



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۶۴۸

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19648

1st. Edition

2015

هوای پیرامون - تعیین کربن منواکسید -
روش طیفسنجی مادون قرمز ناپاشنده

**Ambient air — Determination of carbon
monoxide — Non-dispersive infrared
spectrometry method**

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، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، 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 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 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 میدهد 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 تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین 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 آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و 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 Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«هوای پیرامون - تعیین کربن منواکسید - روش طیف‌سنجی مادون قرمز ناپاشنده»

رئیس:

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه بوعلی سینا همدان

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بابازاده، فرشته
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس استاندارد

بیگدلی، داوود
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه پیرایه زیست

بیگلری، حسن
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

خانلرزاده، خاطره
(دکتری شیمی فیزیک)

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه راک

صنعتگر دلشاد، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

کلالی، فرخ سادات
(کارشناسی شیمی)

اداره کل استاندارد خراسان رضوی

عندلیبی، مریم
(کارشناسی شیمی)

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه راک

فرهادی، ذکریا
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت فراپل جم

دانشگاه جامع علمی کاربردی همدان

نجفی، امیر
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ تداخلات
۳	۵ وسایل
۵	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۶	۷ موارد احتیاط
۶	۸ نمونه‌برداری
۶	۹ کالیبراسیون و استانداردسازی
۷	۱۰ روش انجام آزمون
۷	۱۱ محاسبات
۷	۱۲ دقت و اریبی
۹	پیوست الف (الزامی) کمینه ویژگی‌های عملکردی برای آنالیزور کربن منواکسید مادون قرمز ناپاشنده
۱۰	پیوست ب (اطلاعاتی) روش آزمون کالیبراسیون
۱۴	پیوست پ (اطلاعاتی) کنترل‌های عملکردی
۱۵	پیوست ت (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد " هوای پیرامون - تعیین کربن منواکسید- روش طیف-سنجی مادون قرمز ناپاشنده " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت رویان پژوهان سینا تهیه و تدوین شده و در پنجاه و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۰۶ 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، به عنوان 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 تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ISO 4224:2000, Ambient air — Determination of carbon monoxide — Non-dispersive infrared spectrometry method

هوای پیرامون - تعیین کربن منواکسید - روش طیفسنجی مادون قرمز ناپاشنده

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش طیفسنجی مادون قرمز ناپاشنده برای تجزیه پیوسته و ثبت مقدار کربن منواکسید (CO) هوای محیط می‌باشد.

این روش برای تعیین غلظت‌های کربن منواکسید از 0.6 mg/m^3 (کسر حجمی 0.5 ppm) تا 115 mg/m^3 (کسر حجمی 100 ppm) کاربرد دارد.

این روش دارای حد تشخیص کمی در حدود 0.6 mg/m^3 (کسر حجمی 0.5 ppm) برای کربن منواکسید در هوا 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 تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۰۵۱، تجزیه گاز- الزامات گواهی‌نامه گازهای کالیبراسیون و مخلوط های گازی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۲۷۲، آنالیز گاز- تهیه مخلوط‌های گاز کالیبراسیون- روش حجم سنجی استاتیک

- 2-3 ISO/TR 4227, Planning of ambient air quality monitoring
- 2-4 ISO 6142, Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Gravimetric method
- 2-5 ISO 6143, Gas analysis — Determination of composition of calibration gas mixtures — Comparison methods
- 2-6 ISO 6146, Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Manometric method
- 2-7 ISO 6147, Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Saturation method.
- 2-8 ISO 6879, Air quality — Performance characteristics and related concepts for air quality measuring methods
- 2-9 ISO 9169, Air quality — Determination of performance characteristics of measurement methods

۳ اصول آزمون

نمونه هوا به یک سامانه تثبیت کننده نمونه و سپس به یک طیفسنج مادون قرمز ناپاشنده (NDIR)^۱ وارد می شود. طیفسنج، جذب انجام گرفته توسط CO در طول موج $4.7 \mu\text{m}$ [۱] را به وسیله یک آشکارساز انتخابی اندازه گیری می کند. دو پرتو موازی مادون قرمز یکی از سل نمونه و دیگری از یک سل مرجع عبور می کند و جذب توسط نمونه و نمونه مرجع انجام می گیرد. علامت^۲ آشکارساز به یک بخش کنترل تقویت کننده، تغذیه شده و خروجی تجزیه گر بر روی یک اندازه گیر و سامانه ثبت کننده اندازه گیری می شود. برخی دستگاهها از فیلتر گاز مرتبط^۳ برای مقایسه طیف جذبی IR مورد اندازه گیری و سایر گازهای موجود در نمونه با بکار بردن فقط یک سل استفاده می کنند. این دستگاه، یک نمونه با غلظت بالایی از CO را به عنوان صافی جهت طیف IR عبوری از نمونه به کار می گیرد، که باعث ایجاد پرتویی می شود که دیگر قادر به جذب توسط CO نمی باشد (در واقع این نمونه غلیظ CO که به عنوان صافی به کار می رود، باعث حذف طول موج جذبی CO از طیف IR تابنده می شود) و بنابراین می تواند به عنوان پرتو مرجع استفاده شود. پرتو نوار پهن^۴ عبوری از سل نمونه و صافی CO، مجدد توسط صافی عبوری نوار باریک^۵ فیلتر شده و اجازه می دهد فقط بخشی از نوار که به CO حساس است، عبور کرده و به آشکارساز برسد. حذف طول موجهای حساس به سایر گازها باعث کاهش تداخلات می شود. غلظت CO در نمونه از منحنی کالیبراسیون تعیین می شود.

