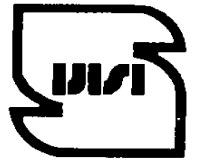




جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۴۵۹

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

18459

1st. Edition

2014

انتشار از منابع ساکن - تعیین غلظت جرمی دی-
اکسید گوگرد - روش پراکسید هیدروژن /
پرکلرات باریوم / تورین

**Stationary source emissions — Determination
of the mass concentration of sulfur dioxide-
Hydrogen proxide/ barium perchlorate/ thorin
method**

ICS:13.040.40

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و 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 می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان 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 استاندارد 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) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) 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

" انتشار از منابع ساکن - تعیین غلظت جرمی دی اکسید گوگرد - روش پراکسید هیدروژن /
پرکلرات باریم / تورین "

رئیس:

سمت و / یا نمایندگی

آرمین جهان نمای
(کارشناس شیمی محض)

اداره کل استاندارد استان کردستان

دبیر:

هومن جواهری
(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان کردستان

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدی، رامین
(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

شرکت پتروشیمی کردستان

حسن زاده، شهناز
(کارشناس بیولوژی)

اداره کل استاندارد استان کردستان

حسینی، حمید
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان کردستان

ظروفچی، خالد
(کارشناس ارشد مهندسی شیمی، گرایش محیط زیست)

شرکت فنی-مهندسی نوین فرآیند بهره ور سبز

فاتحی فر، اسماعیل
(دکتری حرفه‌ای مهندسی شیمی)

عضو هیأت علمی دانشگاه صنعتی سهند تبریز

یزدانی، ژیلا
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

اداره کل استاندارد استان کردستان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ کلیات
۲	۴ واکنش‌گرها
۳	۵ وسایل مورد نیاز
۵	۶ نمونه برداری
۸	۷ روش کار
۱۰	۸ بیان نتایج
۱۲	۹ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد " انتشار از منابع ساکن- تعیین غلظت جرمی دی اکسید گوگرد- روش پراکسید هیدروژن/ پرکلرات باریم/ تورین " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در سی و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۳/۴/۱۱ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوّب 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 تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبعی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

1-ISO 7934:1989,Amd1:1998, Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of sulfur dioxide- Hydrogen proxide/ barium perchlorate/ thorin method

مقدمه

هدف این استاندارد ملی اندازه گیری‌های مقایسه‌ای غلظت جرمی دی‌اکسید گوگرد (SO_2) در شرایط آزمایشگاهی و همچنین شرایط میدانی با استفاده از استاندارد مرجع ISO7934 است. روش توضیح داده شده در استاندارد ملی به شماره ۱۱۶۱۹ و همچنین روش استفاده از تجهیزات مجهز به UV توضیح داده شده در استاندارد ISO7935 نشان داده‌اند که مقادیر خیلی کم از دی‌اکسید گوگرد (در بازه ۵ تا ۱۰ درصد) با استفاده از استاندارد ملی حاضر بدست آورده می‌شوند.

تحقیقات نشان داده‌اند که جهت تنظیم PH محلول جاذب قبل از آنالیز بهتر است از پتاسیم هیدروکسید به جای سدیم هیدروکسید استفاده شود. لذا در اصلاحیه استاندارد مرجع (ISO7934- Amendment1: 1998) در بندهای ۴-۴ و ۶-۷ به جای سدیم هیدروکسید از پتاسیم هیدروکسید استفاده شده است. همچنین به دلایل عملی شکل فیلتر ذرات نشان داده شده در بخشهای حلزونی نری و مادگی تغییراتی داشته است که این تغییرات در تدوین استاندارد ملی حاضر لحاظ شده است.

