

استاندارد ملی ایران



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

INSO

20259

1st.Edition

2016

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

۲۰۲۵۹

چاپ اول

۱۳۹۴

مواد منتشر شده از منابع ساکن - نمونه‌گیری  
و تعیین مقدار فلوراید گازی

Stationary source emissions — Sampling  
and determination of gaseous fluoride  
content

ICS: 13.040.40

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک مادهٔ ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ 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 موسسهٔ 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیر دولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود. پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیتهٔ ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد، به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیستمحیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیستمحیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها ناظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاهای کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبهای 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**  
**«مواد منتشرشده از منابع ساکن - نمونه‌گیری و تعیین مقدار فلوراید گازی»**

**سمت و/یا نمایندگی**

دانشگاه صنعتی سهند

**رئیس:**

ولی‌پور، جواد

(دکترای شیمی تجزیه)

**دبیر:**

شرکت اسلوب آفرینان آریا آذربایجان

سلیمانی، جابر

(دکترای مهندسی کشاورزی)

**اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)**

انجمان صنفی مدیران کنترل کیفی و  
مسئولین فنی صنایع استان آذربایجان شرقی

آل احمدی، ام البنین

( فوق لیسانس شیمی تجزیه )

شرکت اسلوب آفرینان آریا آذربایجان

حسینزاده، مليحه

(دکترای پزشکی)

اداره کل منابع طبیعی و آبخیزداری استان  
آذربایجان شرقی

زمزمی، سهراب

( فوق لیسانس سنجش از دور و GIS )

مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی  
استان آذربایجان شرقی

سالک‌زمانی، علی

( فوق لیسانس مهندسی کشاورزی )

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

سالک‌زمانی، مریم

( فوق لیسانس علوم تغذیه )

کارشناس استاندارد

عبداللهی، لیلی

( لیسانس مهندسی خاک‌شناسی )

علی پور، علی  
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)  
اداره کل حفاظت محیط زیست استان  
آذربایجان شرقی

غفاری، مجتبی  
(فوق لیسانس بهداشت حرفه‌ای)  
مرکز بهداشت استان آذربایجان شرقی

فداکار، رضا  
(دکترای شیمی تجزیه)  
کارشناس

قدیمی، فریده  
(فوق لیسانس شیمی آلبی)  
اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

کاظمیان، نعیمه  
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)  
شرکت آب و فاضلاب شهری استان  
آذربایجان شرقی

همت‌جو، یوسف  
(فوق لیسانس بهداشت حرفه‌ای)  
مرکز بهداشت استان آذربایجان شرقی

یحیوی، اتابک  
(لیسانس علوم تغذیه)  
شبکه بهداشت و درمان جلفا

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان	صفحه
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد	
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد	
و	پیش گفتار	
ز	مقدمه	
۱	هدف و دامنه کاربرد	۱
۱	مراجع الزامی	۲
۲	اصطلاحات و تعاریف	۳
۲	اصول روش	۴
۳	واکنش‌گرها	۵
۴	وسایل و/یا دستگاهها	۶
۶	نمونه‌گیری	۷
۱۱	روش تجزیه‌ای با الکترود یون‌گزین	۸
۱۴	بیان نتایج	۹
۱۶	مشخصه‌های عملکرد	۱۰
۱۶	گزارش آزمون	۱۱

## پیش گفتار

استاندارد «مواد منتشرشده از منابع ساکن- نمونه‌گیری و تعیین مقدار فلوراید گازی» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت اسلوب آفرینان آذربایجان تهیه و تدوین شده است و در هفتاد و ششمین جلسه کمیته ملی استاندارد محیط‌زیست مورخ ۱۳۹۴/۱۰/۳ 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 موقع لزوم تجدید نظر 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 15713: 2006, Stationary source emissions — Sampling and determination of gaseous fluoride content

## مقدمه

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری غلظت ترکیبات گازی فلوراید در گازهای خروجی<sup>۱</sup> از کانال‌ها<sup>۲</sup> یا دودکش‌هاست.

اثرات گونه‌های دارای فلوراید حایز توجه و نگرانی است زیرا در صورت استنشاق غلظت‌های زیاد، برای افراد محرک بوده، بر پوشش گیاهی اثرات نامطلوب دارد.

برای اهداف این استاندارد، فلوراید اندازه‌گیری شده به صورت هیدروژن فلوراید گزارش می‌شود. هدف از روش ارائه شده در این استاندارد، اندازه‌گیری هیدروژن فلوراید است، اما، در عمل، پارامتر ارزیابی شده به صورت عملیاتی<sup>۳</sup> تعریف می‌شود. در این استاندارد، فلوراید ناشی از ترکیباتی اندازه‌گیری می‌شود که از فیلتر عبور می‌کند و در سدیم هیدروکسید رقیق حل می‌شوند، و با این کار یون‌های فلورایدی تولید می‌کند که هنگام آنالیز در محلول باقی می‌مانند.

---

1-Flue gas

2-Ducts

3-Operationally

## مواد منتشرشده از منابع ساکن - نمونه‌گیری و تعیین مقدار فلوراید گازی

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری فلوراید‌های گازی است که در مواد خروجی از دودکش‌ها یا کanal‌ها گازبرد<sup>۱</sup> می‌شوند. محتوای فلوراید گازی به صورت جرم هیدروژن فلوراید در گاز دودکش بیان می‌شود.

این استاندارد، برای تمامی دودکش‌هایی که غلظت فلوراید در گازهای خروجی از آن‌ها زیر  $200 \text{ mg/m}^3$  است، کاربرد دارد. این استاندارد می‌تواند برای غلظت‌های بالاتر نیز استفاده شود، اما در این صورت قبل از این که بتوان نتایج را به عنوان نتایج معتبر در نظر گرفت، لازم است بازده جذب حباب‌سازها<sup>۲</sup> ارزیابی شود. حد تشخیص<sup>۳</sup> روش بر اساس حجم نمونه  $1 \text{ m}^3$  برابر با  $0.1 \text{ mg m}^{-3}$  تخمین زده می‌شود. تمامی ترکیباتی که در دمای فیلتراسیون، فرّار هستند و در اثر واکنش با آب، ترکیبات محلول فلوراید تولید می‌کنند، با این روش قابل اندازه‌گیری هستند.

این استاندارد برای اندازه‌گیری فلوروکربن‌ها کاربرد ندارد. غلظت فلوراید در محلول جاذب با استفاده از الکتروود یون‌گزین<sup>۴</sup> اندازه‌گیری می‌شود. مقدار فلوراید اندازه‌گیری شده، به طور قراردادی به صورت هیدروژن فلوراید بیان می‌شود، گرچه ممکن است بازتابی از ماهیت شیمیایی ترکیبات مورد اندازه‌گیری نباشد.

### 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 مورد نظر 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 مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۶۹، انتشار از منابع ساکن - دستورالعمل تعیین غلظت جرمی ذرات معلق

2-2 ISO 10780, Stationary source emissions — Measurement of velocity and volume flowrate of gas streams in ducts

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

1-Entrained

2-Bubblers

3-Detection limit

4-Ion selective electrode

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳

### نمونه‌گیری هم‌سرعت<sup>۱</sup>

نمونه‌گیری در دبی‌ای<sup>۲</sup> که در آن، سرعت و جهت گاز ورودی به نازل<sup>۳</sup> نمونه‌گیری، برابر با سرعت و جهت گاز در کanal در نقطه نمونه‌گیری است.

۲-۳

### نقطه نمونه‌گیری

محل مشخصی در مقطع<sup>۴</sup> نمونه‌گیری که نمونه از آن‌جا، گرفته می‌شود.

