حل کنید و تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید.

ابعاد بر حسب میلی متر



شکل ۱- نگه دارنده صفحه سولفاته کردن

۷ نمونه برداری

۱-۷ برای نمونه برداری به استاندارد ASTM D 1357 مراجعه کنید.

۲-۷ هنگامی که این روش‌های آزمون برای تخمین غلظت SO_2 در یک ناحیه مشخص استفاده می‌شود، ایستگاه‌های نمونه‌برداری را به طور تصادفی روی یک توری شبکه‌ای یکنواخت در ناحیه مورد مطالعه انتخاب کنید. دانسیته ایستگاه‌های نمونه‌برداری نباید کمتر از $1/km^2$ باشد.

۳-۷ **موقعیت وسیله نمونه‌برداری**، جعبه یا قلاب را به نحوی قرار دهید که از جابجایی محافظت شود. ارتفاع از سطح زمین باید در تمامی ایستگاه‌ها یکسان باشد. حداقل ارتفاع از بالای سطح محافظ باید یک متر باشد. صفحه سولفات‌ها باید افقی بوده و به گونه‌ای قرار گیرد که از باد و جریان‌های طبیعی هوا محافظت نشده باشد.

۴-۷ دوره نمونه‌برداری می‌تواند یک ماه باشد یا به حدی طولانی باشد که مقدار مناسبی از سولفات کل را برای تجزیه فراهم سازد. مرجع ۵ پیوست پ که به عنوان معیاری برای فرایند نمونه‌برداری شمع‌ها استفاده می‌شود، محدوده‌ای از 5 mg تا 2000 mg باریم سولفات ($BaSO_4$) به ازای هر شمع را نشان می‌دهد. دفعات نمونه‌برداری باید یکنواخت باشد و توسط الزامات طرح تعیین شود. دوره‌های نمونه‌برداری ماهیانه، دوماه یک بار و به صورت فصلی به منظور ارائه داده‌های سازگار و معتبر نشان داده می‌شود. (منبع ۵ پیوست الف).

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ در پایان دوره نمونه‌برداری، شمع‌ها یا صفحه‌ها را به محفظه‌هایی که می‌توان آنها را نسبت به آلودگی درزبندی کرد، برگردانید.

۲-۸ **روش الف، آماده‌سازی شمع‌ها**، مساحت سطح شمع را اندازه‌گیری کنید. سطح پارچه آغشته شده را در صورت نیاز با استفاده از یک نوک اسپاتول یا چاقو از روی استوانه بردارید. پارچه را می‌توان به قطعات کوچکتر برید. پارچه پوشیده شده با PbO_2 را به یک بشر 250 ml حاوی 60 ml از محلول Na_2CO_3 بند ۶-۱۰ منتقل کنید. در حالی که بعضی مواقع هم می‌زنید، قطعات غوطه‌ور شده را به مدت ۳ ساعت بخیسانید. بشرها را با شیشه ساعت بپوشانید و مخلوط را به آرامی روی صفحه یک حمام آب به مدت ۳۰ دقیقه بجوشانید. مراقب باشید که کمترین تبخیر آب رخ دهد تا حجم تقریباً ثابت بماند. محتویات بشر را با استفاده از یک کاغذ صافی سریع با شستشوی مناسب صاف کرده و با استفاده از متیل اورانژ به عنوان شناساگر (بند ۶-۱۱)، pH مایع حاصل از صافی را با هیدروکلریک اسید 2 M (بند ۶-۷) در محدوده 3.7 تا 4.0 تنظیم کنید. دقت کنید که نمونه به علت کف کردن، به ویژه هنگامی که به نقطه خنثی شدن نزدیک می‌شود، اتلاف نشود.

۳-۸ **روش ب**، محتویات صفحه سولفات‌ها کردن را به یک بشر 250 ml منتقل کنید و 12 ml از محلول Na_2CO_3 (بند ۶-۱۰) اضافه کنید. درپوش بشرها را با شیشه ساعت بپوشانید و مانند بند ۹-۲ ادامه دهید.

۴-۸ **اندازه‌گیری سولفات برحسب باریم سولفات**، یون سولفات را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۵۳ اندازه‌گیری کنید. افزودن سریع محلول جوشان $BaCl_2$ (بند ۶-۳) به یک محلول سولفات در هیدروکلریک اسید 0.05 M (بند ۶-۸)، که به آرامی می‌جوشد منجر به رسوب $BaSO_4$ دانه‌ای و با قابلیت صاف کردن آسان می‌شود.

