



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۵۴۰

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19540

1st.Edition

2015

اندازه‌گیری گوگرد کل در گازهای سوختی
به روش احتراق و تیتراسیون باریم کلرید

**Determination of total sulfur in fuel gases
by combustion and barium chloride
titration**

ICS:75.160.30

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 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 غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان 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 کمیته 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)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به‌عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ 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 پیش‌بینی‌شده 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 استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گران‌بها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

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

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« اندازه‌گیری گوگرد کل در گازهای سوختی به روش احتراق و تیتراسیون باریم کلرید »

رئیس:

دهدشتی‌زاده، الهام
(لیسانس شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

کارشناس ارشد ملی حفاری

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بندری، عبدالحکیم
(لیسانس مدیریت صنعتی)

مسئول استاندارد پتروشیمی بندر امام

جولاباف، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

چرم‌زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شیمیایی
شبنم خوزستان

حاتمی، امیر
(دکتری شیمی)

کارشناس ملی حفاری

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

شبیبی، فریدون
(لیسانس مهندسی شیمی)

سرپرست آنالیز گاز پتروشیمی بندر امام

طاهری، معصومه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

فتاحی‌نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

محمدی، فریبا
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس مهندسی فرآیند پالایشگاه اصفهان

رئيس آزمایشگاه پتروشیمی بندر امام

مکتبی، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۱	۴ مزاحمت‌ها
۲	۵ وسایل
۲	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۶	۷ کالیبراسیون و استانداردسازی
۷	۸ آماده‌سازی دستگاه
۸	۹ روش انجام آزمون
۱۰	۱۰ تجزیه جاذب
۱۰	۱۱ محاسبات
۱۱	۱۲ تضمین کیفیت
۱۱	۱۳ دقت و انحراف
۱۲	۱۴ گزارش آزمون
۱۳	پیوست الف (اطلاعاتی) وسایل

پیش‌گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری گوگرد کل در گازهای سوختی به روش احتراق و تیتراسیون باریم کلرید" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در پنجاه و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۱۷ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه 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 ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 1072 : 2012, Standard Test Method for Total Sulfur in Fuel Gases by Combustion and Barium Chlorid Titration

اندازه‌گیری گوگرد کل در گازهای سوختی به روش احتراق و تیتراسیون باریم کلرید

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 اندازه‌گیری گوگرد کل در گازهای سوختی قابل احتراق است.

این استاندارد برای گازهای سوختی قابل احتراق با غلظت گوگرد حدود 25 mg/m^3 تا 700 mg/m^3 کاربرد دارد.

این استاندارد برای گازهای طبیعی، گازهای صنعتی، گازهای مخلوط و سوخت‌های گازی متفرقه دیگر کاربرد دارد.

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 ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روشهای آزمون

۳ اصول آزمون

نمونه گاز اندازه‌گیری شده، در یک سیستم بسته در اتمسفری از هوای عاری از گوگرد سوزانده می‌شود. اکسیدهای گوگرد تولید شده در محلول سدیم کربنات جذب می‌شوند که به سولفات اکسید می‌شوند. سولفات در محلول جاذب به روش تیتراسیون با محلول باریم کلرید استاندارد شده با استفاده از تترا-هیدروکسی-کینون (THQ)^۱ به عنوان شناساگر اندازه‌گیری می‌شود.

۴ مزاحمت‌ها

هیچ مزاحمت شناخته شده‌ای برای اندازه‌گیری گوگرد کل در گازهای سوختی هنگامی که تیتراسیون باریم کلرید به دنبال احتراق صورت می‌گیرد، وجود ندارد. گرچه کاربران استفاده از تیتراسیون باریم کلرید پیرو جمع‌آوری گوگرد دی‌اکسید با روش‌های جایگزین باید مراقب تولید آمونیاک، آمین‌ها و مواد تولیدکننده کاتیون‌های محلول در آب و فلئوریدها که با تیتراسیون مزاحمت ایجاد می‌کنند، باشند.

1 - Tetra-hydroxy-quinone

۵ وسایل

- ۱-۵ مشعل، (شکل ۱)، مطابق پیوست الف
- ۲-۵ دودکش‌ها، جاذب‌ها و تله‌های اسپری، مطابق پیوست الف
- ۳-۵ جریان‌سنج، یک جریان‌سنج مویینه کالیبره شده برای اندازه‌گیری مقدماتی و نشان دادن نرخ جریان گاز ورودی به مشعل. توصیه می‌شود اندازه مویینه انتخاب شده چنان باشد که در نرخ جریان موردنیاز فشار تفاضلی حداقل ۲۰ cm از آب باشد. تقسیم‌بندی مقیاس بر حسب میلی‌متر، دقت قرائت $\pm 0.5\%$ را فراهم می‌کند. سایر وسایل اندازه‌گیری شامل جریان‌سنج‌های چرخشی^۱ یا اندازه‌گیرهای جایگزین خشک و غیره، به شرطی مناسب هستند که دقت قرائت $\pm 0.5\%$ یا بهتر را فراهم کنند. شیر کنترل جریان به اتصال ورودی جریان‌سنج متصل می‌شود.
- ۴-۵ سیستم خلا، یک چند راهه خلا، مجهز به وسیله تنظیم خلا، شیرها و سایر تجهیزات ضروری. مثالی از سیستم خلا با قابلیت انجام اندازه‌گیری‌های آزمون‌های چندگانه در شکل ۳ نشان داده شده است. سایر پیکربندی‌های سیستم خلا می‌تواند برای انجام این روش آزمون استفاده شود. سیستم خلا باید به یک پمپ خلا وصل شود که قابلیت جریان گازی ثابت ۳ I از هوا در هر دقیقه از میان هر جاذب و نیز تثبیت یک فشار چند راهه ثابت تقریباً ۴۰ cm آب کمتر از فشار اتمسفری را داشته باشد.
- ۵-۵ سیستم تصفیه هوا، دستگاهی که هوای تصفیه شده برای چندراهه مشعل در فشار ثابت تقریباً ۲۰۰ mm آب و چندراهه دودکش با فشار ۱ cm تا ۲ cm آب را فراهم کند. مثالی از پیکربندی سیستم برای آزمون‌های چندگانه در شکل ۴ بیان شده است. گرچه، سایر پیکربندی‌های سیستم تصفیه هوا می‌تواند برای انجام این روش آزمون استفاده شوند. برای جلوگیری از محدود کردن غیر ضروری جریان هوا، لوله‌هایی که دودکش‌ها را به چندراهه متصل می‌کنند، باید قطر داخلی حداقل ۰.۶۳ cm داشته باشند.
- ۶-۵ مانومتر^۲، مانومتر آب برای نشان دادن فشار گاز در نقطه اندازه‌گیری حجم. مانومتر بین جریان‌سنج و مشعل با یک ورودی به اتمسفر متصل می‌شود.