یادآوری - نقاط نمونه‌گیری بر روی مقطع نمونه‌گیری پخش شده‌اند تا نمایان‌گر زیر مقاطعی با مساحت‌های برابر باشند.

۳-۳

### دما و فشار استاندارد

STP<sup>۵</sup>

شرایط استاندارد برای دما و فشار که به ترتیب عبارتند از: K ۱۵، ۲۷۳ و kPa ۳۲۵, ۱۰۱.

## ۴ اصول آزمون

به دلیل واکنش‌پذیری و انحلال‌پذیری زیاد هیدروژن فلوراید، اتخاذ تمهیدات احتیاطی خاصی لازم است تا هدر رفت برگشت‌ناپذیر گونه‌های مورد نظر به حداقل برسد و نمونه‌ای نمایان‌گر برداشته شود. نخست این که، اگر جنس کاوتند<sup>۶</sup> نمونه‌گیری، ایمپنجرها<sup>۷</sup> و لوله‌های رابط مناسب نباشد، می‌توانند به صورت برگشت‌ناپذیری با گونه‌های مورد نظر واکنش دهند. دوم این‌که، در صورت وجود قطرک‌های چگالیده مایع<sup>۸</sup> در کاوند، ممکن است گونه‌های مورد نظر در آنها حل شوند و از این‌رو، در اندازه‌گیری دخالت داده نشوند. علاوه بر این، در مواردی که قطرک‌ها در گاز خروجی موجود باشند، اگر نمونه به صورت هم‌سرعت برداشته نشود، نمایان‌گر نخواهد بود.

قبل از نمونه‌گیری، شرایط جریان گاز در صفحه نمونه‌گیری تعیین می‌شود. در صورت وجود قطرک‌ها، نمونه‌گیری هم‌سرعت در چند نقطه نمونه‌گیری ضرورت می‌یابد. همگنی پروفایل‌های فضایی<sup>۹</sup> سرعت، دما و غلظت اکسیژن گاز خروجی مورد بررسی قرار می‌گیرد. اگر تغییر‌پذیری معنی‌داری در هر یک از این پارامترها

1-Isokinetic sampling

2-Flowrate

3-Nozzle

4-Section

5-Standard Temperature and Pressure

6-Probe

7-Impingers

8-Condensed liquid droplets

9-Spatial profiles

وجود داشته باشد، اما هیچ قطرکی موجود نباشد، در این حالت، نمونه‌گیری در چند نقطه نمونه‌گیری، اما در دبی ثابت، صورت می‌گیرد. اگر این پارامترها همگن باشند، در این حالت نمونه‌گیری در یک نقطه واحد و در دبی ثابت انجام می‌گیرد.

برای تعیین محتوای فلوراید گازی گاز خروجی، یک نمونه سنجش شده نمایان‌گر از آن گاز، از خلال کاوند نمونه‌گیری گرم شده، و فیلتر کشیده می‌شود. قطرک‌هایی که ممکن است دارای ترکیبات گازی شکل حل شده فلوراید باشند، در کاوند گرم شده، تبخیر می‌شوند. گونه‌های فلوراید پیوند خورده به ریزدراط<sup>۱</sup> که ممکن است در به صورت مواد جامد موجود باشند، از طریق فیلتر کردن ریزدراط در دمای کنترل شده، حذف می‌شوند. ترکیبات گازی فلوراید، یا به عبارت دقیق‌تر، ترکیبات فلوراید محلول در آب که از فیلتر عبور می‌کنند، به‌وسیله زنجیره نمونه‌گیری<sup>۲</sup> مت Shank از یک سری از ایمپنجرهای حاوی محلول سدیم هیدروکسید، جذب می‌شوند.

## ۵ واکنش‌گرها

واکنش‌گرها زیر با درجه تجزیه‌ای معتبر، مورد نیاز است. در صورت ایجاد تغییرات مشهودی در آنها، نباید مورد استفاده قرار گیرند.

۱-۵ محلول جاذب، محلول NaOH با غلظت ۰.۱ mol/l

۲-۵ ماده خشک کن گاز نمونه، سیلیکاژل درجه درشت<sup>۳</sup>.

۳-۵ بافر تنظیم‌کننده قدرت یونی کل (TISAB)<sup>۴</sup>، مت Shank از:

سدیم کلراید، -

سدیم استات تک‌آبه، -

تری سدیم سیترات سه‌آبه، -

استیک اسید شیشه‌ای، -

آب یون‌زادایی‌شده یا مقطار، -

محلول NaOH با غلظت ۰.۵ mol/l

۴-۵ محلول‌های کالیبراسیون.

آب یون‌زادایی‌شده یا مقطار

سدیم فلوراید

## ۶ وسایل و/یا دستگاه‌ها

1-Particulate

2-Sampling train

3-Self-indicating coarse grade

منظور سیلیکاژلی است که بر اثر جذب رطوبت تغییر رنگ می‌دهد.

4-Total ionic strength adjustment buffer

## ۱-۶ مقدمه

نمودار شماتیک تجهیزات برای نمونه‌گیری فلوراید های گازی در شکل ۱ نشان داده شده است. دستگاه مشکل از قسمت های زیر است:

- کاوند نمونه بدار و مجموعه فیلتر<sup>۱</sup> که می‌توانند در صورت نیاز گرم شوند،
- زنجیره ایمپنجر دارای محلول سدیم هیدروکسید برای گرفتن فلوراید های گازی،
- گیج فشار<sup>۲</sup>،
- شیر کنترل مکش،
- پمپ مکش،
- گاز سنج، و
- سیستم اندازه گیری دبی گاز نمونه.

باید دماسنچ و مانومتری<sup>۳</sup> در زنجیره نمونه گنجانده شود تا اندازه گیری دما و فشار نسبی گاز سنجش شده را میسر سازد. باید بارومتری<sup>۴</sup> برای اندازه گیری فشار اتمسفری در طول آزمون به کار گرفته شود تا حجم گاز نمونه گیری شده بتواند با شرایط استاندارد K ۱۵/۱۵ ۲۷۳ و ۳۲۵ kPa<sup>۵</sup> ۱۰/۱ نرمالیزه<sup>۶</sup> شود.

## ۲-۶ کاوند

کاوند باید طولی برابر با طول لوله داشته، دمای داخل کanal را نیز تحمل کند. کاوند باید در برابر حمله شیمیایی آلاینده های مختلف در کanal مقاوم باشد. کاوند باید بهویژه، در برابر حمله فلوراید مقاوم باشد تا از هدر رفت نمونه اجتناب شود. مواد مناسب برای نمونه گیری فلوراید، سیلیکا یا آلایزه هایی از نوع مونل<sup>۷</sup> می باشند.

کاوند باید دارای سیستم گرمایشی با قابلیت حفظ دمای گاز در خروجی خود، حداقل K ۴۲۳ یا K (۲۰ ±۵) بالاتر از دمای نقطه شبنم، هر کدام که بالاتر است، باشد.

باید قبل از انجام نمونه گیری، سطوح داخلی کاوند نمونه به وسیله آبکشی با آب یون زدایی شده، کاملاً تمیز شود. در فواصل بین نمونه گیری ها، در ابتدا باید کاوند خنک شود. شستشوی کاوند باید تا زمانی ادامه یابد که اثری از ماده معلق در آب حاصل از شستشوی آن، وجود نداشته باشد.