۴ تداخلات

۱-۴ اصول کلی

درجه تداخل که در میان دستگاههای NDIR مجزا ایجاد می شود، متغیر می باشد. جهت تعیین تداخلاتی که در دستگاهها ایجاد می شود و دستگاه را برای مقاصد مورد استفاده نامناسب می سازد، با تولید کننده دستگاه مشورت کنید.

۲-۴ بخار آب

مهم ترین تداخل، بخار آب می باشد و تابعی از مقدار بخار آب در نمونه گازی است. بدون هیچ گونه تصحیح، خطایی به میزان 11 mg/m^3 (کسر حجمی ۱۰ ppm) را ایجاد می کند [۵].

تداخل بخار آب را می توان با استفاده از یک یا چند روش زیر کاهش داد:

- الف- عبور نمونه هوا از یک غشاء نیمه تراوا یا عامل خشک کننده مشابه؛
- ب- حفظ رطوبت ثابت در نمونه و گازهای کالیبراسیون به وسیله تبرید؛
- پ- اشباع نمونه هوا و گازهای کالیبراسیون به منظور حفظ رطوبت ثابت؛
- ت- استفاده از صافی های نوری نوار باریک در ترکیب با برخی اقدامات فوق؛

1- Non-dispersive infrared spectrometer
2- Signal
3- Gas filter correlation
4- Broadband
5- Narrow-bandpass

ث- ایجاد تصحیح حجمی در صورتی که نمونه خشک یا مرطوب است.

یادآوری- طیف‌سنج‌های گاز مرتبط، حذف تداخلات به وسیله بخار آب، کربن دی‌اکسید و ترکیبات آلی را تسهیل نموده و با استفاده از صافی عبوری با پهنای باریک این اطمینان حاصل می‌شود که فقط طول‌موج‌های IR حساس به CO اندازه‌گیری می‌شوند.

۳-۴ کربن دی‌اکسید

تداخل ممکن است به وسیله کربن دی‌اکسید (CO₂) ایجاد شود. اثر تداخل CO₂ در غلظت‌هایی که به طور معمول در هوای محیط موجود می‌باشد، کمینه می‌باشد به طور مثال ۶۰۰ mg/m³ (کسر حجمی ۳۴۰ ppm CO₂)، پاسخی معادل با ۰٫۲ mg/m³ (کسر حجمی ۰٫۲ ppm) را می‌دهد [۳]. در صورت لزوم، CO₂ به وسیله سودالایم جذب می‌شود.

۴-۴ هیدروکربن‌ها

هیدروکربن‌ها در غلظت‌هایی که به طور معمول در هوای محیط وجود دارند، تداخلی را ایجاد نمی‌کنند، به طور مثال ۳۲۵ mg/m³ (کسر حجمی ۵۰۰ ppm) متان، پاسخی معادل با ۰٫۶ mg/m³ (کسر حجمی ۰٫۵ ppm) را ایجاد می‌کند [۳].

۵ وسایل

۱-۵ **آنالیزور NDIR**، برای تجزیه کربن منواکسید در هوا. آنالیزور با قسمت تجزیه، پمپ نمونه‌برداری، قسمت کنترل، تقویت‌کننده، اندازه‌گیر و سامانه ثبت‌کننده کامل می‌شود. آنالیزور NDIR باید ویژگی‌های عملکردی مذکور در پیوست الف را برآورده سازد (شکل ۱ را ببینید).

۲-۵ **سامانه تثبیت‌کننده نمونه**، شامل شیر کنترل جریان، روتامتر (جریان‌سنج چرخان)، صافی مواد ذره‌ای و کنترل‌کننده رطوبت.

۳-۵ **دماسنج**، با قابلیت اندازه‌گیری دمای محیط تا ۰٫۵ °C ±

۴-۵ **فشارنگار یا فشارسنج**، با قابلیت اندازه‌گیری فشار محیط تا ۰٫۶ kPa ±

۵-۵ تجهیزات کالیبراسیون

دو روش قابل قبول برای کالیبراسیون چند نقطه‌ای دینامیک آنالیزورهای CO عبارتند از:

الف- استفاده از سیلندرهای استاندارد گواهی شده مجزای CO برای هر غلظت موردنیاز؛

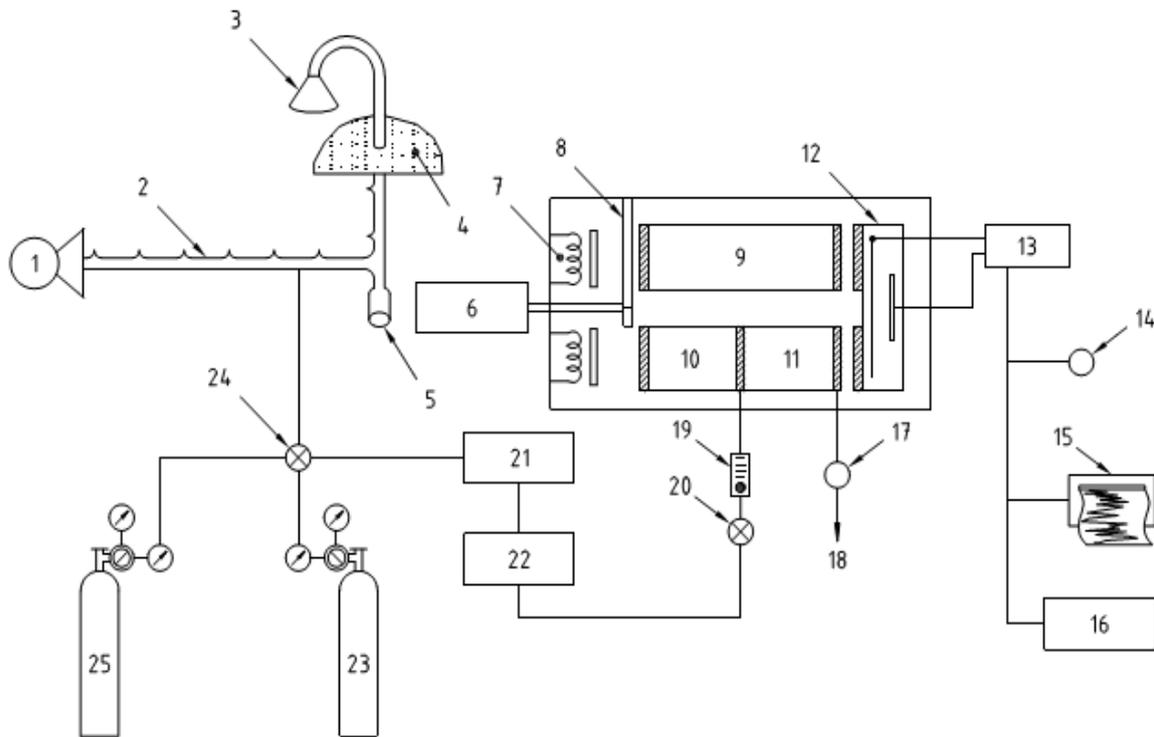
ب- استفاده از یک سیلندر استاندارد گواهی شده CO که بر حسب لزوم با هوای صفر رقیق شده است تا غلظت‌های کالیبراسیون مختلف موردنیاز حاصل شود.

این دو روش به تجهیزات زیر نیاز دارند:

۱-۵-۵ تنظیم‌کننده‌های فشار برای سیلندرهای CO

یک تنظیم‌کننده دو مرحله‌ای با ورودی و خروجی فشارسنج برای سیلندر استاندارد کالیبراسیون CO موردنیاز می‌باشد. اگر سیلندرهای مجزایی برای نقاط کالیبراسیون خاص استفاده می‌شود، تنظیم‌کننده‌هایی

را برای هر سیلندر تهیه کنید. اطمینان حاصل کنید که سیلندرها دارای دیافراگم واکنش‌ناپذیر و فشار خروجی مناسب باشند. هنگام تهیه سیلندرهاى CO، برای اندازه اتصال صحیح سیلندر به تنظیم‌کننده با تامین‌کنندگان مشورت کنید.



راهنما:

۱ دمنده	۱۴ سامانه قرائت آنالیزور
۲ توزیع‌کننده نمونه	۱۵ ثبت نوار کاغذی
۳ بخش ورودی نمونه	۱۶ سامانه اکتساب داده
۴ پوشش	۱۷ پمپ
۵ تله رطوبت	۱۸ خروجی
۶ موتور	۱۹ روماتر (جریان‌سنج چرخان)
۷ منبع مادون قرمز	۲۰ شیر کنترل جریان
۸ برشگر پرتو	۲۱ کنترل‌کننده رطوبت
۹ سل مرجع	۲۲ صافی مواد ذره‌ای
۱۰ سل صافی‌دار	۲۳ گاز نقطه آزمون
۱۱ سل نمونه	۲۴ شیر چهار راه
۱۲ آشکارساز مادون قرمز	۲۵ هوای صفر
۱۳ تقویت‌کننده	

شکل ۱- مثالی از سامانه آنالیزور کربن منواکسید

۵-۲-۲ کنترل کننده جریان

کنترل کننده جریان می تواند هر وسیله ای (شیر) با قابلیت تنظیم و تعیین جریان از استاندارد کالیبراسیون باشد. اگر روش رقیق سازی برای کالیبراسیون استفاده می شود، وسیله دومی برای هوای صفر مورد نیاز می باشد. برای رقیق سازی، کنترل کننده ها باید قادر به تنظیم جریان تا $\pm 1\%$ باشند.

۵-۵-۳ جریان سنج

یک جریان سنج کالیبره شده باید دارای قابلیت اندازه گیری و پایش سرعت جریان استاندارد کالیبراسیون باشد. اگر روش رقیق سازی استفاده می شود، یک جریان سنج دوم برای جریان هوای صفر مورد نیاز می باشد. برای رقیق سازی، جریان سنج ها باید دارای قابلیت اندازه گیری جریان به درستی $\pm 2\%$ باشند.

۵-۵-۴ محفظه اختلاط (فقط برای رقیق سازی دینامیک)

در صورتی که غلظت های کالیبره کننده با رقیق سازی دینامیک استاندارد CO انجام می شود، یک محفظه اختلاط مورد نیاز می باشد. محفظه را به نحوی طراحی کنید تا اختلاط CO و هوای صفر را فراهم کند.

۵-۵-۵ خروجی چند راهه

جهت اطمینان از افت فشار ناچیز در اتصال آنالیزور، توصیه می شود خروجی چند راهه دارای قطر کافی باشد. سامانه باید دارای یک منفذ طراحی شده باشد تا از فشار اتمسفر در چند راهه اطمینان حاصل شده و از ورود هوای محیط به داخل چند راهه جلوگیری شود.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

۶-۱ هوای صفر

از یک سیلندر تحت فشار هوای خالص گواهی شده با مقدار CO کمتر از 0.1 mg/m^3 (کسر حجمی 0.09 ppm) استفاده کنید. به طور جایگزین می توان از یک عامل اکسیدکننده کاتالیزوری جهت تبدیل CO به CO_2 یا صافی پالادیمی جهت حصول هوای صفر استفاده کنید.