۶ مواد و / یا واکنشگرها

در طول آزمون به جز در موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرهای با درجه خلوص واکنشگر استفاده کنید. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.

- ۱-۶ آب، به غیر از موارد مشخص شده فقط از آب مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

- ۲-۶ الکل، اتیل الکل تقلیب شده با فرمول ۳۰ یا 3-A یا ایزوپروپیل الکل
- ۳-۶ باریم کلرید، محلول استاندارد (هر یک میلی‌لیتر محلول معادل یک میلی‌گرم گوگرد است)، 7.634 g باریم کلرید دو آبه ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کرده و تا حجم ۱ l رقیق کنید. محلول به صورت

1- Rotameter
2 - Manometer

وزن‌سنجی با رسوب‌گذاری بر حسب باریم سولفات یا به‌وسیله تیتراسیون با سولفوریک اسید استاندارد می‌شود (بند ۶-۱۲ را ببینید).

۴-۶ هیدروکلریک اسید، (با غلظت 27.5 g HCl/l)، در برابر محلول سدیم کربنات (Na_2CO_3) (بند ۶-۱۵) با استفاده از شناساگر متیل اورانژ تیترومی‌شود. به‌گونه‌ای تنظیم شود که ۱ ml محلول HCl هم‌ارز ۱ ml محلول Na_2CO_3 باشد.

۵-۶ هیدروژن پراکسید (H_2O_2) (۳۰٪)

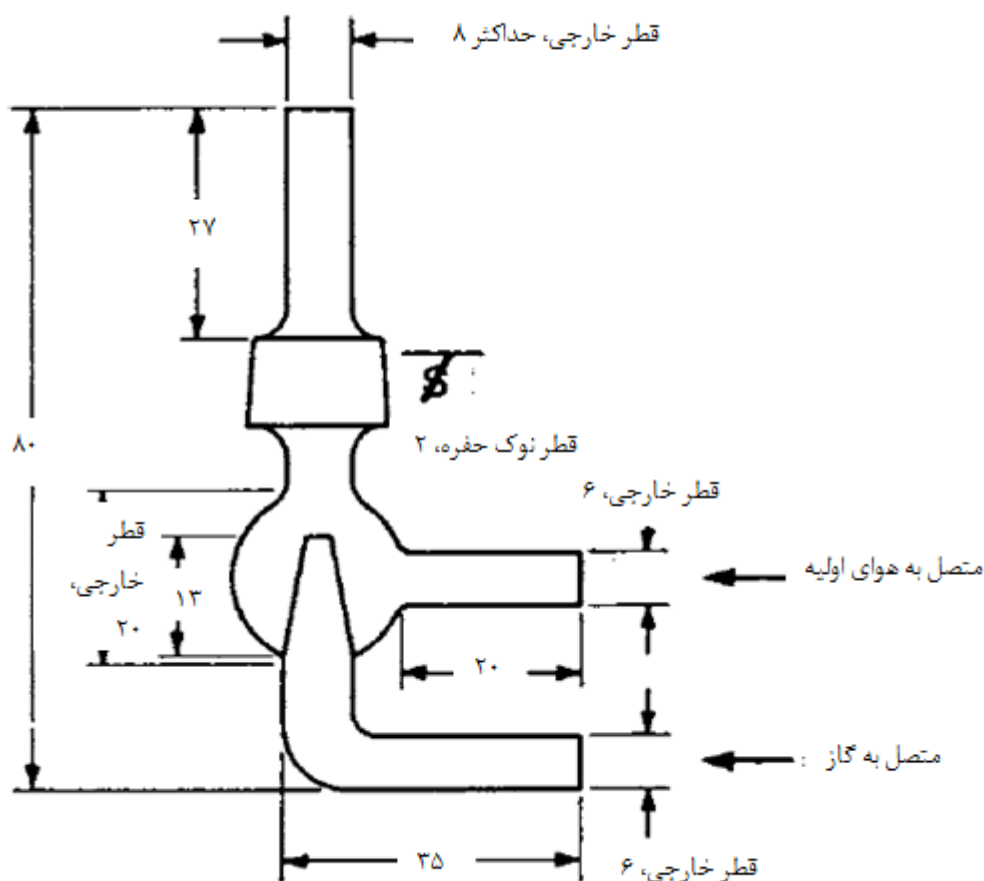
۶-۶ ایزو پروپانول

۷-۶ پتاسیم هیدروژن فتالات (KHP)، قبل از استفاده خشک شود.