## ۳-۶ فیلتر و محفظه فیلتر<sup>۷</sup>

باید فیلتری برای گرفتن ذرات معلق، به منظور جلوگیری از انحلال ریز ذرات فلوراید انحلال پذیر، مورد استفاده قرار گیرد. فیلترها را فقط زمانی که هیچ قطر کی موجود نباشد، می‌توان در کanal، بین نازل و کاوند، قرار داد یا می‌توان در بیرون کanal، قبل از اولین ایمپنجر گذاشت. اگر فیلتر در بیرون مجرأ قرار داده شود، برای اجتناب از

1-Filter assembly

2-Pressure gauge

3-Manometer

4-Barometer

5-Normalized

6-Monel

آلایزه های از نوع مونل مثالی از محصولات مناسب موجود به صورت تجاری می باشند. این اطلاعات برای راحتی کاربران این استاندارد ارائه شده است.  
7-Filter housing

چگالش<sup>۱</sup>، آن را باید تا دمای حداقل K ۴۲۳ یا K (۲۰ ±۵) بالاتر از دمای نقطه شبنم، هر کدام که بالاتر باشد، گرم کرد. اگر مقدار فلوراید ریزذرهای در نمونه کمتر از ۱۰٪ کل باشد، در این صورت، می‌توان فیلتر را حذف کرد. فیلترها و نگهدارنده‌های فیلترها باید از مواد مقاوم در برابر حمله فلوراید ساخته شوند؛ برای مثال، فریت شیشه‌ای<sup>۲</sup> فلورایددهای گازی شکل را حذف خواهد کرد و بنابراین نمی‌تواند به عنوان بستر فیلتر مورد استفاده قرار گیرند. نگهدارنده‌های فیلتر باید دارای درزبندی نفوذناپذیر در برابر هوا، برای جلوگیری از نشت از بیرون یا اطراف فیلتر باشند.

فیلتر باید قابلیت تحمل مواجهه‌های بلندمدت دماهای تا K ۴۰ بیش از دمای تنظیم شده را داشته باشد و حداقل بازده جمع‌آوری آن برای ذراتی با قطر ۳ μm٪ ۹۹/۵ باشد.

محفظة فیلتر باید قبل از استفاده و قبل از هر نمونه‌گیری تا زمانی که هیچ‌گونه ریزذرات در سطوح درونی تر محفوظه فیلتر باقی نماند، به‌طور کامل با آب یون‌زدایی شده تمیز شود.

#### ۴-۶ زنجیره نمونه‌گیری

ایمپنجرها باید با استفاده از مواد مقاوم به HF به کاوند نمونه‌گیری متصل شوند. مواد مناسب عبارتند از: پروپیلن، پلی‌اتیلن یا لوله ویتون.<sup>۳</sup> زنجیره نمونه‌گیری متشکل از سری‌های چهارتایی ایمپنجرها هستند که گازهای نمونه‌گیری شده از میان آنها عبور می‌کنند و فلورایدها وارد محلول می‌شوند. ایمپنجرها می‌توانند از جنس کوارتز، پلی‌پروپیلن یا پلی‌اتیلن باشند. اندازه‌های متداول برای ایمپنجرها ml ۱۲۵ تا ۲۵۰ است. دو ایمپنجر اول باید دارای ml ۱۰۰ تا ۵۰ از محلول NaOH با غلظت mol /l ۱ با درجه تجزیه‌ای باشند. ایمپنجر سوم باید خالی نگه داشته شود تا همراه برددهای<sup>۴</sup> محلول جذب را بگیرد.

در ایمپنجر چهارم باید واحد خشک‌کنی مورد استفاده قرار گیرد. لازم نیست که مواد سازنده آن مقاوم در برابر HF باشند. واحد مزبور باید با سیلیکاژل پر شود تا نمونه گازی قبل از واحد مکش، گازسنج و دبی‌سنج حجمی، خشک شود. ایمپنجرها باید قبل از استفاده، با آب مقطر یا یون‌زدایی شده و به‌کارگیری برس شستشوی بطری تمیز شوند. در طول نمونه‌گیری، گازها باید وارد اولین ایمپنجر از قسمت تحتانی آن شوند و قبل از وارد شدن به ایمپنجر دوم از قسمت تحتانی آن، از محلول سدیم هیدروکسید عبور کنند.<sup>۵</sup>

شكل هندسى ایمپنجرها و کمیت محلول جاذب به کار برده شده، باید چنان باشد که بازده جذب فلوراید گازی حداقل ۹۵٪ در دبی نمونه‌گیری انتخاب شده و در محدوده غلظتی مورد آزمون به دست آید. شواهد مربوط به برآورده شدن این معیار، باید حداقل در یک موقعیت در حداکثر دبی مورد استفاده برای دستگاه مورد نظر، اثبات شود.

#### ۵-۶ واحد مکش

1-Condensation

2-Glass frits

3- لوله‌های Viton مثالی از محصولات مناسب موجود به صورت تجاری است. این اطلاعات صرفا برای راحتی کاربران این استاندارد ارائه شده است.

4-Carryover

5-Bubble up

از پمپ برای کشاندن نمونه درون زنجیره نمونه‌گیری استفاده می‌شود. واحد مکش باید پمپی نفوذناپذیر در برابر هوا با قابلیت برقراری دبی نمونه‌گیری انتخاب شده در طول مدت نمونه‌گیری باشد و باید از طریق تنظیم گر جریان، تنظیم شود.

#### ۶-۶ دماسنجد

دماسنجد نفوذناپذیر در برابر هوا باید در خط نمونه‌گیری پس از واحد خشک کن و قبل از گازسنجد نصب شود. دماسنجد باید قابلیت اندازه‌گیری دمای مطلق در محدوده  $1\%$  دمای مطلق را داشته باشد.

#### ۷-۶ گیج فشار تفاضلی<sup>۱</sup>

گیج فشار تفاضلی باید برای اندازه‌گیری اختلاف فشار بین گاز ورودی به حجم‌سنجد و فشار اتمسفری مورد استفاده قرار گیرد. این گیج باید از قابلیت اندازه‌گیری اختلاف فشار در محدوده  $1\%$  از فشار تفاضلی برخوردار باشد.

#### ۸-۶ حجم‌سنجد گاز

حجم گاز نمونه خشک شده باید با استفاده از گازسنجد کالیبره، اندازه‌گیری شود. گازسنجد باید قابلیت اندازه‌گیری حجم گاز نمونه‌گیری شده را در محدوده  $2\%$  از حجم واقعی، داشته باشد.

#### ۹-۶ دبی‌سنجد گاز نمونه

برای حصول اطمینان از باقیماندن دبی نمونه در محدوده حدود مشخص شده در بند ۴-۶ و برای اجرای عملیات شرح داده شده در بندهای ۵-۷، ۷-۷ و ۸-۷، باید از دبی‌سنجد استفاده شود. دبی‌سنجد باید قابلیت اندازه‌گیری دبی را در محدوده  $\pm 10\%$  جریان داشته باشد.

#### ۱۰-۶ بارومتر

برای اندازه‌گیری فشار اتمسفری محل برحسب کیلوپاسکال (kPa) در محدوده  $1\%$  فشار مطلق، باید از بارومتر استفاده شود.

#### ۱۱-۶ سکوی کار<sup>۲</sup>

سکوی کار ایمنی باید در محل نمونه‌گیری ایجاد شود تا تمامی نقاط نمونه‌گیری با ایمنی قابل دستیابی باشد.

### ۷ نمونه‌گیری

#### ۱-۷ محل نمونه‌گیری و نقاط نمونه‌گیری

محل نمونه‌گیری باید دارای پورت(های) دستیابی مناسب باشد تا کاوند نمونه‌گیری بتواند از آن به داخل کanal وارد شود. پورت(ها) باید از قابلیت درزبندی در موقعی که مورد استفاده قرار نمی‌گیرند، برخوردار باشند. نمونه‌گیری، در نقاط نمونه‌گیری می‌تواند مطابق با الزامات مربوطه در استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۶۹ به صورت هم‌سرعت (در صورت وجود قطرک‌ها)، یا غیرهم‌سرعت انجام شود. نمونه‌گیری چند نقطه‌ای، در دبی

1-Differential pressure gauge

2-Working platform

ثابت باید مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۶۹ انجام شود. نمونه‌گیری به طور طبیعی حداقل در دو قطر کanal و تعدادی از نقاط نمونه‌گیری در هر خط انجام خواهد شد.