۵-۸ سولفات را در یک شمع یا صفحه که در معرض اتمسفر نبوده است (شاهد) اندازه گرفته و این مقدار را از مقادیر نمونه‌های در معرض قرار گرفته کم کنید.

۹ محاسبات

۱-۹ فعالیت سولفات‌ها کردن کل را بر حسب معادل SO_2 با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید.
(۱)

$$M = \frac{W \times 274.5}{A \times t}$$

که در آن:

M مقدار فعالیت سولفات‌ها کردن کل، بر حسب میلی‌گرم گوگرد دی‌اکسید SO_2 بر سانتی‌متر مربع در روز
($mg/cm^2 \cdot day$)؛

W جرم $BaSO_4$ تصحیح شده برای شاهد، بر حسب گرم؛

274.5 نسبت وزن مولکولی SO_2 و $BaSO_4$ ضرب در 1000 برای تبدیل گرم به میلی‌گرم؛

A مساحت شمع یا صفحه، بر حسب سانتی‌متر مربع؛

t زمان در معرض بودن، بر حسب روز می‌باشد.

۱۰ دقت و انحراف

۱-۱۰ روش الف (منبع ۸ از پیوست پ)

۱-۱-۱۰ مطالعه بین آزمایشگاهی پروژه ترشولد^۱ نتایج زیر را برای دقت روش الف ارائه کرده است.
۱-۱-۱-۱۰ انحراف استاندارد، S_b ، برای تجدیدپذیری اندازه‌گیری‌های فعالیت سولفات‌ها کردن کل با آزمایشگاه‌های مختلف در محدوده (0.00178 تا 0.01371) $mg/cm^2 \cdot day$ متغیر است که می‌تواند با استفاده از رابطه ۲ بیان شود.

$$S_b = 0.0136 M^{1/2} \quad (2)$$

که در آن:

M و S_b میلی‌گرم بر سانتی‌متر مربع در روز ($mg/cm^2 \cdot day$) می‌باشند.

۲-۱-۱-۱۰ انحراف استاندارد، S_w ، برای اندازه‌گیری‌های تکراری فعالیت سولفات‌ها کردن کل در یک آزمایشگاه (تکرارپذیری)، در محدوده (0.00178 تا 0.01371) میلی‌گرم بر سانتی‌متر مربع در روز ($mg/cm^2 \cdot day$) متغیر است که می‌تواند با استفاده از رابطه ۳ بیان شود.

$$S_w = 0.0504 M^{1/2} \quad (3)$$

که در آن:

M و S_w میلی‌گرم بر سانتی‌متر مربع در روز ($mg/cm^2 \cdot day$) می‌باشند.

۲-۱-۱۰ نتایج میانگین تجزیه نمونه‌های اسپایک شده نشان می‌دهد که اندازه‌گیری سولفات مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۵۳ را می‌توان با بازیابی ۹۸٪ انجام داد.

۱-۲-۱-۱۰ انحراف استاندارد درصد بازیابی سولفات اسپایک شده در مرحله تجزیه سولفات برای اندازه‌گیری‌های بین آزمایشگاهی ۱۰٪ و برای اندازه‌گیری‌های درون آزمایشگاهی ۲۱٪ است.

۲-۱۰ روش ب

۱-۲-۱۰ انحراف استاندارد، اجرای تکراری صفحه‌ها تحت شرایط در معرض قرارگیری یکسان برای یک آزمایشگاه منفرد متناسب با سطح سولفات‌ها کردن متوسط با استفاده از رابطه ۴ می‌باشد.

$$\sigma = 0.0790 m_{avg} \quad (۴)$$

که در آن:

σ انحراف استاندارد بر حسب میلی‌گرم SO_2 بر متر مربع در روز ($mg/cm^2 \cdot day$)؛

m_{avg} متوسط سرعت گیراندازی SO_2 خالص بر حسب میلی‌گرم بر متر مربع در روز بر اساس ۱۰ آزمون با شش یا تعداد بیشتری صفحه در هرا اجرا می‌باشد.