۸-۶ فنل فتالین

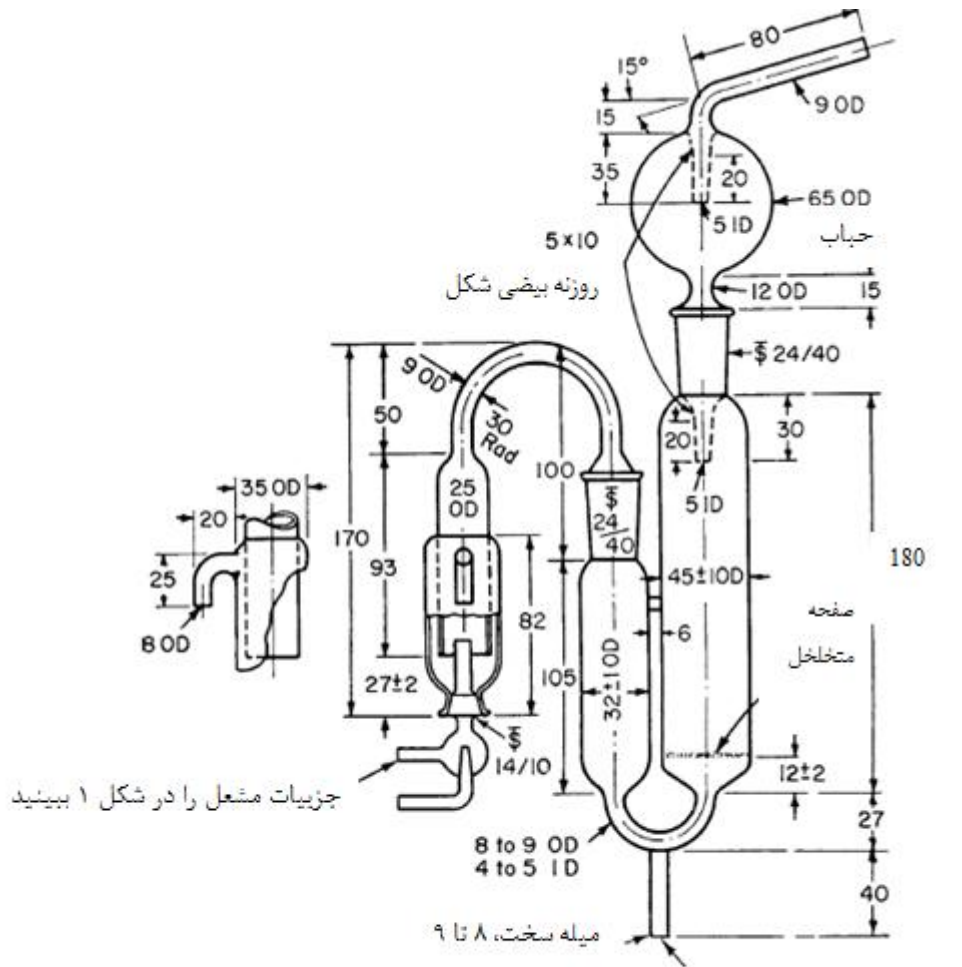
۹-۶ محلول شناساگر متیل اورانژ، ۰.۱ g متیل اورانژ را در ۱۰۰ ml آب حل کنید.

ابعاد بر حسب میلی‌متر می‌باشد.



شکل ۱- مشعل گاز برای اندازه‌گیری گوگرد

ابعاد بر حسب میلی متر می باشد.



نگهداشته شده در موقعیت

یا هر نگهدارنده مناسب

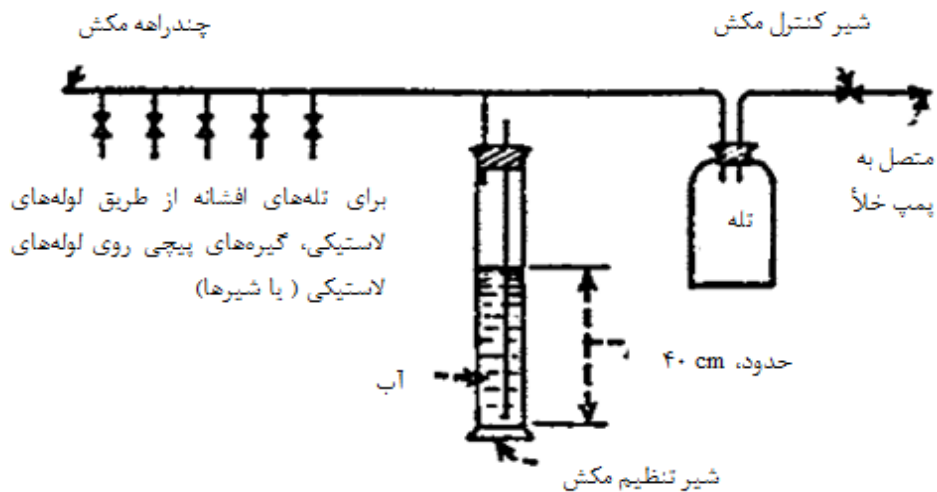
راهنما:

OD قطر خارجی

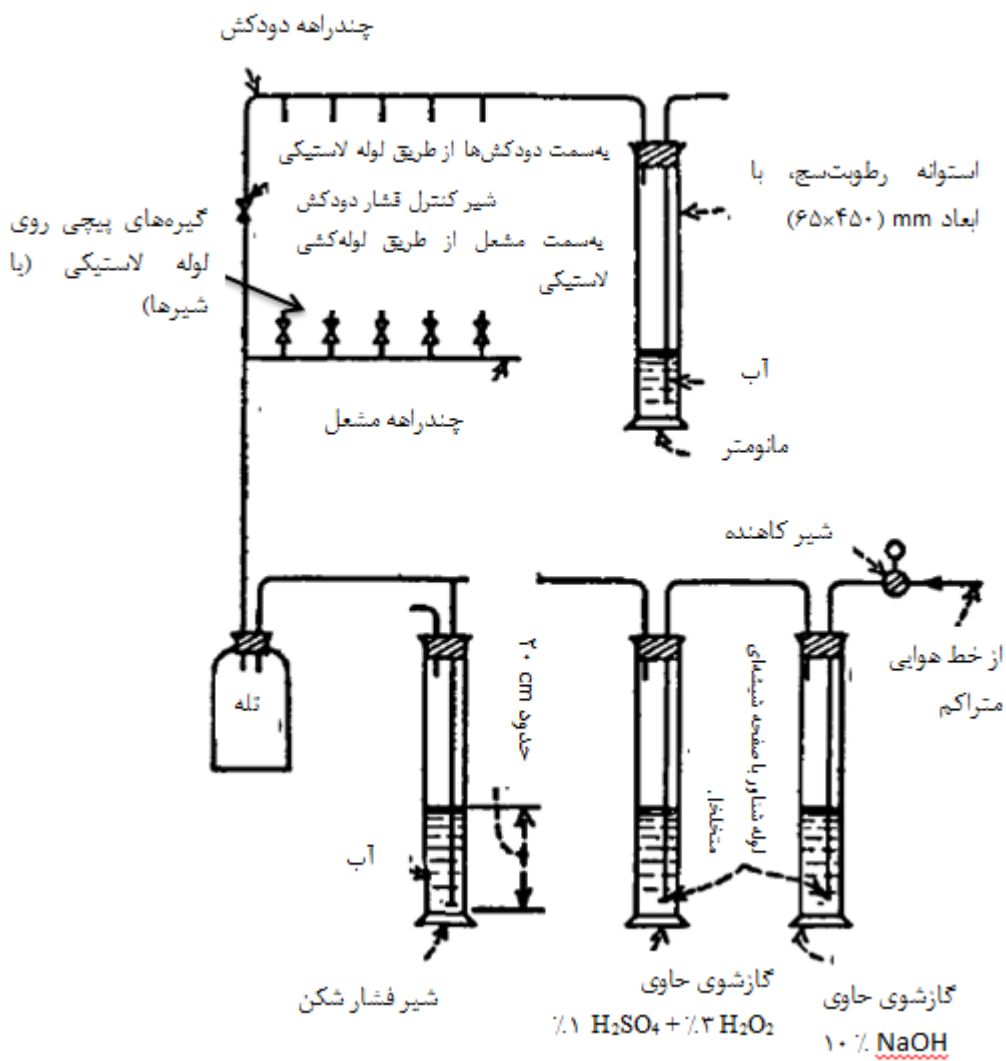
ID قطر داخلی

یادآوری - در مواردی که این ابعاد برای رواداری های ویژه در بالا طراحی شده است تغییرات مجاز $\pm 10\%$ با تقریب 1 mm می باشد، گرچه انحراف از این مقدار نباید بیشتر از 5 mm باشد.

شکل ۲- جزئیات طرح دستگاه جذب و احتراق برای اندازه گیری گوگرد



شکل ۳- سیستم مکش برای اندازه‌گیری گوگرد



شکل ۴- سیستم هوای تصفیه شده برای اندازه‌گیری گوگرد

- ۱۰-۶ محلول نقره نیترات، (با غلظت 1 g AgNO₃/1۷)، ۱/۷ g نقره نیترات را در ۱۰۰ ml آب حل کنید. محلول را در یک بطری قهوه‌ای نگه‌داری کنید.
- ۱۱-۶ محلول سدیم کربنات، (با غلظت 1 g Na₂CO₃/۳/۳۰۶)، ۳/۳۰۶ g سدیم کربنات را در آب حل کرده و تا حجم ۱ l رقیق کنید.
- ۱۲-۶ محلول سدیم هیدروکسید، (با غلظت 1 g NaOH/۱۰۰)، ۱۰۰ g قرص‌های سدیم هیدروکسید با خلوص صنعتی را در آب حل کرده و تا حجم ۱ l رقیق کنید. این محلول در مقابل پتاسیم هیدروژن فتالات استاندارد می‌شود (بند ۶-۱ را ببینید).
- هشدار- سدیم هیدروکسید خورنده است و می‌تواند آسیب جدی به چشم و پوست وارد کند. استنشاق آن محرک بینی، ریه و گلو است. واکنش این ماده با آب تولید گرما می‌کند.
- ۱۳-۶ سولفوریک اسید، (با نسبت ۱:۱۶)، ۶۰ ml سولفوریک اسید غلیظ (H₂SO₄) با وزن مخصوص ۱/۸۴ g را با ۹۶۰ ml آب رقیق کنید.
- ۱۴-۶ شناساگر تترا هیدروکسی کینون (THQ)، به شکل پودر
- ۱۵-۶ شناساگر تورین^۱.

۷ کالیبراسیون و استانداردسازی

۱-۷ استانداردسازی محلول سدیم هیدروکسید، مثالی از روش استانداردسازی به صورت زیر است: سایر مقادیر واکنشگرها را می‌توان به نحوی که رایج است، استفاده کرد. پتاسیم هیدروژن فتالات (KHP)^۲ خشک و خرد شده را در یک آون با دمای ۱۰۵°C به مدت ۲ ساعت حرارت دهید و بگذارید در دسیکاتور تا دمای اتاق خنک شود. KHP (۹۵۰±۵) mg که با تقریب ۰/۱ mg وزن شده) را در ارن مایر قرار دهید. آب (۷۰ ml) و ۲ قطره تا ۴ قطره فنل‌فتالین را به آن بیافزایید. محلول KHP را با محلول سدیم هیدروکسید آماده شده مطابق بند ۶-۱۳ تا ظهور رنگ صورتی ملایم تیتتر کنید. تیتراسیون را با استفاده از بخش دوم KHP تکرار کنید. ۷۰ ml آب شاهد حاوی ۱ قطره تا ۴ قطره فنل‌فتالین با استفاده از محلول سدیم هیدروکسید آماده شده مطابق بند ۶-۱۳ تا ظهور رنگ صورتی ملایم تیتتر کنید. این روش را تکرار کرده و از نتایج میانگین بگیرید. برای تیتراسیون‌های تکرار آب شاهد و KHP حجم تیرانت باید تا ۰/۰۵ ml مطابقت داشته باشد. برای هر آزمون KHP غلظت محلول سدیم هیدروکسید را بر حسب نرمالیت به صورت مستقل با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$\text{نرمالیت NaOH} = \frac{\text{mg KHP}/204.23}{(\text{ml میانگین شاهد} - \text{ml NaOH})} \quad (۱)$$

مقادیر دو آزمون KHP باید در محدوده ۰/۵ ± مطابقت داشته باشد. در غیر این صورت تیتراسیون‌ها یا عامل تناقض شناسایی شده یا هر دو را تکرار کنید.