اگر به دلیل محدودیت‌های طراحی کanal یا ملاحظات ایمنی، این امر امکان‌پذیر نباشد، صفحه نمونه‌گیری باید در طول کanal مستقیم، ترجیحاً به طور قائم با شکل ثابت و سطح مقطع ثابت، قرار داده شود. صفحه مزبور باید تا جایی که ممکن است، در پایین دست هر مانع (برای مثال، خمیدگی، فن یا میرانه<sup>۱</sup>) که ممکن است باعث ایجاد آشفتگی یا تغییر در جریان شود، قرار داده شود.

محلی که در آن، باید نمونه نمایان‌گر از گاز گرفته شود، بخش مهمی از روش اجرایی نمونه‌گیری را تشکیل می‌دهد. نمونه‌گیری نمایان‌گر، مستلزم گرفتن گاز از جریان همگنی در کanal است. برای رسیدن به این مهم، نخست باید سرعت، دما، و غلظت اکسیژن در نقاط نمونه‌گیری نمایان‌گر در خلال صفحه نمونه‌گیری انتخاب شده اندازه‌گیری شود. هدف از این روش اجرایی، تایید این نکته است که پروفایل سرعت مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۶۹ است. به منظور اجتناب از تاثیرپذیری غلظت اندازه‌گیری شده بر اثر چینه‌بندی<sup>۲</sup>، باید تغییرات دما و اکسیژن در دو سوی کanal بیش از ۵٪ مقدار میانگین باشد. اگر هیچ نوع چینه‌بندی آشکار نشود، در این حالت باید محل نمایان‌گر برای نمونه‌گیری انتخاب شود.

#### ۲-۷ حداقل مدت نمونه‌گیری و حداقل حجم نمونه

حداقل مدت نمونه‌گیری و تعداد نمونه‌های گرفته شده به طبیعت فرآیند مولد مواد منتشره بستگی دارد. مدت نمونه‌گیری باید، حداقل ۳۰ min باشد. اگر قرار است مواد منتشره از فرآیند چرخه‌ای اندازه‌گیری شود، کل مدت نمونه‌گیری حداقل باید یک چرخه از اجرای فرآیند را پوشش دهد.

حد تشخیص نمونه‌گیری و روش تجزیه‌ای باید در تعیین حداقل زمان نمونه‌گیری لحاظ شود. در صورت انجام فرآیند تحت شرایط ایستا، می‌توان حداقل زمان نمونه‌گیری و حجم را با استفاده از غلظت گاز انتشار یافته مورد انتظار یا یک‌دهم مقدار حد انتشار، در صورت مناسب بودن، و حدود تشخیص زنجیره نمونه‌گیری ارائه شده در بند ۱-۱۰ محاسبه کرد. در صورت استفاده از نمونه‌گیری چند نقطه‌ای، حداقل زمان نمونه‌گیری در هر یک از نقاط نباید کمتر از ۳ min باشد.

#### ۳-۷ تعداد و محل نقاط نمونه‌گیری

برای نمونه‌گیری باید محل نمایان‌گر مناسبی انتخاب شود. تعداد و محل نقاط نمونه‌گیری بر روی صفحه نمونه‌گیری باید مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۶۹ باشد، مگر اینکه عملی نباشد.

نمونه‌گیری در یک نقطه واحد فقط هنگامی قابل پذیرش است که مقادیر سرعت گاز خروجی، دما، و غلظت اکسیژن، الزامات ذکر شده در بند ۱-۷ را برآورده می‌کنند.

در صورت نیاز به نمونه‌گیری چند نقطه‌ای، مدت زمان انتخاب شده برای نمونه‌گیری باید در هر نقطه نمونه‌گیری برابر باشد.

#### ۴-۷ اندازه‌گیری‌های دیگری که باید قبل از نمونه‌گیری انجام شود

##### ۷-۱-۴-۷ دبی گاز حجم‌سنجی درون کanal در صفحه نمونه‌گیری

در مواردی که لازم است نتایج برحسب جرم آلاینده انتشاریافته در واحد زمان گزارش شود، اندازه‌گیری دبی گاز حجم‌سنجی از طریق کanal در صفحه نمونه‌گیری ضروری خواهد بود. اندازه‌گیری‌ها باید مطابق استاندارد ISO 10780 انجام شوند.

##### ۷-۲-۴-۷ مقدار رطوبت گاز

در مواردی که لازم است نتایج بهصورت غلظت فلورايد بر پایه رطوبت گزارش شود یا اگر قرار است نمونه‌گیری بهصورت هم‌سرعت انجام شود، اندازه‌گیری مقدار رطوبت گاز ضروری خواهد بود.

##### ۷-۳-۴-۷ محتوای اکسیژن گاز

اگر نمونه‌گیری قرار است از مواد منتشره کارگاه احتراق<sup>۱</sup> انجام گیرد و نتایج پس از تصحیح نسبت به غلظت خاصی از اکسیژن گزارش شوند، در این حالت اندازه‌گیری غلظت اکسیژن گاز خروجی در طول مدت نمونه‌گیری ضرورت پیدا خواهد کرد.

##### ۷-۵ مونتاژ تجهیزات نمونه‌گیری

نمونه‌گیری با تجهیزات مونتاژ شده بهصورتی که در شکل ۱ نشان داده شده است، انجام می‌گیرد.  
یادآوری- فیلتر می‌تواند در کanal یا بیرون از آن، قبل از اولین ایمپینجر قرار داده شود (به بند ۳-۶ مراجعه کنید). همه قسمت‌های مربوط به زنجیره نمونه‌گیری را از پیش گرم، و کاوند را وارد مجرا کنید، تا نوک نمونه‌گیری در اولین محل نمونه‌گیری قرار گیرد. از تماس بین کاوند و هر ماده تهشیش شده در کanal یا پورت نمونه‌گیری اجتناب کنید. دهانه<sup>۲</sup> پورت دسترسی را برای به حداقل رساندن نشت هوا به داخل درزبندی کنید.

##### ۷-۶ نمونه‌گیری

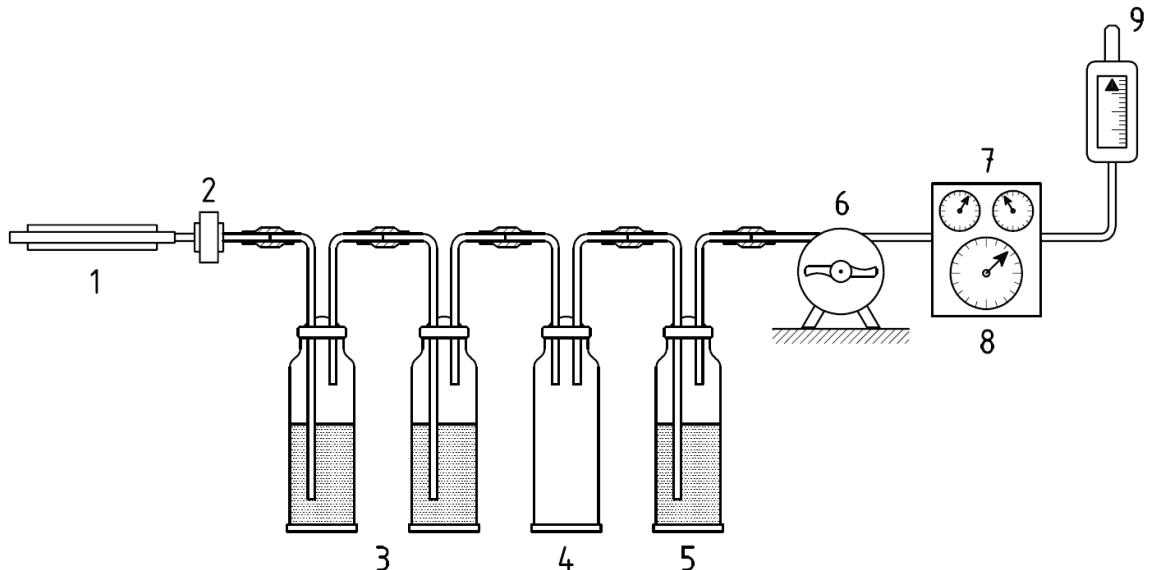
اگر قرار است نمونه‌گیری بهصورت هم‌سرعت انجام شود، این کار باید مطابق با الزامات مربوطه از استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۶۹ انجام شود.