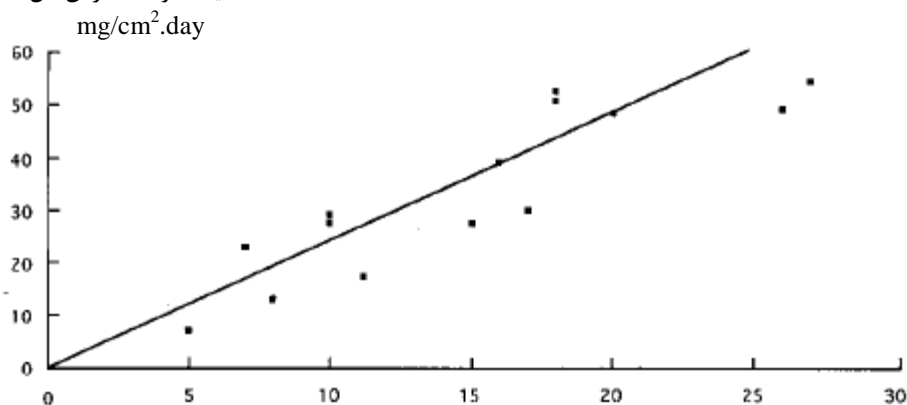
۱-۲-۱-۱۰ خطای استاندارد تخمین برای رابطه رگرسیون بر اساس ۸ درجه آزادی برابر ۰/۶۹ بود. این خطا یک مقدار حد پایین برای σ ، صرفنظر از m_{avg} است.

۲-۱-۲-۱۰ این تخمین از انحراف استاندارد برای یک صفحه را می‌توان برای آزمون تخمین تغییرات بین مکان‌ها یا درون مکانها، به منظور تعیین اینکه آیا تغییرات مشاهده شده به طور معنی‌داری بزرگ‌تر از خطای آزمایشگاهی مرتبط با اندازه‌گیری سولفات‌ها کردن هستند یا خیر، استفاده کرد.

۲-۲-۱۰ به علت اثر دما، رطوبت، باد و شرایط در معرض قرارگیری، هم‌بستگی با اندازه‌گیری‌های حجمی SO_2 تا حدودی متغیر است. هم‌بستگی برای فعالیت سولفات‌ها کردن کل در برابر اندازه‌گیری‌های حجمی SO_2 با استفاده از صفحه‌هایی با قطر ۵۰ mm در شکل ۲ نشان داده شده است.

۳-۱۰ انحراف، از آن جا که ماده مرجع پذیرفته شده‌ای برای تعیین انحراف روش در این روش آزمون وجود ندارد، انحراف تعیین نشده است.

فعالیت سولفات‌ها کردن کل



میانگین ساعتی غلظت SO₂ - قسمت در بیلیون

یادآوری - تحلیل خطی این داده‌ها نتایج کمترین مربعات زیر را به دست می‌دهد:

$$M = (2.216 \pm 0.016) C$$

که در آن :

M فعالیت سولفات‌ها کردن کل بر حسب میلی‌گرم بر سانتی‌متر مربع در روز (mg/cm².day)؛

C غلظت حجمی ساعتی متوسط SO₂ بر حسب قسمت در بیلیون؛

ضریب همبستگی برای این مجموعه داده ۰.۹۱۷ و خطای استاندارد با ۱۳ درجه آزادی برابر ۷.۵ می‌باشد.

شکل ۲ - همبستگی بین فعالیت سولفات‌ها کردن کل و غلظت حجمی متوسط SO₂

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۱ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی

۲-۱۱ تمام جزییات لازم برای شناسایی کامل نمونه

۳-۱۱ روش استفاده شده (بند ۸) و جزییات وسیله اندازه‌گیری

۴-۱۱ دمای آزمون

۵-۱۱ زمان انجام آزمون

۶-۱۱ تاریخ انجام آزمون

۷-۱۱ نام و نام خانوادگی آزمونگر

پیوست الف

(اطلاعاتی)

تهیه شمع سرب دی اکسید

الف-۱ روش کار زیر را می‌توان برای تهیه شمع PbO_2 استفاده کرد:

الف-۱-۱ 0.5 g صمغ کتیرای پودر شده (بند ۶-۵) را در 5 ml اتیل الکل (٪ ۹۵) (بند ۶-۴) پخش کرده و در حالی که هم می‌زنید به دقت 30 ml آب (بند ۶-۱) داغ اضافه کنید. مخلوط را روی یک صفحه داغ با دمای پایین، به آرامی گرم کنید تا یک ژل شفاف و یکنواخت به دست آید. صمغ کتیرا را بیش از حد حرارت ندهید. در حالی که به صورت پیوسته هم می‌زنید، 80 g PbO_2 (بند ۶-۹) را در بخش‌های کوچک، به مخلوط اضافه کنید تا خمیر کاملاً بدون کلوخه تهیه شود و از پخش شدگی کافی PbO_2 اطمینان حاصل کنید.