۶-۲ گاز نقطه آزمون مقیاس بالا^۱

از یک سیلندر تحت فشار دارای مخلوط گاز نقطه آزمون شامل CO در هوا، مطابق با 80% مقیاس کل استفاده کنید. سیلندر را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۲۷۲ و استانداردهای ISO 6142، ISO 6143، ISO 6146 و ISO 6147 گواهی کنید.

۶-۳ گازهای کالیبراسیون

از سیلندرهایی تحت فشار دارای غلظت های CO در هوا، مطابق با گستره عملکردی دستگاه (به طور مثال 10% ، 20% ، 40% و 80% گستره مقیاس کل) استفاده کنید. این سیلندرها باید به وسیله یک استاندارد ملی گواهی شوند. به طور جایگزین در صورتی که روش کالیبراسیون رقیق سازی استفاده می شود، از یک سیلندر تحت فشار مجزا می توان استفاده کرد. در صورتی که نسبت رقیق سازی هوای صفر کمتر از $1:1000$ نباشد،

1- Up-scale span gas

می‌توان از نیتروژن استفاده کرد. از سیلندرهای فشار بالا با دیواره‌های داخلی آلیاژ کروم - مولیبدن با مقدار آهن کم برای مقیاس بالا و گازهای کالیبراسیون استفاده کنید.

۴-۶ گواهی کالیبراسیون

گازهای کالیبراسیون و نقطه آزمون را تا $\pm 2\%$ مقدار بیان شده گواهی کنید. به استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۰۵۱ مراجعه کنید.

۷ موارد احتیاط

سامانه آنالیزور را در محیط‌های غیرقابل انفجار راه‌اندازی کرده، به غیر از مواردی که تجهیزات ضد انفجار باشند. اقدامات ایمنی استاندارد را برای جابه‌جایی، نگهداری سیلندرهای گاز تحت فشار، نصب و استفاده از آنالیزور انجام دهید (به استاندارد ISO 6142 مراجعه کنید). سیلندرهای گاز تحت فشار را در معرض مستقیم نور خورشید یا گرمای بیش از حد قرار ندهید. در طی نمونه‌برداری و کالیبراسیون از سرعت جریان سل نمونه یکسان استفاده کنید. از پمپ نمونه یکسان استفاده کنید.

۸ نمونه‌برداری

هنگامی که نمونه‌برداری در اتمسفر پیرامون خارج از یک محفظه انجام می‌شود، از یک خط نمونه‌برداری یا پروبی با حداقل طول ۱ m از محفظه استفاده کنید و دهانه ورودی را در برابر رسوب دادن محافظت کنید. به استاندارد ISO/TR 4227 مراجعه کنید. آنالیزور را در یک محفظه با کنترل اتمسفر به نحوی قرار دهید که دما در $\pm 5^{\circ}\text{C}$ ثابت باقی بماند. دما و فشار نمونه اتمسفر را ثبت کنید.

۹ کالیبراسیون و استانداردسازی

۱-۹ روش انجام کالیبراسیون

روش‌های کالیبراسیون را مطابق با پیوست ب انجام دهید.

۲-۹ فراوانی کالیبراسیون

۱-۲-۹ کالیبراسیون چند نقطه‌ای

کالیبراسیون چند نقطه‌ای را انجام دهید (به پیوست ب-۱ مراجعه کنید) هنگامی که:
الف- آنالیزور برای اولین بار خریداری شده است.

ب- آنالیزور تعمیر شده و در گذشته بر روی مشخصات پاسخ اثرگذار بوده است.

پ- هنگامی که کالیبراسیون صفر و نقطه آزمون اجرا می‌شود آنالیزور، رانشی در بیش از مشخصات تعیین شده را نشان دهد (به بند ۲-۲-۹ مراجعه کنید).

۲-۲-۹ کالیبراسیون صفر و نقطه آزمون

کالیبراسیون‌های صفر و نقطه آزمون (به پیوست ب مراجعه کنید) را قبل و بعد از هر دوره نمونه‌برداری و/یا در صورتی که آنالیزور روزانه و به صورت پیوسته استفاده می‌شود، انجام دهید.

۱۰ روش انجام آزمون

مشخصات عملکردی را مطابق با استاندارد ISO 9169 تعیین کنید. کالیبراسیون را ایجاد کنید، پارامترهای عملکردی سامانه آنالیزور را کنترل کرده و سرعت جریان نمونه را تنظیم کنید. هنگامی که خروجی آنالیزور پایدار شود، اطلاعات ثبت کننده را یادداشت کرده و غلظت CO را مستقیماً از منحنی کالیبراسیون بر حسب mg/m^3 یا کسر حجمی ppm، بسته به خروجی آنالیزور تعیین کنید. جهت تبدیل کسر حجمی ppm به mg/m^3 به بند ۱۱ مراجعه کنید. کنترل‌های عملکردی موردنیاز در پیوست پ را به صورت روزانه یا در طی هر دوره نمونه‌برداری انجام دهید [۵].