۲-۷ استانداردسازی سولفوریک اسید، مثالی از روش استانداردسازی به صورت زیر است: سایر مقادیر واکنشگرها را می‌توان به نحوی که رایج است، استفاده کرد. محلول سولفوریک اسید آماده شده مطابق بند

1 - Thorin

2 - Potassium hydrogen phthalate

۶-۱۴ را در مقابل سدیم هیدروکسید استاندارد شده در بند ۷-۱ با استفاده از ۲ قطره تا ۴ قطره شناساگر فنل فتالین تیترا کنید. این روش را تکرار کرده و از نتایج نرمالیت سولفوریک اسید میانگین بگیرید. مقادیر برای دو آزمون باید در محدوده $\pm 0.5\%$ مطابقت داشته باشند. در غیر این صورت تیتراسیون‌ها را تکرار کرده یا عامل تناقض را شناسایی کنید.

۷-۳ استانداردسازی محلول باریم کلرید، محلول باریم کلرید را با محلول سولفوریک اسید از قبل استاندارد شده (بند ۷-۲ را ببینید) تیترا کنید. 10.10 ml سولفوریک اسید را به ارلن مایر حاوی 40 ml ایزو پروپانول و ۲ قطره تا ۴ قطره شناساگر تورین انتقال دهید. تیتراسیون با محلول باریم کلرید تا نقطه پایانی صورتی‌رنگ انجام می‌شود. تیتراسیون را تکرار کرده و از نتایج میانگین بگیرید. تیتراسیون‌های تکرار باید در محدوده $\pm 0.5\%$ مطابقت داشته باشند. در غیر این صورت تیتراسیون‌ها را تکرار کرده یا عامل تناقض را شناسایی کنید. با استفاده از روش یکسان تیتراسیون شاهد را با استفاده از آب به جای محلول سولفوریک اسید دو مرتبه انجام دهید. تیتراسیون‌های تکرار باید در محدوده $\pm 0.5\%$ مطابقت داشته باشند. غلظت محلول باریم کلرید را بر حسب نرمالیت با استفاده از رابطه ۲ محاسبه کنید.

$$\text{BaCl}_2 \text{ نرمالیت} = \frac{\text{نرمالیت سولفوریک اسید} \times 10 \text{ ml}}{\text{میانگین شاهد} - \text{ml میانگین}} \quad (2)$$

۷-۴ تیتراسیون خودکار می‌تواند برای تعیین غلظت سدیم هیدروکسید و سولفوریک اسید استفاده شود.

۸ آماده‌سازی دستگاه

۸-۱ 300 ml تا 400 ml از محلول سدیم هیدروکسید را در گازشوی^۱ اول (شکل ۴) و مقدار مشابهی از محلول H_2O_2 - H_2SO_4 (300 ml آب، 30 ml سولفوریک اسید و 30 ml هیدروژن پراکسید (30% وزنی/وزنی)) در گازشوی دوم قرار دهید. این محلول‌ها در مواردی که حجم کمتر از دو سوم شده از مقدار اولیه شده، تعویض شوند.

۸-۲ هنگام سوار کردن دستگاه، شیر بین چندراهه خلأ و تله اسپری به گونه‌ای تنظیم شود که تقریباً 3 l از هوا در هر دقیقه هنگامی که خروجی دودکش به سمت اتمسفر باز می‌شود از میان جاذب کشیده شود، جاذب با $(2 \pm 3) \text{ ml}$ آب پر می‌شود و فشار در چندراهه خلأ در حدود 40 cm آب کمتر از فشار اتمسفری تثبیت می‌شود. هنگامی که تمام تنظیمات انجام شد آب را از جاذب‌ها خارج کنید.

۸-۳ در حالی که شیر کنترل مشعل بسته است، شیر تنظیم‌کننده خلأ کاملاً باز باشد و فشار خلأ در حدود 40 cm آب کمتر از فشار اتمسفری است، هوای تصفیه شده را وارد کنید. شیر کنترل چندراهه دودکش را به گونه‌ای تنظیم کنید که از میان جاذب فقط جریان کمی از هوا از شیر اطمینان فشار عبور کند و جریان کمی از هوا در تنظیم‌کننده خلأ وارد شود و فشار در چندراهه دودکش 1 cm تا 2 cm آب باشد. برای حصول این شرایط ممکن است تنظیمات کمی در تنظیم‌کننده خلأ و شیر کنترل خلأ لازم باشد.

یادآوری - ایجاد تعادل سیستم جریان هوا با تنظیم فشار در چندراهه خلأ به آسانی انجام می‌شود. این امر با بالا یا پایین بردن لوله ورودی هوا در تنظیم‌کننده خلأ با لغزش آن در روکش لاستیکی انجام می‌شود.

۴-۸ هنگام سوار کردن دستگاه، خط نمونه گاز را با استفاده لوله شیشه‌ای یا آلومینیومی به ورودی جریان‌سنج وصل کنید. خروجی جریان‌سنج را به روش مشابه به بخش پایینی بازوی مشعل متصل کنید. شیر را برای کنترل‌کننده نرخ جریان گاز به‌گونه‌ای تنظیم کنید که گاز با نرخی سوزانده شود که تقریباً $250 - 500$ Btu/h گاز آزاد شود. این نرخ باید به‌وسیله دو علامت شاخص روی ستون‌های لوله U شکل جریان‌سنج یا زمان‌بندی دستگاه شاخص - نرخ نشان داده شود. ایجاد اتصال هوای ابتدایی از مسیر هوای تصفیه شده به بخش بالایی بازوی مشعل به‌وسیله لوله لاستیکی یا پلاستیکی انجام می‌شود.