الف-۱-۲ این روش کار مقدار کافی خمیر برای ۱۰ شمع را تولید می‌کند. مقدار PbO_2 برای هر شمع بیشتر از 8 g نشود. جرم PbO_2 را برای هر شمع بیش از ٪ ۱۰ تغییر ندهید.

الف-۱-۳ پارچه‌ای مانند پارچه توری پرده، گاز پانسمن، یا آستری را در آب جوش بشویید. پارچه را در یک اتمسفر عاری از SO_2 خشک کنید. پارچه را اطراف یک استوانه پلاستیکی نفوذ ناپذیر بی‌اثر یا شیشه‌ای (بند ۵-۱-۱) با مساحت سطح تقریباً 100 cm^2 بپیچید. پارچه را با نخ پنبه‌ای یا نایلونی روی استوانه محکم کنید.

الف-۱-۴ جهت تامین سطح واکنش‌پذیر، خمیر را روی پارچه بکشید. از یک برس با موی محکم کوتاه و عرض 25 mm برای پهن کردن خمیر روی پارچه استفاده کنید.

الف-۱-۴-۱ هنگامی که مقادیر زیادی از خمیر تهیه شده است، از پخش‌شدگی یکنواخت واکنشگر PbO_2 اطمینان حاصل کنید و از گرمایش بیش از حد مخلوط خودداری کنید. ویسکوزیته خمیر را با استفاده از حمام آب کنترل کنید.

الف-۱-۴-۲ وقتی چند دسته شمع تهیه شد، یک سانتریفوژ کوچک دستی می‌تواند برای تسهیل کار استفاده شود. این کار را می‌توان با برداشتن نگه‌دارنده لوله و بستن یک وسیله مناسب برای محکم کردن شمع روی محور چرخان انجام داد.

الف-۱-۵ روکش را در یک اتمسفر عاری از SO_2 خشک کنید. از هر دسته شمع تهیه شده، یک شمع شاهد در معرض قرار نگرفته را نگه دارید. شمع‌ها را تا زمان استفاده، در ظروف درزبندی شده و دور از تماس با SO_2 و سایر گازهای حاوی گوگرد که می‌توانند سطح واکنش‌پذیر را آلوده کنند، نگه دارید.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

تهیه صفحه سولفات کربن

الف-۱ روش کار زیر را می‌توان برای تهیه صفحه‌های سولفات کربن استفاده کرد:

الف-۱-۱ کاغذهای صافی دایره‌ای را به انتهای ظروف کشت (بند ۵-۲-۱) بچسبانید به طوری که سطح زیر کاغذ صافی رو به بالا باشد و استون با درجه خلوص واکنشگر (بند ۶-۲) را تا زمانی که کاغذ صافی اشباع شود از بطری شستشو اضافه کنید. از پاشیدن استون به دیواره‌ها یا سطوح بیرونی ظرف اجتناب کنید. کاغذ را به آرامی با یک میله شیشه‌ای فشار دهید به گونه‌ای که همه بخش‌های صافی به ظرف فشرده شود. اجازه دهید استون تبخیر شود.

یک دسته ۹۰۰ ml از PbO_2 می‌تواند تقریباً ۸۰ صفحه ۵۰ mm یا ۵۵ صفحه ۶۰ mm را بپوشاند. چسباندن ممکن است در روش کار تهیه صفحه به خوبی انجام شود.

الف-۱-۲ یک دسته از صفحه‌های چسبانده شده، ۸۰ صفحه ۵۰ mm یا ۵۵ صفحه ۶۰ mm را روی یک سکو قرار داده و با آب بشویید. سپس صفحه‌ها را مجدداً با آب پر کنید و بگذارید برای یک ساعت بمانند. آب را ریخته و یک چهارم تا یک دوم صفحه را دوباره با آب پر کنید.

الف-۱-۳ ۳٫۵ g صمغ کتیرا (بند ۶-۵) و ۹۰۰ ml آب به یک ظرف مخلوط‌کن با سرعت بالا، اضافه کنید. سرعت پایین را انتخاب کنید و به مدت دو ساعت مخلوط کنید.