اگر قرار است نمونه‌گیری در محل‌های نمونه‌گیری متعددی انجام شود، این کار باید مطابق با الزامات مربوطه از استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۶۹ انجام شود.

در غیر این صورت، زمان و جریان گازسنج را ثبت، و سپس پمپ را روشن کنید. دبی نمونه‌گیری را با استفاده از شیر کنترل مکش و دبی‌سنج در مقدار مورد نظر تنظیم کنید. سرعت نمونه‌گیری باید بسنده باشد تا امکان حباب‌سازی شدید در دو ایمپینجر نخست زنجیره نمونه‌گیری را میسر کند، اما آن قدر شدید نباشد که محلول را به درون سومین ایمپینجر خالی انتقال دهد. باید در هر نقطه، دبی نمونه‌گیری ثابتی (در محدوده  $\pm 10\%$  سرعت انتخاب شده) برقرار شود. دما و فشار دستگاه را باید بهصورت دوره‌ای ثبت کنید. در صورتی که بیش از یک نقطه نمونه‌گیری بر روی خط نمونه‌گیری مورد استفاده قرار خواهد گرفت، در این حالت، به محض اینکه

نمونه‌گیری در یک نقطه کامل شد، کاوند نمونه‌گیری را مستقیماً وارد نقطه بعد نمونه‌گیری کنید، پمپ را خاموش نکنید. به این طریق، عملیات نمونه‌گیری را در تمامی نقاط بر روی یک خط کامل کنید. اگر قرار است خط دیگری به کار گرفته شود، شیر کنترل مکش باید در انتهای نمونه‌گیری در اولین خط بسته شود و پمپ نمونه‌گیری خاموش شود. گازسنجد باید قرائت شود و عملیات نمونه‌گیری به صورت قبلی در دومین خط اجرا شود.

در انتهای مدت نمونه‌گیری نهایی، باید شیر کنترل مکش بسته شده و پمپ نمونه‌گیری خاموش شود. گازسنجد باید قرائت شود. سپس باید آزمون نشت تجهیزات انجام گیرد. یادآوری - سرعت نمونه بین  $2 \text{ l/min}$  و  $6 \text{ l/min}$  برای حباب‌سازی شدید، بسنده است.



#### کلید

۱ کاوند گرم شده

۲ فیلتر و محفظه آن

۳ ایمپنجرهای  $0.1 \text{ مolar NaOH}$ <sup>a</sup>

۴ ظرف گیرش<sup>a</sup>

۵ لوله خشک کن یا ظرف ذخیره<sup>b</sup> سیلیکاژل

۶ پمپ

۷ گیج‌های دما و فشار

۸ گازسنجد

۹ روتامتر<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Catchpot

<sup>b</sup>Dreschel

<sup>c</sup>Rotameter

شکل ۱- نمودار شماتیک زنجیره نمونه‌گیری

۷-۷ روش اجرایی برای بررسی نشت

قبل و بعد از تمام نمونه‌گیری‌ها و همچنین در صورتی که هر یک از اجزای زنجیره نمونه‌گیری در طول آزمون تعویض شوند، باید پیش‌آزمون بررسی نشت انجام گیرد. سرعت نشت باید از  $2\%$  دبی اسمی گاز نمونه که باید مورد استفاده قرار گیرد، تجاوز کند.

#### ۸-۷ بررسی نشت در طول اجرای نمونه‌گیری

اگر در روند نمونه‌گیری، تعویض جزئی (برای مثال مونتاژ فیلتر یا ایمپینجر) ضرورت پیدا کند، بررسی نشت باید فوراً قبل از تعویض جزء انجام شود. بررسی نشت باید همانند بررسی نشت اولیه، منتهی در خلائی برابر یا بزرگتر از حداقل مقدار ثبت شده برای آن نقطه در آزمون، انجام شود. اگر معلوم شود که سرعت نشت بیشتر از  $2\%$  میانگین سرعت نمونه‌گیری نیست، نتایج قابل قبول خواهد بود. اگر سرعت نشت زیادتر باشد، نمونه بی‌ارزش خواهد بود.

#### ۹-۷ بررسی نشت بعد از آزمون

بررسی نشت در پایان هر دور نمونه‌گیری، اجباری است. بررسی نشت باید همانند بررسی نشت اولیه، منتهی در خلائی برابر یا بزرگتر از حداقل مقدار خلا حین دور نمونه‌گیری انجام شود. اگر معلوم شود که سرعت نشت بیشتر از  $2\%$  میانگین سرعت نمونه‌گیری نیست، نتایج قابل قبول خواهد بود. اگر سرعت نشت زیادتر باشد، نمونه بی‌ارزش خواهد بود.

#### ۱۰-۷ تضمین کیفیت

قبل از نمونه‌گیری، زمان و جریان گازسنج را قرائت و ثبت کنید. برای محاسبه میانگین دما و فشار در مدت نمونه‌گیری، باید حین نمونه‌گیری، دبی گاز نمونه را همراه با دما و فشار گازسنج به صورت دوره‌ای ثبت کنید. در حین نمونه‌گیری، باید عوامل عملیاتی به صورت دوره‌ای بررسی و به صورت زیر تصحیح شوند:

- دبی نباید بیش از  $\pm 10\%$  دبی انتخاب شده نوسان داشته باشد؛

- سیلیکاژل نباید مستعمل شده باشد. اگر رنگ سیلیکاژل نشانی از مستعمل شدن اش داشته باشد، آنگاه پمپ باید خاموش شود و نمونه‌گیر از کانال خارج شود و بعد از این که بطری جدیدی از سیلیکا ژل به درون سیستم وارد می‌شود، نشت سیستم بررسی شود.

در صورت تعویض هر یک از اجزا، آزمون نشت باید دوباره انجام شود.

سرعت نشت اندازه‌گیری شده در حین آزمون نشت نباید بیشتر از  $4\%$  دبی اسمی باشد. اگر سرعت نشت زیادتر از این مقدار باشد، غلظت اندازه‌گیری شده، تخمین کمتری از مقدار واقعی خواهد بود. اگر غلظت‌های اندازه‌گیری شده، بالاتر از مقدار حد مقتضی باشد، در این حالت نتایج را می‌توان به عنوان کمترین تخمین غلظت واقعی در گاز خروجی مورد استفاده قرار داد. به هر حال، در دیگر شرایط، نتایج نامعتبر است.

#### ۱۱-۷ بازیابی نمونه

در این استاندارد، آنالیز فلوراید‌های پیوندخورده با ذرات که روی فیلتر باقی مانده‌اند، لازم نیست و بنابراین کnar گذاشته می‌شود.

فلوراید‌های جمع‌آوری شده در ایمپینجرها باید در اولین فرصت ممکن با دقت بازیابی شوند.