انتشار از منابع ساکن - تعیین غلظت جرمی دی اکسید گوگرد - روش پراکسید

هیدروژن / پرکلرات باریم / تورین

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین غلظت جرمی دی اکسید گوگرد (SO_2) انتشار یافته از تاسیسات احتراقی و فرآیندهای صنعتی با مقادیر قابل اغماض تری اکسید گوگرد و اسید سولفوریک به روش پراکسید هیدروژن / پرکلرات باریم ($Ba(ClO_4)_2$) / تورین^۱ می باشد. این استاندارد برای حداقل 30 mg/m^3 دی اکسید گوگرد با در نظر گرفتن دوره‌های نمونه‌برداری معمولاً ۳۰ دقیقه‌ای کاربرد دارد.

در غلظت‌های جرمی بیشتر از 2000 mg/m^3 دی اکسید گوگرد، حجم نمونه‌ی گاز پسماند مورد آنالیز ۳۰ لیتر می باشد.

موادی که احتمالاً در گاز پسماند وجود داشته و در نمونه مورد بررسی نیز حضور دارند و ممکن است در قرائت عیارسنجی (تیتراسیون) تأثیر بگذارند، در بند ۷-۴ آمده‌اند. اطلاعات مورد نیاز در مورد خصوصیات عملکرد در بند ۸-۲ آمده است.

در غلظت‌های جرمی کمتر از 30 mg/m^3 دی اکسید گوگرد، از دوره‌ی نمونه‌برداری طولانی‌تر نسبت به دوره اشاره شده در این استاندارد استفاده می‌شود.

لازم به ذکر است تمام غلظت‌ها بر اساس گاز خشک، در دمای $273,1$ درجه کلون و فشار $101,3$ کیلوپاسکال می باشد.

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 می شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

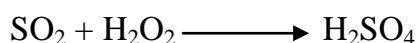
۱ - تورین (Thorin)، که همچنین به نامهای Thoron و Thoronol نیز شناخته می‌شود، عبارتست از نمک سدیم ترکیب ۴- (۲-آرسونوفیل)- آزو[۳-هیدروکسی ۷,۲ - نفتال- دی سولفونیک اسید.

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

2-2 ISO 6879 : 1983, Airquality - Performance characteristics and related concepts for air quality measuring methods.

۳ اصول آزمون

جذب دی اکسید گوگرد موجود در نمونه‌ی گاز آلوده در اثر عبور از محلول پراکسید هیدروژن، در زمان مشخص، طبق واکنش زیر منجر به تشکیل اسید سولفوریک خواهد شد:



PH محلول نمونه باید توسط محلول هیدروکسید سدیم (NaOH) و/یا اسید پرکلریک (HClO_4) در مقدار ۳/۵ تنظیم شود. تعیین غلظت جرمی یون‌های سولفات موجود در محلول نمونه تهیه شده، توسط تیتراسیون با محلول باریم پرکلرات و تورین به عنوان شناساگر و محاسبه غلظت جرمی دی اکسید گوگرد تعیین می-شود.

۴ واکنشگرها

فقط از واکنشگرهای با خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب مقطر درجه ۳، طبق استاندارد ملی شماره ۱۷۲۸ استفاده شود.

هشدار- از واکنشگرهای مطابق با قوانین حفظ سلامتی و جلوگیری از خطر استفاده کنید.

۱-۴ پروپان-۲ آل $(\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3)$

۲-۴ محلول جاذب

۱۰۰ میلی لیتر از محلول ۲۷٪ تا ۳۰٪ (جرمی/جرمی) پراکسید هیدروژن (H_2O_2) در بالن ژوژه ۱۰۰۰ میلی لیتری ریخته، به حجم رسانده و خوب مخلوط کنید.

این محلول را در همان روز آزمون تهیه کنید.

۳-۴ پرکلرات باریم (محلول استاندارد حجمی $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ با غلظت ۰/۰۰۵ مول بر لیتر)

از محلول تجاری پرکلرات باریم موجود با غلظت معین استفاده کنید، در صورت در دسترس نبودن، این محلول را به صورت زیر تهیه کنید:

۱/۷ گرم پرکلرات باریم بی آب $[Ba(ClO_4)_2]$ را در حدود ۲۰۰ میلی لیتر آب در بالن ژوژه ۱۰۰۰ میلی لیتری حل کنید. با پروپان-۲-آل (طبق بند ۴-۱) به حجم رسانده و خوب مخلوط کنید.