الف-۱-۴ محتویات مخلوط‌کن را در یک بشر یک لیتری بریزید و ۳۵۰ ml از محلول را به ظرف مخلوط‌کن برگردانید. ۳٫۵ g کاغذ صافی الیاف شیشه‌ای^۱ را در ۳۵۰ ml محلول صمغ کتیرا، با استفاده از مخلوط‌کن با سرعت متوسط، تا زمانی که مخلوط نرم و یکنواخت شود خمیر کنید.

الف-۱-۵ ۴۰۰ ml از محلول صمغ کتیرایی که قبلاً از مخلوط‌کن خارج کرده‌اید را برگردانید و با سرعت متوسط به مدت یک دقیقه مخلوط کنید.

الف-۱-۶ مخلوط‌کن را روی سرعت بالا روشن کنید و ۱۱۲ g از PbO_2 (بند ۶-۹) اضافه کنید. به مدت دو دقیقه مخلوط کرده و مخلوط‌کن را مجدداً به سرعت پایین برگردانید.

الف-۱-۷ ۱۰ ml از مخلوط را با استفاده از یک پیپت به هر یک از صفحه‌های ۵۰ mm، یا ۱۵ ml از مخلوط را به صفحه‌های ۶۰ mm با دقت منتقل کنید. اطمینان حاصل کنید که مخلوط به طور یکنواخت از لایه آب در صفحه تا لبه هر صفحه پهن می‌شود.

الف-۱-۸ سکوی صفحه‌ها را به مدت ۲۰ ساعت در گرمخانه با دمای $40^{\circ}C$ تا $50^{\circ}C$ قرار دهید.

الف-۱-۹ صفحه‌ها را از گرمخانه خارج کرده و بگذارید خنک شوند. صفحه‌ها را با درپوش‌های محکم درزبندی کنید تا آن‌ها را تا زمان شروع در معرض قرارگیری، محافظت کنید. آن‌ها را در محیط عاری از SO_2 نگهداری کنید.

الف-۱-۱۰ صفحه‌ها را شماره‌گذاری کنید و آن‌ها را در مدت ۱۲۰ روز پس از تهیه، استفاده کنید. صفحه‌های تجاری را می‌توان چنانچه در محیط‌عاری از SO_2 ذخیره شوند، به مدت یک سال قبل از تماس نگه داشت. حداقل یک صفحه را از هر کدام به عنوان شاهد نگه دارید.

پیوست پ

(اطلاعاتی)

کتاب نامہ

- [1] Technical Paper 1, Department of Scientific and Industrial Research, Atmospheric Pollution Research, H. M. Stationery Office, London, 1945, pp. 20–23
- [2] Measurement of Sulfur Dioxide with the Lead Peroxide Instrument, Investigation of Atmospheric Pollution, Department of Scientific and Industrial Research, Fuel Research Station, H. M. Stationery Office, London, 1948.
- [3] Foran, M. R., Gibbons, E. V., and Wellington, J. R., “The Measurement of Atmospheric Sulfur Dioxide and Chloride,” *Chemistry in Canada*, Vol 10, No. 5, 1958, pp. 33–41.
- [4] Thomas, F.W., and Davidson, C. M., “Monitoring Sulfur Dioxide with Lead Peroxide Cylinders,” *Journal of the Air Pollution Control Association*, Vol 11, 1961, pp. 24–27.
- [5] Keagy, D. M., Stalker, W. W., Zimmer, C. E., Dickerson, R. C., “Sampling Station and Time Requirements for Urban Air Pollution Surveys, Part 1: Lead Peroxide Candles and Dustfall Collectors,” *Journal of the Air Pollution Control Association*, Vol 11, 1961, pp. 270–280.
- [6] Huey, N. A., “The Lead Dioxide Estimation of Sulfur Dioxide Pollution,” *Journal of the Air Pollution Control Association*, Vol 18, No. 9, 1968, pp. 610–611.
- [7] Kolthoff, I. M., and Sandel, E. B., *Quantitative Inorganic Analysis*, 4th Ed., Macmillan Co., New York, NY, 1969.
- [8] Foster, J. F., Beatty, G. H., and Howes, J. E., Jr., “Interlaboratory Cooperative Study of the Precision and Accuracy of the Measurement of Total Acid in the Atmosphere using ASTM Method D2010,” *ASTM Data Series Publication*, 55-52, ASTM, Philadelphia, PA, 1974.
- [9] Levadie, B., “Sampling and Analysis of Atmospheric Sulfur Dioxide with the Lead Dioxide Plate (Huey Plate),” *Journal of Testing and Evaluation*, Vol No. 2, March 1979, pp. 61–67.