۱۱ محاسبات

جهت تبدیل کسر حجمی ppm به mg/m^3 از معادله ۱ استفاده کنید:

$$\rho_1 = \frac{\rho_2 \times m_r \times 298p}{24.45 \times T \times 101.3} \quad (1)$$

که در آن:

ρ_1	غلظت CO، بر حسب mg/m^3 ؛
ρ_2	غلظت CO، بر حسب کسر حجمی ppm؛
m_r	جرم مولی کربن منواکسید، ۲۸ g/mol؛
298	دمای مطلق استاندارد، بر حسب کلوین؛
P	فشار گاز اندازه‌گیری شده، بر حسب کیلو پاسکال؛
24.45	حجم مولکولی یک مول، بر حسب لیتر؛
T	دمای مطلق گاز اندازه‌گیری شده، بر حسب کلوین؛
101.3	فشار گاز استاندارد، بر حسب کیلو پاسکال.

۱۲ دقت و اریبی

یادآوری- دقت این روش بر اساس مطالعه بین آزمایشگاهی در سال ۱۹۷۲ بر روی نمونه‌های کربن منواکسید در هوای خشک بیان شده است. سه سیلندر اصلی گاز دارای غلظت‌های نامی 8 mg/m^3 ، 30 mg/m^3 و 53 mg/m^3 آماده شده و نمونه‌های فرعی در سیلندرهای با فشار بالا جهت مشارکت در آزمون به آزمایشگاه‌ها واگذار شده است. هر نمونه فرعی سه بار تجزیه شده و آنالیزها در بیش از دو روز و برای مجموع ۸۱۰ تعیین تکرار شده است.

۱-۱۲ دقت [۴]

۱-۱-۱۲ آنالیز سه‌تایی

مقدار کربن منواکسید (CO) با دقت 0.1 mg/m^3 گزارش شده است. آزمون‌های سه‌تایی با گستره 0.6 mg/m^3 برای میانگین‌گیری (در سطح اطمینان ۹۵٪) قابل پذیرش می‌باشند.

یادآوری- آزمون‌های دوتایی که در 0.5 mg/m^3 توافق دارند برای میانگین‌گیری (در سطح اطمینان ۹۵٪) قابل پذیرش می‌باشند.

۲-۱-۱۲ تکرارپذیری (تک کاربر)

انحراف استاندارد میانگین (هر یک میانگین تعیین‌های سه‌تایی) که به وسیله کاربر یکسان در روزهای مختلف به دست آمده است، دارای برآورد 0.44 mg/m^3 در 140 درجه آزادی می‌باشد. این دو مقدار در صورتی که بیش از 1.2 mg/m^3 اختلاف داشته باشند (در سطح اطمینان ۹۵٪) مشکوک در نظر گرفته می‌شوند (به یادآوری بند ۱-۱-۱۲ مراجعه کنید).

۳-۱-۱۲ تجدیدپذیری (چند آزمایشگاه)

انحراف استاندارد میانگین (هر یک میانگین تعیین‌های سه‌تایی) که در آزمایشگاه‌های مختلف به دست آمده است، دارای برآورد 0.96 mg/m^3 در 11 درجه آزادی می‌باشد. این دو مقدار در صورتی که بیش از 3 mg/m^3 اختلاف داشته باشند (در سطح اطمینان ۹۵٪) مشکوک در نظر گرفته می‌شوند (به یادآوری بند ۱-۱-۱۲ مراجعه کنید).

۲-۱۲ اریبی

از آنجایی که اندازه‌گیری‌های مادون قرمز مقادیر نسبی را ایجاد می‌کنند، اریبی روش، به اریبی کالیبراسیون گازه‌های مورد استفاده در آماده‌سازی منحنی کالیبراسیون وابسته می‌باشد.

پیوست الف

(الزامی)

کمینه ویژگی‌های عملکردی برای آنالیزور کربن منواکسید مادون قرمز ناپاشنده

گستره (کمینه)	0 mg/m^3 تا 115 mg/m^3 (0 ppm تا 100 ppm کسر حجمی)
زمان خیز (۹۰٪)	۵ دقیقه (بیشینه)
زمان افت (۹۰٪)	۵ دقیقه (بیشینه)
رانش صفر	$\pm 1\%$ در هر روز حد بالایی گستره یا گستره قابل قبول
رانش نقطه آزمون	$\pm 1\%$ در هر روز و $\pm 2\%$ در هر سه روز (بیشینه)
دقت	$\pm 4\%$ (بیشینه)
دوره عملکردی (کمینه)	سه روز
سطح نوفه	$\pm 5\%$ مقیاس کل یا کاهش یافته به صورت خطی تا مقیاس صفر
گستره دمایی عملکردی	5°C تا 40°C
نوسان دمایی عملکردی	$\pm 5^\circ\text{C}$
خطی بودن	2% مقیاس کل

پیوست ب
(الزامی)
روش‌های کالیبراسیون

ب-۱ کالیبراسیون چند نقطه‌ای آنالیزور

ب-۱-۱ کنترل فشار سیلندر

فشار هر سیلندر گاز کالیبراسیون را کنترل کنید. اگر فشار سیلندر کمتر از ۲ MPa باشد، از این سیلندر استفاده نکنید.

ب-۱-۲ روش کالیبراسیون

ب-۱-۲-۱ کالیبراسیون با استفاده از روش رقیق‌سازی دینامیک

ب-۱-۲-۱-۱ یک سامانه کالیبراسیون دینامیک را به نحوی که در شکل ب-۱ نشان داده شده است، نصب کنید. گازهای کالیبراسیون، شامل هوای صفر، را به ورودی نمونه آنالیزور وارد کنید.