کاوند را از دودکش خارج کنید و اجازه دهید تا سرد شود تا بتواند جابه‌جا گردد.  
تمامی ریزدرات خارجی را در نزدیکی نوک کاوند تمیز کنید.

اگر فیلتر به دنبال کاوند به کار رود، در این حالت، کاوند را از زنجیره نمونه‌گیری جدا کنید و بررسی کنید که هیچ گونه چگالشی در روی کاوند وجود نداشته باشد. در صورت وجود شواهدی از چگالش، آزمون باید رد شود. محتویات سه ایمپینجر باشد با دقت به ظرف نمونه ریخته شود، باید هر ایمپینجر با حدود ۲۰ ml آب مقطر یون‌زدایی شده شسته شود، و محلول حاصل از این شستشوها باید به ظرف نمونه اضافه شود. فرآیند را برای هر ایمپینجر تکرار کنید. اگر هدف، تعیین بازده جذب نمونه‌بردار باشد، محلول‌های ایمپینجر باید به صورت جداگانه نگهداشته شود.

درون همه لوله‌های رابط را با استفاده از ۱۰ ml آب مقطر یا یون‌زدایی شده بشویید. این عمل را سه بار تکرار کنید و حاصل شستشو را به ظرف نمونه اضافه کنید. حجم آب مورد استفاده را ثبت کنید.

ظرف نمونه را درزبندی کنید و به صورت واضح با تاریخ، و شناسه منحصر به فرد برچسب‌گذاری کنید تا امکان ردیابی نمونه تا آنالیز میسر شود. از آب مورد استفاده نیز نمونه‌ای بردارید.

## ۱۲-۷ بلانک فیلد<sup>۱</sup>

در هر محلی که اندازه‌گیری‌ها انجام می‌شوند، باید با طی تمامی مراحل روش نمونه‌گیری گاز، اما بدون کشیدن گاز خروجی از طریق تجهیزات نمونه‌گیری، بلانک فیلد برداشته شود. محلول حاصل باید به همان شیوه اعمال شده برای محلول‌های آزمون، تیمار، برچسب‌گذاری و جابه‌جا شود. باید نتایج بلانک فیلد همراه با نمونه‌های آن محل گزارش شود. نمونه‌هایی که در آن جرم یون فلوراید در بلانک فیلد بیشتر از ۱۰٪ اندازه‌گیری شده یون فلوراید است، باید در گزارش آزمون مشخص شود.

## ۸ روش تجزیه‌ای با الکترود یون‌گزین

### ۱-۸ مقدمه

روش استاندارد برای اندازه‌گیری محتوای یون فلوراید در نمونه بر اساس الکترود یون‌گزین است. الکترودهای یون‌گزین فلوراید متعددی در بازار وجود دارند. دستورالعمل‌های تولیدکننده، باید همواره، بهویژه، هنگام تهیه واکنشگرها و مراقبت و نگهداری از الکترودها مورد توجه قرار گیرد. در صورت تشخیص اثرات زیاد بافت، آنالیزها می‌تواند با روش افزایش استاندارد انجام گیرد، و در برخی شرایط ممکن است برای کمپلکس‌کردن بعضی از یون‌های ویژه مزاحم، محلول‌های جایگزین بافر تنظیم‌کننده قدرت یونی کل (TISAB) مورد نیاز باشد.

### ۲-۸ تجهیزات و واکنشگرهای تجزیه‌ای

#### ۲-۸-۱ تجهیزات

#### ۲-۸-۲ الکترود یون‌گزین فلوراید.

۲-۸-۳ ولتاژسنج، توصیه می‌شود دارای قرائت مستقیم pH و غلظت یون فلوراید، هر دو باشد.

۳-۱-۲-۸ الکترود مرجع - نقره کلراید یا کالومل.

۴-۱-۲-۸ pH الکترود

۵-۱-۲-۸ میله همزن پوشش داده شده با پلی اتن یا پلی پروپیلن و همزن مغناطیسی.

۶-۱-۲-۸ بالنهای حجم سنجی پلی اتن یا پلی پروپیلن، ۱ ml و ۱۰۰ ml.

۷-۱-۲-۸ بطری های پلی اتن.

۸-۱-۲-۸ پیپت ها.

۹-۱-۲-۸ بشرهای پلی اتیلن یا پلی پروپیلن.

۲-۲-۸ واکنشگرها

۱-۲-۲-۸ محلول استاندارد فلوراید، با غلظت ۱ mol/l.

محلول های استاندارد فلوراید با غلظت ۱ mol/l را با حل کردن سدیم فلوراید با درجه تجزیه ای در آب تهیه کنید. مقدار ۴/۲ g از NaF را به بالون ۱ اضافه کرده، با اضافه کردن آب، آن را حل کنید. محلول را تا ۱ با آب رقیق و محلول حاصل را در بطری پلی اتنی یا پلی پروپیلنی نگهداری کنید.

۲-۲-۲-۸ بافر تنظیم کننده قدرت یونی کل (TISAB).

باfer را با استفاده از ۸۰۰ ml آب، ۵۸/۵ g سدیم کلراید، ۱۴ ml اسید استیک شیشه ای، ۱۰۲ g سدیم استات سه آبه و ۰/۳ g سدیم سیترات حل شده در بالون ۱ تهیه کنید. با استفاده از محلول سدیم هیدروکسید یا استیک اسید، مقدار pH را بین ۵/۰ و ۵/۵ تنظیم کنید. محلول را تا ۱ رقیق و محلول حاصل را در بطری پلی اتنی یا پلی پروپیلنی نگهداری کنید.

۳-۸ کالیبره کردن الکترود یون گزین

۱-۳-۸ pH متر

کالیبره کردن pH متر با رسم منحنی کالیبراسیون با استفاده از محلول های تهیه شده از محلول استاندارد فلوراید با غلظت ۱ mol/l انجام می گیرد. مقدار ۱۰ ml از محلول استاندارد فلوراید با غلظت ۱ mol/l را درون بالون حجمی ۱۰۰ ml پیپت کرده، با استفاده از آب مقطر یون زدایی شده تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید تا محلول  $10^{-3}$  mol/l به دست آید. از ۱۰ ml از محلول  $10^{-3}$  mol/l برای تهیه محلول  $10^{-4}$  mol/l به روش مشابه استفاده کنید. این روش را برای تهیه محلول های  $10^{-4}$  و  $10^{-5}$  mol/l نیز تکرار کنید.

مقدار ۵۰ ml از هر محلول استاندارد را درون بشر پلی اتیلنی یا پلی پروپیلنی مجزا پیپت کنید و مقدار ۵۰ ml از TISAB را به هر بشر اضافه کنید. دمای محلول ها در بشرها و استانداردها نباید بیش از K ۵ تفاوت داشته باشد. الکترود را درون رقیق ترین محلول استاندارد  $10^{-5}$  mol/l وارد کرده، mV قرائت شده را به مجرد پایدار شدن آن ثبت کنید. این امر ممکن است چندین دقیقه طول بکشد. فرآیند را با اطمینان از این که الکترود با آب مقطر یون زدایی شده شسته شده و سپس مدت حداقل ۳۰ s قبل و بین اندازه گیری ها در آب یون زدایی شده تمیز خیس خورده است، برای دیگر استانداردها با جایه جا کردن الکترود از محلول های رقیق تر به محلول های غلیظتر تکرار کنید. اگر قرائت دستگاه بر اساس ولتاژ الکترود است، منحنی ولتاژ در مقابل لگاریتم غلظت محلول کالیبراسیون

اندازه‌گیری شده را رسم کنید. با این کار، باید خط مستقیم منحنی کالیبراسیون برای غلظت‌های فلوراید بین  $10^{-5}$  mol/l و  $10^{-1}$  mol/l ایجاد شود. ممکن است برخی الکتروودها بین  $10^{-4}$  و  $10^{-5}$  mol/l اندکی غیرخطی باشند. اگر غیرخطی بودن قابل تشخیص باشد، استانداردهای غلظت‌های اضافی را بین این غلظت‌ها تهیه کنید و در این محدوده، دوباره کالیبره کنید. باید الکتروود فلوراید در هر روزی که مورد استفاده قرار می‌گیرد، به‌طور کامل کالیبره و به‌طور ساعتی با استفاده از محلول‌های کالیبراسیون در نزدیک محدوده غلظتی که مورد استفاده قرار می‌گیرد، بررسی شود. محلول‌های کالیبراسیون را به صورت روزانه از محلول‌های استاندارد فلوراید تهیه کنید.