یادآوری - با استفاده از این نرخ گاز، توصیه می‌شود دودکش و جاذب در طول آزمون بیش از حد گرم نشوند. بنابراین نرخ حجم‌سنجی مناسب جریان گاز به مقدار گرمایش گاز مورد آزمون بستگی دارد.

۵-۸ تله اسپری، جاذب و دودکش را قبل از هر آزمون به‌خوبی با آب بشویید. مخزن بزرگ‌تر جاذب را با ۱۰ ml محلول سدیم کربنات (یادآوری) و ۲۰ ml آب پر کنید. تله اسپری و دودکش را متصل کرده و آن‌ها را با استفاده از لوله لاستیکی یا پلاستیکی به ترتیب به خط خلأ و خط هوای تصفیه شده وصل کنید. ورودی دودکش را با استفاده از چوب پنبه یا بست مناسب دیگر ببندید.

یادآوری - این مقدار از محلول سدیم کربنات برای جذب SO_2 از محصولات احتراق حاوی $0.03 m^3$ گاز با $0.03 m^3$ گوگرد کافی و مناسب است. برای غلظت‌های بالاتر گوگرد در گاز، حجم محلول و سدیم کربنات باید به همان نسبت افزایش یابد، اما حجم کلی مایع در جاذب نباید بیش‌تر از ۳۰ ml شود.

۹ روش انجام آزمون

۱-۹ قبل از هر آزمون، جریان‌سنج، مشعل و اتصالات را با نمونه گاز پاکسازی و شعله روی مشعل را روشن کنید. نرخ جریان گاز را به‌وسیله شیر آن به منظور تطابق با الزامات بیان شده در بند ۴-۸ تنظیم کنید. جریان هوای اولیه نیز باید به‌گونه‌ای تنظیم شود که یک شعله آبی ملایم به وجود آید و نوک شعله، زرد نباشد.

۲-۹ برای شروع اندازه‌گیری، مشعل را در دودکش وارد کرده و با نوارهای لاستیکی یا فتر در جای خود محکم کنید. برای دستیابی به شعله پایدار در صورت نیاز جریان‌های گاز را بررسی و مجدداً تنظیم کنید. زمان قرار دادن مشعل در دودکش را یادداشت کرده یا در صورت استفاده از یک وسیله اندازه‌گیری یکپارچه قرائت آن را یادداشت کنید.

۳-۹ آزمون را ادامه دهید تا تقریباً $0.03 m^3$ از گاز بسوزد. تفاضل جریان‌سنج را در طول دوره، ثابت نگه‌دارید. زمان یا در صورت استفاده از یک وسیله اندازه‌گیری یکپارچه قرائت آن را یادداشت کنید و مشعل را از دودکش خارج کنید و به‌جای آن یک چوب‌پنبه یا درپوش مناسب دیگری قرار دهید. عمل مکش روی جاذب را ادامه دهید تا زمانی که به دمای اتاق برسد. سپس شعله را خاموش کنید.

۴-۹ به غیر از مواردی که از وسیله اندازه‌گیری یکپارچه برای اندازه‌گیری گاز استفاده می‌شود، مشعل را از جریان‌سنج جدا کنید. آن را با یک رطوبت‌سنج کالیبره شده جابه‌جا کنید تا $0.15 m^3$ از گاز مورد آزمون

پاکسازی شود. تفاضل جریان سنج را تنظیم و مانومتر را قرائت کنید تا مقدار تعیین شده در بند ۹-۳ به دست آید و زمان یک چرخش کامل رطوبت سنج را با یک زمان سنج اندازه گیری کنید. به منظور تنظیم فشار و جریان گاز به گونه ای که جریان سنج و مانومتر به ترتیب مقادیر یکسان را در طول دوره اندازه گیری نشان دهند ممکن است شیر سوزنی نیاز باشد.

۹-۴-۱ حجم گاز بر حسب فوت مکعب استاندارد را با استفاده از رابطه ۳ محاسبه کنید.

$$V = (t_d/10t_c) \times [519.67/459.67 + T_d] \times [p + (m/13.6) - w]/(30 - 0.522) \quad (3)$$

که در آن:

- V حجم نمونه سوزانده شده، بر حسب فوت مکعب استاندارد در دمای 60°F و فشار ۳۰ اینچ جیوه؛
- t_d زمان اندازه گیری، بر حسب ثانیه؛
- t_c زمان یک بار چرخش رطوبت سنج در طول کالیبراسیون بر حسب ثانیه؛
- T_d دمای اندازه گیر، بر حسب درجه فارنهایت مطلق؛
- P فشار بارومتري، بر حسب اینچ جیوه؛
- m قرائت مانومتر، بر حسب اینچ آب؛
- W فشار بخار آب در دمای اندازه گیر، بر حسب اینچ جیوه.

یادآوری - این روش کالیبراسیون از الزام محاسبه تصحیح های کالیبراسیون جریان سنج برای هر گاز مورد آزمون جلوگیری می کند.

۹-۴-۲ حجم گاز را بر حسب متر مکعب استاندارد با استفاده از رابطه ۴ محاسبه کنید.

$$V = (t_d/t_c) \times [288.15/(273 + 15 + T_d)] \times [p + (m/13.6) - w]/(760 - 12.788) \quad (4)$$

که در آن:

- V حجم بر حسب متر مکعب در شرایط استاندارد (در دمای 15°C و فشار 101.325 kPa)؛
- t_d زمان اندازه گیری، بر حسب ثانیه؛
- t_c زمان کالیبراسیون بر حسب ثانیه بر متمر مکعب؛
- T_d دمای اندازه گیر، بر حسب درجه سلسیوس؛
- P فشار بارومتري، بر حسب میلی متر جیوه؛
- m قرائت مانومتر بر حسب میلی متر آب؛
- W فشار بخار آب در میلی متر جیوه.