ب-۱-۲-۱-۲ سرعت‌های جریان را تحت شرایط استفاده در برابر یک استاندارد معتبر از قبیل سنجه حباب صابونی یا سنجه آزمون رطوبت، کالیبره کنید. سرعت‌های جریان حجمی را با ۲۹۸ K و ۱۰۱٫۳ kPa تصحیح کنید. سرعت جریان را مطابق با استاندارد ISO 6158 کالیبره کنید.

ب-۱-۲-۱-۳ گستره عملکردی آنالیزور CO کالیبره شده را انتخاب کنید.

ب-۱-۲-۱-۴ خروجی علامت آنالیزور CO را به ورودی ثبت‌کننده منحنی یا دیگر وسایل جمع‌آوری داده متصل کنید. تنظیمات آنالیزور را بر روی منحنی مناسب یا وسایل خوانش داده، پایه‌گذاری کنید.

ب-۱-۲-۱-۵ سامانه کالیبراسیون را جهت تحویل هوای صفر به چند راهه خروجی تنظیم کنید. جریان هوای کل باید بیش از کل جریان مورد تقاضای آنالیزور متصل شده به چند راهه خروجی باشد تا اطمینان حاصل شود که هوای محیط به دهانه چند راهه کشیده نمی‌شود. تا مادامی که پاسخ ثابتی به دست آید، اجازه دهید نمونه هوای صفر به آنالیزور وارد شود. پس از به دست آمدن پاسخ ثابت، کنترل صفر آنالیزور را تنظیم کنید. جهت تسهیل مشاهده رانش صفر منفی، تنظیمات صفر آنالیزور را تا $\pm 5\%$ مقیاس انجام دهید. پاسخ هوای صفر پایدار به عنوان Z_{CO} را ثبت کنید.

ب-۱-۲-۱-۶ جریان هوای صفر و جریان CO را از سیلندر CO استاندارد را به منظور فراهم نمودن غلظت CO رقیق شده تا ۸۰٪ حد گستره بالایی گستره عملکردی آنالیزورهای متصل شده به چند راهه خروجی تنظیم کنید تا اطمینان حاصل شود که هوای محیط به دهانه چند راهه کشیده نمی‌شود، غلظت CO را با استفاده از معادله ب-۱ محاسبه کنید.

$$[CO]_{OUT} = \frac{[CO]_{STD} \times q_{CO}}{q_D + q_{CO}} \quad (ب-۱)$$

که در آن:

$[CO]_{OUT}$ غلظت جرمی CO رقیق شده در چند راهه خروجی، بر حسب میلی گرم بر متر مکعب (کسر حجمی ppm)؛

$[CO]_{STD}$ غلظت جرمی استاندارد CO رقیق نشده، بر حسب میلی گرم بر متر مکعب (کسر حجمی ppm)؛
 q_{CO} سرعت جریان استاندارد CO تصحیح شده در ۲۹۸ K و ۱۰۱٫۳ kPa، بر حسب لیتر بر دقیقه؛
 q_D سرعت جریان هوای رقیق سازی تصحیح شده در ۲۹۸ K و ۱۰۱٫۳ kPa، بر حسب لیتر بر دقیقه، تنظیمات تا نقطه آزمون صفر.

ب-۱-۲-۱-۷ زمانی که پاسخ ثابتی به دست آید (\pm حد گستره بالای نامی)، این پاسخ معادل با CO در نمونه است. کنترل نقطه آزمون آنالیزور را جهت حصول پاسخ ثبت کننده مطابق با معادله ب-۲ تنظیم کنید.

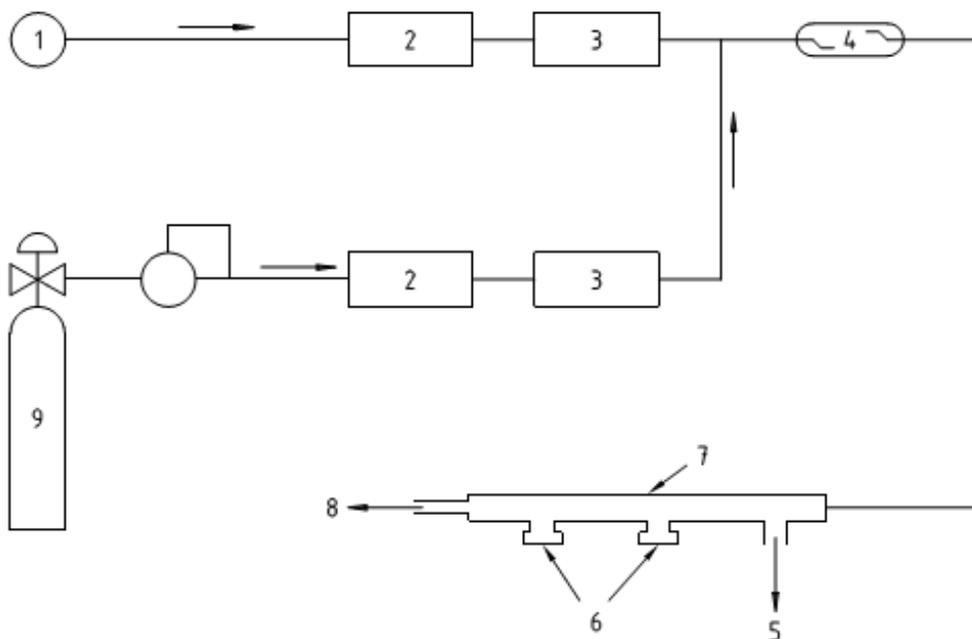
$$\text{پاسخ ثبت کننده (مقیاس درصد)} = \left(\frac{[CO]_{OUT}}{URL} \times 100 \right) + Z_{CO} \quad (ب-۲)$$

که در آن:

URL حد گستره بالای نامی گستره عملکردی آنالیزور؛
 Z_{CO} پاسخ آنالیزور به هوای صفر، بر حسب مقیاس درصد.