#### ۴-۳-۸ فلورایدمتر با قرائت مستقیم

در مورد دستگاه pH متر با قرائت مستقیم غلظت فلوراید، از فرآیند کالیبراسیون توصیف شده توسط سازنده، استفاده کنید.

#### ۴-۸ روش اجرایی اندازه‌گیری

حجم معین ml از نمونه را درون بشر پلاستیکی پیپت کنید. بر روی آن ۵۰ ml از TISAB اضافه کنید، میله همزن را درون بشر انداخته، بشر را بر روی دستگاه همزن قرار دهید.

دماهی نمونه باید با دماهی محلول‌های استاندارد مورد استفاده در کالیبراسیون، یکسان باشد. ممکن است عمل همزن در حین مخلوط کردن و اندازه‌گیری، دماهی نمونه را افزایش دهد. از این رو، توصیه می‌شود بشر را در حمام آب با دماهی کنترل شده نگهداری.

الکتروودهای فلوراید و مرجع را وارد محلول کنید. زمانی که قرائت پایداری، که ممکن است چند دقیقه به طول انجامد، به دست آمد، آن را ثبت کنید. اگر pH متر قادر به قرائت مستقیم غلظت نباشد، از منحنی کالیبراسیون برای تعیین غلظت یون فلوراید استفاده کنید.

قبل از اندازه‌گیری هر نمونه بعدی، الکتروود را با آب مقطر یون‌زدایی شده به طور کامل بشویید و حداقل به مدت ۳۰ ثانیه آن را در آب مقطر یون‌زدایی شده خیس کنید.

یادآوری - مشابه فرآیند کالیبراسیون در مورد نمونه‌ها نیز بهتر است ابتدا نمونه‌های با غلظت کم یون فلوراید، اندازه‌گیری شوند (در صورتی که غلظت تقریبی مشخص باشد).

الکتروود یون‌گزین را باید در محلول بافر نگهداری کنید (نه در آب مقطر یا یون‌زدایی شده).

جرم کلی فلوراید در داخل محلول با ضرب کردن غلظت محلول بر حسب میلی‌گرم بر میلی‌لیتر (mg/ml) در حجم نمونه بر حسب میلی‌لیتر (ml)، پس از رقیق شدن توسط بافر و آب مورد استفاده برای شستن ایمپنجر و لوله‌های رابط، در نقطه اندازه‌گیری تعیین می‌شود. غلظت فلوراید باید در محلول سدیم هیدروکسید، در آب مورد استفاده برای شستن ایمپنجرها و لوله‌ها و در محلول بافر تعیین شود. جرم فلوراید اضافه شده از واکنشگرهای نمونه‌گیری و تجزیه‌ای را می‌توان با اضافه کردن حاصل ضرب حجم هر کدام از این محلول‌ها در غلظت فلوراید در هر محلول، محاسبه نمود. باید این جرم فلوراید از جرم فلوراید در نمونه تفرق شود.

#### ۹ بیان نتایج

## ۱-۹ تعیین مقدار فلوراید نمونه، $m_F$

مقدار فلوراید نمونه،  $m_F$ ، از غلظت فلوراید اندازه‌گیری شده در نمونه (آنالیز شده بر حسب میلی‌گرم بر لیتر) و حجم کل نمونه (آنالیز شده بر حسب میلی‌لیتر، شامل حجم آب مورد استفاده برای شستشوی ایمپینجرها و لوله‌های رابط) تعیین می‌شود. باید تصحیح اندازه‌گیری هم برای رقیق شدن محلول تجزیه‌ای به‌واسطه آب شستشو و هم برای فلوراید موجود در واکنشگرها و آب شستشوی مورد استفاده، انجام شود (به بند ۴-۸ مراجعه کنید).

## ۲-۹ محاسبه حجم گاز خروجی نمونه‌گیری شده در شرایط سنجش، $V_m$

حجم گاز خشک نمونه‌گیری شده ( $V_m$ ) با تفریق قرائت نهایی گازسنج ( $V_f$ ) از قرائت اولیه گازسنج ( $V_i$ ) و تصحیح آنها در قبال هر نشتی هوا از طریق گازسنج حین بررسی نشت به هنگام تعویض تجهیزات یا بین خطوط نمونه‌گیری، محاسبه می‌شود. فرض بر این است که حجم گاز اندازه‌گیری شده بر پایه خشک است.

$$V_m = V_f - V_i \quad (1)$$

که در آن:

$V_m$  حجم گاز خشک نمونه‌گیری شده بر حسب مترمکعب ( $m^3$ );

$V_f$  قرائت نهایی گازسنج در انتهای نمونه‌گیری بیان شده بر حسب مترمکعب ( $m^3$ );

$V_i$  قرائت اولیه گازسنج در شروع نمونه‌گیری بیان شده بر حسب مترمکعب ( $m^3$ );

$V_1$  حجم هوای ورودی از طریق گازسنج حین آزمون‌های نشت بینابینی بیان شده بر حسب مترمکعب ( $m^3$ ).

## ۳-۹ محاسبه حجم گاز خشک خروجی، $V_d$ ، نمونه‌گیری شده نرمالیزه شده برای دما و فشار استاندارد

$$V_d = V_m \times \frac{(p_{atm} + p_{av}) \times 273.15}{T_{av} \times 101.325} \quad (2)$$

که در آن:

$V_d$  حجم گاز خشک خروجی نمونه‌گیری شده نرمالیزه شده برای دما و فشار استاندارد بر حسب مترمکعب ( $m^3$ );

$V_m$  حجم تصحیح نشده گاز نمونه بر حسب مترمکعب ( $m^3$ );

فشار اتمسفری محل بر حسب کیلو پاسکال (kPa);

$p_{av}$  فشار متوسط گاز نمونه قبل از دبی‌سنج حجمی بر حسب کیلو پاسکال (kPa);

$T_{av}$  دمای متوسط گاز نمونه قبل از دبی‌سنج حجمی بر حسب کلوین (K).

## ۴-۹ غلظت جرمی فلوراید های گازی، $\rho_{HF,dry}$ ، بیان شده بر حسب هیدروژن فلوراید در گاز خروجی بر پایه

خشک در STP

$$\rho_{HF,dry} = \frac{m_F \times 20.0}{V_d \times 19.0} \quad (3)$$

که در آن:

$\rho_{HF,dry}$  غلظت جرمی فلوراید های گازی بیان شده بر حسب هیدروژن فلوراید در گاز خروجی بر پایه خشک در

STP بر حسب میلی‌گرم بر مترمکعب ( $mg/m^3$ );

$m_F$  جرم فلوراید در نمونه پس از تصحیح برای جرم فلوراید اضافه شده در محلول های بلانک و محلول بافر بر حسب میلی گرم (mg).

یادآوری - برای محاسبه کل جرم فلوراید گرفته شده به وسیله روش بیان شده بر حسب میلی گرم، از این مقدار همراه با حجم کل نمونه محلول، استفاده می شود.