یادآوری - نتایج محاسبه شده در واحد اینچ - پوند و متر به طور مستقیم قابل تبدیل نیستند. اساس اختلاف روابط محاسباتی برای نتایج اینچ - پوند و متر در شرایط پایه از دما و فشار (اینچ - پوند در دمای 60°F و فشار ۳۰ اینچ جیوه یا 14.73 psia ؛ متر در دمای 288.15 K یا 15°C و فشار 101.325 kPa). در هر تبدیلی باید این تفاضل ها را به حساب آورد.

۹-۵ چنانچه برای اندازه گیری گاز از وسیله اندازه گیری یکپارچه کالیبره شده استفاده می شود، حجم را با استفاده از رابطه ۵ محاسبه کنید.

$$V = V_m [519.67/(459.67 + T_d)] \times [p + (m/13.6) - w]/(30 - 0.522) \quad (5)$$

که در آن:

V_m مقدار قرائت اندازه گیر در پایان اندازه گیری منهای مقدار قرائت اندازه گیر در ابتدای اندازه گیری، بر حسب فوت مکعب؛

w فشار جزئی واقعی بخار آب در گاز در دمای اندازه گیر خشک و سایر نمادها در بند ۸-۴ تعریف شده اند.

$$V = V_m \times [288.15 / (273.15 + T_d)] \times [p + (m/13.6) - w] / (760 - 12.788) \quad (۶)$$

که در آن:

V_m مقدار قرائت اندازه گیر در پایان اندازه گیری منهای مقدار قرائت اندازه گیر در ابتدای اندازه گیری، بر حسب فوت مکعب؛

w فشار جزئی واقعی بخار آب در گاز در دمای اندازه گیر خشک.

۶-۹ پیشنهاد می شود برای اطمینان کاربران از نتایج نماینده به دست آمده برای یک نمونه سوخت ویژه آزمون دو بار انجام شود. مقادیر دو آزمون باید در محدوده $\pm 0.5\%$ مطابقت داشته باشد. در غیر این صورت تیتراسیون ها یا عامل تناقض شناسایی شده یا هر دو را تکرار کنید.

۱۰ تجزیه جاذب

۱-۱۰ هنگامی که جاذب در دمای اتاق خنک شد، دودکش و تله را با کمترین مقدار ممکن آب بشویید و مواد حاصل از شستشو را به محلول جاذب اضافه کنید. سه قطره شناساگر متیل اورانژ به محلول بیفزایید. سدیم کربنات اضافی در جاذب را با HCl در حضور متیل اورانژ تا نقطه پایانی تیتراسیون کنید، محلول را بعد از هر افزودن اسید با مکش متناوب و دمیدن روی یک انتهای جاذب مخلوط کنید.

۱۰-۲ رنگ نارنجی کدر^۱ متیل اورانژ اسیدی را با چند قطره محلول سدیم کربنات تصفیه کرده و ۵۰ ml اتیل الکل یا ایزوپروپیل الکل و حدود ۰.۵ g شناساگر تترا هیدروکسی کینون (THQ) را بیفزایید. پس از این که محلول را خوب مخلوط کردید، با محلول باریم کلرید تیتراسیون کنید. بعد از افزودن ۱ ml یا ۲ ml محلول باریم کلرید، ۱ ml محلول ۰.۱ N نقره نیترات افزوده و تیتراسیون را تا نقطه پایانی ادامه دهید. زمانی که رنگ زرد محلول سرخ^۲ شود و این رنگ با خوب مخلوط کردن پایدار بماند نقطه پایانی است. حجم محلول باریم کلرید مورد نیاز برای تولید رنگ قرمز را یادداشت و ثبت کنید.

۱۰-۳ با استفاده از همان روش بند ۱۰-۲ یک تیتراسیون شاهد با استفاده از آب به جای محلول نمونه انجام دهید.

یادآوری- نقره نیترات رنگ سرخ نقطه پایانی را تشدید می کند.

۱۱ محاسبات

غلظت گوگرد را از نتایج تیتراسیون باریم کلرید با استفاده از رابطه ۷ محاسبه کنید.

$$S = [(A - B) / v] \times 1.543 \quad (۷)$$

که در آن:

1- Tan color

2 - Rose

S	غلظت گوگرد در دانه‌ها/ ۱۰۰ فوت مکعب استاندارد؛
A	حجم محلول $BaCl_2$ استفاده شده برای تیتراسیون نمونه بر حسب میلی لیتر؛
B	حجم محلول $BaCl_2$ استفاده شده برای تیتراسیون شاهد بر حسب میلی لیتر؛
V	حجم بر حسب فوت مکعب.

یادآوری ۱- یک دانه = ۶۴/۷۹۹ میلی گرم و یک فوت مکعب = ۰/۰۲۸۳ متر مکعب.

$$S = [(A - B)/V] \times 353 \quad (۸)$$

که در آن:

S	غلظت گوگرد بر حسب میلی گرم بر متر مکعب؛
A	حجم محلول $BaCl_2$ استفاده شده برای تیتراسیون نمونه بر حسب میلی لیتر؛
B	حجم محلول $BaCl_2$ استفاده شده برای تیتراسیون شاهد بر حسب میلی لیتر؛
V	حجم بر حسب متر مکعب.

یادآوری ۲- مقدار محلول $BaCl_2$ استفاده شده در تیتراسیون شاهد (B) را می توان با ۰/۲ ml به عنوان یک مقدار مجاز شاهد تقریبی برای نقطه پایانی تیتراسیون هنگامی که تمایل به استفاده از داده‌ها اثر منفی ندارد جایگزین کرد.