ب-۱-۲-۱-۸ اگر تنظیمات اساسی برای کنترل نقطه آزمون آنالیزور مورد نیاز باشد، لازم است تنظیمات نقطه صفر و آزمون را با تکرار بندهای ب-۱-۲-۱-۵ و ب-۱-۲-۱-۶ مجدد کنترل کنید. غلظت جرمی CO و پاسخ آنالیزور را ثبت کنید.

ب-۱-۲-۱-۹ چند غلظت اضافی را (حداقل سه نقطه با فواصل یکسان از میان مقیاس باقی مانده جهت تایید خطی بودن پیشنهاد می شود) با کاهش q_{CO} یا افزایش q_D ایجاد کنید. انحراف یافتن هر نقطه کالیبراسیون، بیش از $(1,0 + 0,02 [CO]_{STD}) \pm$ از منحنی صاف را مجدد کنترل کنید. در صورتی که کنترل مجدد نتایج یکسانی را دهد، گاز کالیبراسیون را مجدد آنالیز کنید. اطمینان حاصل کنید که جریان کل از کل جریان مورد تقاضای آنالیزور بیشتر باشد. برای هر غلظت ایجاد شده، غلظت جرمی دقیق CO را با استفاده از معادله ارائه شده در بند ب-۱-۲-۱-۶ محاسبه کنید. غلظت و پاسخ آنالیزور را برای هر غلظت ثبت کنید. بهترین منحنی رگرسیون را با عبور از نقاط صفر و نقاط آزمون، مطابق با استاندارد ISO 9169 رسم کنید. منحنی باید خطی باشد.



راهنما:

- | | | | |
|---|-----------------------------|---|---|
| ۱ | هوای صفر | ۶ | دریچه خروجی بیشتر هنگامی که استفاده نمی‌شود |
| ۲ | کنترل کننده جریان | ۷ | چند راهه خروجی |
| ۳ | اندازه گیر جریان | ۸ | خروجی |
| ۴ | محفظه اختلاط | ۹ | CO STD |
| ۵ | به سمت آنالیزور کالیبره شده | | |

شکل ب ۱- روش رقیق سازی برای کالیبراسیون

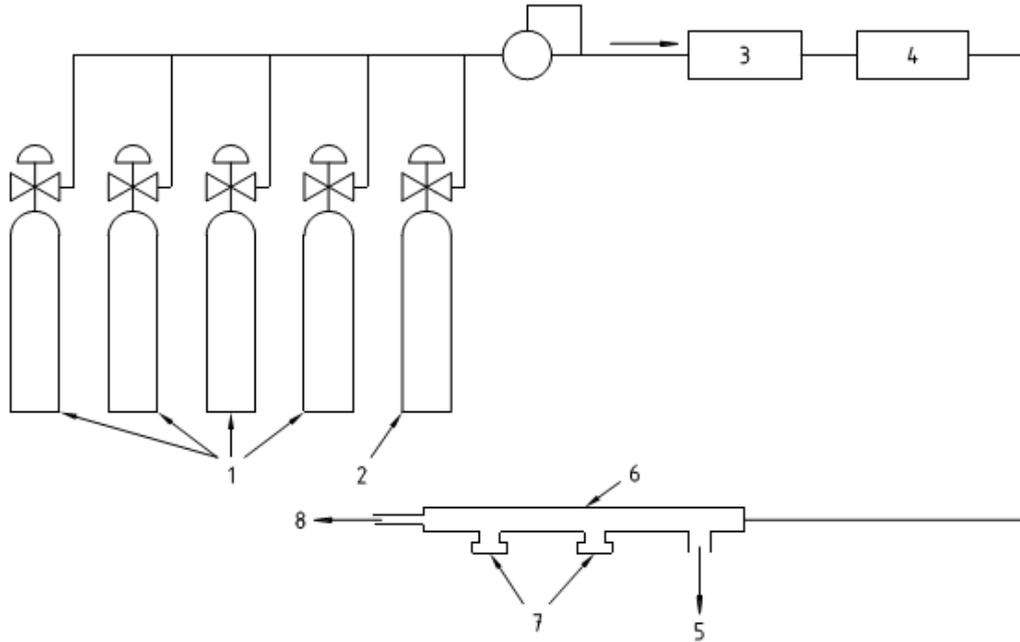
ب-۱-۲-۲ کالیبراسیون با استفاده از روش سیلندرهای چندگانه

از این روش برای روش رقیق سازی دینامیک با تغییرات زیر استفاده کنید:

ب-۱-۲-۲-۱ از یک سامانه چند سیلندری، همانگونه که در شکل ب-۲ نشان داده شده است، استفاده کنید.

ب-۱-۲-۲-۲ کالیبره بودن دقیق اندازه گیر جریان لازم نمی‌باشد، مشروط بر آنکه جریان در چند راهه خروجی بیش از جریان مورد تقاضای آنالیزور باشد.

ب-۱-۲-۲-۳ غلظت‌های کالیبراسیون CO مختلف و مورد نیاز در بندهای ب-۱-۲-۱ (مراحل ب-۱-۲-۱-۶ و ب-۱-۲-۱-۷) را بدون رقیق سازی و با انتخاب سیلندر استاندارد گواهی شده مناسب به دست آورید.