### ۵-۹ غلظت جرمی فلورایدهای گازی، $\rho_{HF, std}$ ، بیان شده بر حسب هیدروژن فلوراید در گاز خروجی بر پایه خشک STP و کسر حجمی اکسیژن مرجع

$$\rho_{HF, std} = \rho_{HF, dry} \times \left\{ \frac{20.9 - \varphi_{O, ref}}{20.9 - \varphi_{O, d}} \right\} \quad (4)$$

که در آن:

$\rho_{HF, std}$  غلظت جرمی فلورایدهای گازی بیان شده به صورت هیدروژن فلوراید در گاز خروجی بر پایه خشک در STP و غلظت اکسیژن مرجع بر حسب میلی گرم بر مترمکعب (mg/m<sup>3</sup>);

$\rho_{O, ref}$  کسر حجمی اکسیژن مرجع برای فرآیند بر حسب درصد؛

$\rho_{O, d}$  کسر حجمی میانگین اکسیژن بر پایه خشک اندازه گیری شده در حین نمونه گیری.

### ۶-۹ سرعت تخلیه جرمی فلورایدهای گازی بیان شده به صورت هیدروژن فلوراید، $q_{m, HF}$

سرعت تخلیه را می توان با پیدا کردن حاصل ضرب غلظت HF در شرایط مرجع بر حسب میلی گرم بر مترمکعب در میانگین دبی در دودکش در شرایط مرجع، تعیین کرد.

$$q_{m, HF} = \frac{c_{HF, i} \times q_{V, fg, i}}{1000} \quad (5)$$

که در آن:

$q_{m, HF}$  سرعت تخلیه جرمی فلورایدهای گازی بیان شده به صورت هیدروژن فلوراید بر حسب گرم بر ثانیه (g/s);

$\rho_{HF, i}$  غلظت جرمی فلورایدهای گازی بیان شده به صورت هیدروژن فلوراید در شرایط دما، فشار، اکسیژن و رطوبت بر حسب میلی گرم بر مترمکعب (mg/m<sup>3</sup>);

$q_{V, fg, i}$  دبی حجمی گاز خروجی (fg) در صفحه نمونه گیری در همان شرایط دما، فشار، رطوبت و محتوای اکسیژن i که در آن غلظت فلوراید به صورت مترمکعب بر ثانیه (m<sup>3</sup>/s) بیان می شود.

### ۷-۹ غلظت جرمی فلورایدهای گازی بیان شده به صورت هیدروژن فلوراید در دودکش بر پایه مرطوب در STP بیان شده به صورت HF، $\rho_{HF, wet}$

$$\rho_{HF, wet} = \frac{m_F \times 20.0}{V_d} \times \frac{(100 - w_W)}{19.0} \quad (6)$$

که در آن:

$\rho_{HF, wet}$  غلظت جرمی فلورایدهای گازی شکل بیان شده به صورت هیدروژن فلوراید در دودکش بر پایه مرطوب در STP بر حسب میلی گرم بر مترمکعب (mg/m<sup>3</sup>);

۷-۶ میانگین محتوای بخار آب گاز دودکش در صفحه نمونه‌گیری در حین مدت نمونه‌گیری بیان شده بر حسب درصد.

۸-۹ غلظت جرمی فلوراید های گازی بیان شده به صورت هیدروژن فلوراید در گاز خروجی بر پایه مرتبط در STP و غلظت اکسیژن مرجع ،  $\rho_{HF,wetO}$

$$\rho_{HF,wetO} = \rho_{HF,wet} \times \left\{ \frac{20.9 - \varphi_{O,ref}}{20.9 - \varphi_{O,m}} \right\} \quad (7)$$

که در آن:

$\rho_{HF,wetO}$  غلظت جرمی فلوراید های گازی بیان شده به صورت هیدروژن فلوراید در گاز خروجی بر پایه مرتبط در STP و غلظت اکسیژن مرجع بر حسب میلی گرم بر مترمکعب (mg/m<sup>3</sup>).

## ۱۰ مشخصه های عملکردی

### ۱-۱۰ حدود تشخیص

حد تشخیص روش آزمون می تواند با حجم نمونه  $m^3 / 10$  (بر اساس دبی  $1 \text{ min}^{-1}$ ) برای مدت نمونه‌گیری  $25 \text{ min}$  و حد تشخیص  $1 \text{ mg/m}^3$  برای جرم فلوراید در محلول، به میزان  $1 \text{ mg/m}^3$  تخمین زده شود.

## ۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل دارای اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۱ ارجاع به شماره این استاندارد ملی؛

۲-۱۱ مشخص کردن محل، تاریخ، زمان و مدت نمونه‌گیری و کارکنان نمونه‌گیری و آنالیز؛

۳-۱۱ تشریح شرایط عملیاتی کارگاه یا فرآیند، مشتمل بر:

۴-۱۱-۱ هر تغییری که در حین نمونه‌گیری در فرآیند اتفاق افتاده است؛

۵-۱۱-۱ مقدار بارگذاری بر کارگاه در حین پایش؛

۶-۱۱-۱ حداقل شرایط بارگذاری کارگاه؛

۷-۱۱ مشخص کردن محل نمونه‌گیری، ابعاد کanal، محل نمونه‌گیری، تعداد و محل نقاط نمونه‌گیری؛

۸-۱۱ ویژگی‌های گاز خروجی در محل نمونه‌گیری:

۹-۱۱-۱ سرعت گاز خروجی؛

۱۰-۱۱ فشار ایستای گاز خروجی؛

۱۱-۱۱ پروفایل‌های دما و اکسیژن؛

۱۲-۱۱ محتوای بخار آب گاز خروجی؛

۱۳-۱۱ روش اجرایی اندازه‌گیری:

۱۴-۱۱ آیا نمونه‌گیری به صورت هم‌سرعت در نقاط نمونه‌گیری مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۶۹

انجام شده است، همراه با توجیه آن یا در نقطه واحد صورت گرفته است، همراه با توجیه‌های مربوطه؛

- ۲-۶-۱۱ قطر نازل ورودی؛  
 ۱۱-۳-۶ محل فیلتر؛  
 ۱۱-۴-۶ دمای فیلتراسیون؛  
 ۱۱-۵-۶ مدت هر نمونه گیری؛  
 ۷-۱۱ نتایج آزمون:  
 ۱۱-۱-۷ حجم گاز خروجی نمونه گیری شده در شرایط اندازه گیری؛  
 ۱۱-۲-۷ میانگین دبی گاز نمونه، هر موقعیت یا رویداد خاص در صورت وجود؛  
 ۱۱-۳-۷ حجم نمونه ارسال شده برای آنالیز؛  
 ۱۱-۴-۷ غلظت فلوراید در نمونه اندازه گیری شده در آزمایشگاه؛  
 ۱۱-۵-۷ غلظت محاسبه شده تصحیح شده در شرایط استاندارد؛  
 ۸-۱۱ تضمین کیفیت:  
 ۱۱-۱-۸ نتیجه آزمون نشت؛  
 ۱۱-۲-۸ مقدار کلی بلانک فیلد از واکنشگرهای نمونه گیری و تجزیه ای؛  
 ۱۱-۳-۸ مقدار بلانک فیلد محل و اطلاعاتی درباره عدم قطعیت اندازه گیری؛  
 ۱۱-۴-۸ در صورت انجام نمونه گیری هم سرعت، گزارش قسمت های مربوطه در گزارش نمونه گیری از استاندارد  
 ملی ایران شماره ۱۷۳۶۹؛  
 ۹-۱۱ تفاسیر:  
 ۱۱-۱-۹ مشخص کردن هر شرایط ویژه ای که ممکن است بر نتایج تاثیرگذار بوده باشد؛  
 ۱۱-۲-۹ لزوم گزارش هر گونه اصلاحات اعمال شده بر روی روش.