۱۲ تضمین کیفیت

۱-۱۲ کنترل سولفوریک اسید، یک روش نوعی برای کنترل سولفوریک اسید در زیر ارائه شده است. ۱۰/۰ ml سولفوریک اسید N ۰/۱ با هر مجموعه از نمونه یا هر ده نمونه، هر کدام که اول رخ می دهد، تیتراسیون کنید. توصیه می شود نتایج در محدوده $\pm 5\%$ از مقدار تئوری باشد. چنانچه نتایج خارج از محدوده پذیرفته شده هستند، سدیم هیدروکسید را مجدداً استاندارد کنید و نتایج را دوباره محاسبه کنید. اگر نتایج دوباره محاسبه شده، خارج از محدوده هستند، روش آزمون را تا زمانی که تحت کنترل درآید، بررسی کنید و نمونه‌ها را مجدداً تجزیه کنید.

۲-۱۲ کنترل تجزیه سولفات، ویال تضمین کیفیت سازمان حفاظت محیط زیست SO_2 یا دیگر استانداردهای مناسب را با هر مجموعه از نمونه‌ها یا هر ده نمونه، هر کدام که اول رخ می دهد، تجزیه کنید. توصیه می شود نتایج در محدوده $\pm 5\%$ از مقدار تئوری باشد. چنانچه نتایج خارج از محدوده پذیرفته شده هستند، باریم کلرید را مجدداً استاندارد کنید و نتایج را دوباره محاسبه کنید. اگر نتایج دوباره محاسبه شده، خارج از محدوده هستند، روش آزمون را تا زمانی که تحت کنترل درآید، بررسی کنید و نمونه‌ها را مجدداً تجزیه کنید.

۱۳ دقت و انحراف

۱-۱۳ درستی نتایج اندازه گیری به درستی حجم نمونه اندازه گیری شده و درستی روش انجام تیتراسیون وابسته است.

۱-۱۳-۱-۱ هنگامی که 1 ft^3 از گاز سوزانده می شود، یک دقت مطلق هم‌ارز $\pm 0/1$ دانه گوگرد در هر 100 ft^3 از گاز می باشد که توصیه می شود در تیتراسیون $BaCl_2$ در دسترس باشد، مستقل از مقدار گوگرد موجود در

جاذب است. بنابراین درستی کل باید بین ± 0.1 دانه و ± 0.7 دانه گوگرد در هر 100 ft^3 گاز است، چنانچه درستی اندازه‌گیری $\pm 2\%$ به دست آمد، محدوده غلظت روش مناسب می‌باشد.

۱۳-۲-۱-۳ هنگامی که 1 m^3 از گاز سوزانده می‌شود، دقت مطلق هم‌ارز $\pm 0.06 \text{ mg/m}^3$ می‌باشد که توصیه می‌شود در تیتراسیون BaCl_2 در دسترس باشد، مستقل از مقدار گوگرد موجود در جاذب است. بنابراین درستی کل باید بین $\pm 0.06 \text{ mg/m}^3$ و $\pm 0.42 \text{ mg/m}^3$ گوگرد در هر 100 ft^3 گاز است، چنانچه درستی اندازه‌گیری $\pm 2\%$ به دست آمد، محدوده غلظت روش مناسب می‌باشد.

۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۴ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۴ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛
- ۳-۱۴ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛
- ۴-۱۴ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛
- ۵-۱۴ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

وسایل

الف-۱ مشعل، از جنس شیشه مقاوم از نظر شیمیایی با ابعاد نشان داده شده در شکل ۱ که دارای یک لوله مشعل بوده که نمونه گاز از میان بازوی کناری و روزنه در انتهای پایینی وارد می‌شود. اطراف نوک روزنه گاز، یک بخش کروی بزرگ از لوله مشعل بوده که امکان ورود هوای اولیه تصفیه شده برای احتراق را فراهم می‌کند. ارتباط با دودکش لوله مشعل با یک اتصال شیشه‌ای مخروطی استاندارد^۱ فراهم شده است. انتهای بالایی لوله مشعل باید جلا داده شود. هنگامی که مشعل به دودکش متصل شد، مشعل باید به وسیله نوارهای لاستیکی یا فنرهای فلزی کشیده شده بین تله‌های شیشه‌ای روی مشعل و دودکش در مکان نگه داشته شود.

الف-۲ دودکش، از جنس شیشه مقاوم از نظر شیمیایی با ابعاد نشان داده شده در شکل ۲. ارتباط با مشعل و جاذب با اتصال‌های شیشه‌ای مخروطی استاندارد فراهم شده است.

الف-۳ جاذب، از جنس شیشه مقاوم از نظر شیمیایی با ابعاد نشان داده شده در شکل ۲. ارتباط با دودکش و تله اسپری با اتصال‌های شیشه‌ای مخروطی استاندارد فراهم شده است. صفحه متخلخل^۲ با میانگین قطر منافذ $150 \mu\text{m}$ تا $200 \mu\text{m}$ باید در دو حباب بزرگ‌تر جاذب مهر و موم (چسبانده) شوند. توصیه می‌شود نفوذناپذیری صفحه متخلخل به گونه‌ای باشد که هنگامی که 50 ml آب در جاذب قرار داده می‌شود و هوا با نرخ $3/0 \text{ l/min}$ از میان آن در جهت رو به جلو عبور داده شود فشار تفاضلی بین دو طرف جاذب 15 cm تا 23 cm از آب باشد و هوا به طور یکنواخت پراکنده شود.

الف-۴ تله اسپری، از جنس شیشه مقاوم از نظر شیمیایی با ابعاد نشان داده شده در شکل ۲. ارتباط با جاذب با اتصال‌های شیشه‌ای مخروطی استاندارد فراهم شده است.

1 - Standard- taper glass joint

2 - Fritted disc