راهنما:

۱	CO STD	۵	به سمت آنالیزور کالیبره شده
۲	هوای صفر	۶	چند راهه خروجی
۳	کنترل کننده جریان	۷	دریچه خروجی بیشتر هنگامی که استفاده نمی شود
۴	اندازه گیر جریان	۸	خروجی

شکل ب ۲- کالیبراسیون سیلندرهاى چندگانه

ب-۲ روش های کالیبراسیون صفر و نقطه آزمون

روش ارائه شده در بند ب-۱-۱ را انجام دهید. اجازه دهید نمونه ۸۰٪ گاز نقطه آزمون تا زمانی که مقدار پایدار یا ۵ برابر زمان پاسخ (هر کدام که بزرگتر است) به دست آید، به آنالیزور وارد شود. این مقدار را به عنوان نقطه تنظیم نشده، نشانه گذاری کنید. هر تنظیماتی را با صفر یا نقطه آزمون انجام ندهید. اجازه دهید آنالیزور از نمونه گاز صفر تا زمانی که علامت پایدار یا ۵ برابر زمان پاسخ (هر کدام که بزرگتر است) به دست آید، نمونه برداری کند. این مقدار را به عنوان نقطه صفر تنظیم نشده، نشانه گذاری کنید. کنترل صفر را تا زمانی که علامت مطابق با تنظیم گاز صفر واقعی باشد، تنظیم کنید. این مقدار را به عنوان صفر تنظیم شده نشانه گذاری کنید. اجازه دهید نمونه ۸۰٪ گاز نقطه آزمون تا زمانی که مقدار پایدار یا ۵ برابر زمان پاسخ (هر کدام که بزرگتر است) به دست آید، به آنالیزور وارد شود. کنترل نقطه آزمون را تا زمانی که مقدار مطابق با تنظیم گاز نقطه آزمون واقعی باشد، تنظیم کنید. این مقدار را به عنوان نقطه آزمون تنظیم شده نشانه گذاری کنید. نمونه برداری هوای پیرامون را دوباره آغاز کنید.

پیوست پ
(الزامی)
کنترل‌های عملکردی

پ-۱ تنظیمات صفر و نقطه آزمون

در صورتی که تصحیحات صفر و نقطه آزمون موردنیاز که مطابق با بند ب-۲ انجام شده است، بزرگتر از ۸۰٪ گستره باشد، آنالیزور را تعمیر کنید.

پ-۲ سرعت جریان نمونه

در صورتی که سرعت جریان نمونه بیش از $\pm 20\%$ مقدار اولیه تغییر داشته باشد، فیلتر ذره‌ای برای مسدود شدن و پمپ نمونه برای عملکرد صحیح را بررسی کنید. فیلتر را هر ماه با اندازه‌گیری سرعت جریان با و بدون فیلتر در مکان کنترل کنید. اگر کاهش بیش از ۵٪ باشد، فیلتر را تعویض کنید.

پ-۳ کنترل دما

دمای اتاقی که آنالیزور در آن قرار گرفته است را کنترل کنید. اگر دما بیش از $\pm 5\%$ تغییر داشته باشد، سامانه سرمایش/گرمایش به تعمیر نیاز دارد.

پ-۴ سامانه ثبت مقایسه‌ای

سامانه نوار منحنی را برای مقاصد زیر کنترل کنید:

الف- تنظیم سرعت منحنی؛

ب- تنظیم کنترل به دست آمده؛

پ- مخزن جوهر؛

ت- مخزن کاغذ؛

ث- نوفه بیش از حد؛

ج- عملکرد مناسب آنالیزور؛

د- نشانه‌گذاری زمان، علائم و تاریخ ثبت.

پ-۵ ثبت‌کننده دیجیتال

کنترل‌ها را مطابق با دستورالعمل سازنده اجرا کنید.

پوست ت
(اطلاعاتی)
کتابنامه

- [1] Dechant, R.F. and Mueller, P.K. Performance of Continuous NDIR Carbon Monoxide Analyser, Report No. 57, Air and Industrial Hygiene Laboratory, Department of Public Health, Berkeley, CA, USA, June 1969.
- [2] Jacobs, M.B., Braverman, M.M. and Hochheiser, S. Continuous Determination of Carbon Monoxide and Hydrocarbons in Air by a Modified Infrared Spectrometer, J. Air Pollution Control Assoc., 9, 1959, pp. 110-114.
- [3] Moore, M. A Critical Evaluation of the Analysis of Carbon Monoxide with Nondispersive Infrared, NDIR, presented at the Ninth Conference on Methods in Air Pollution and Industrial Hygiene Studies, Pasadena, CA, USA, Feb. 7-9, 1968.
- [4] McKee, H.C. and Childers, R.E. Collaborative Study of Reference Method for the Continuous Measurement of Carbon Monoxide in the Atmosphere (Nondispersive Infrared Spectrometry), Southwest Research Institute, Contract CP 70-40, SWRI Report 01-2811, San Antonio, TX, USA, May 1972.
- [5] Smith, F. and Nelson, A.C. Guidelines for Development of Quality Assurance Program. Reference Method for Continuous Measurement of CO in the Atmosphere. Environmental Protection Agency Document.
- EPA-R4-73-028a. Research Triangle Institute. Research Triangle Park, NC, USA, 1973.
- [6] EPA QA Handbook, Vol. 2, EPA-600/4-77-027a, Section 2.6.0, Reference Method for the Determination of Carbon Monoxide in the Atmosphere (Nondispersive Infrared Photometry).