این محلول را به دقت با تیتراسیون توسط محلول اسید سولفوریک استاندارد 0.005 mol/l استاندارد کنید. توجه داشته باشید که یک میلی لیتر از محلول با غلظت دقیق 0.005 mol/l پرکلرات باریم، با جرم 0.32033 میلی گرم دی اکسید گوگرد برابر است.

۴-۴ هیدروکسید پتاسیم (محلول استاندارد حجمی KOH با غلظت 0.1 مول بر لیتر)

۵-۴ اسید پرکلریک (محلول استاندارد حجمی $HClO_4$ با غلظت 0.1 مول بر لیتر)

۶-۴ تورین (محلول با چگالی ۲ گرم بر لیتر نمک دی سدیم ترکیب $\{4-2\}$ -آرسونوفنیل)-
آزو-۳-هیدروکسی-۲ و ۷-نفتالن-اسید دی سولفونیک^۱ }

0.2 گرم تورین را در آب و در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری حل کنید. با آب مقطر به حجم رسانده و خوب مخلوط کنید.

این محلول را در بطری از جنس سیلیس ذوب شده و/یا پلی اتیلن نگهداری کنید.

۵ وسایل

تجهیزات معمول آزمایشگاهی و تجهیزات زیر استفاده می شوند.

۱-۵ تجهیزات نمونه برداری

شامل تجهیزات بند ۵-۱-۱ تا ۵-۱-۱۳ می باشد.

۱-۱-۵ پروب نمونه برداری

لوله از جنس شیشه بوروسیلیکات و یا سیلیس ذوب شده، با انتهای کروی، دارای طول مناسب برای رسیدن به نقطه و/یا نقاط نمونه برداری در سطح اندازه گیری دودکش گاز پسماند و احاطه شده با روکش حرارتی با قابلیت تأمین حداقل دمای ۲۰۰ درجه سانتیگراد می باشد.

یادآوری ۱- روکش حرارتی محافظ لوله پروب نمونه برداری نیز می باشد. بنابراین لوله پروب همیشه باید توسط روکش حرارتی عایق شده باشد.

1- 4-[(2-arsonophenyl)-azo]-3-hydroxy-2,7-naphtalene-disulfonic acid disodium salt.

یادآوری ۲- برای جلوگیری از خروج مواد هنگام نمونه برداری در شرایط مکش، یک شیر مسدود کننده قبل از اولین جاذب مورد نیاز می باشد.

۲-۱-۵ فیلتر ذرات

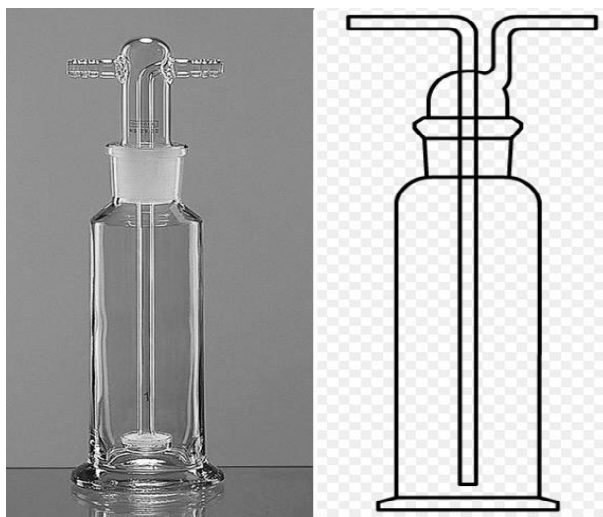
لوله از جنس شیشه بوروسیلیکات و/یا سیلیس ذوب شده، با اتصال کروی در یک انتها، پر شده با پشم کوراتز خالص شیمیایی می باشد. نمونه ای از فیلتر ذرات که کارایی خوبی دارد، به عنوان نمونه در شکل (۲) آمده است.

۳-۱-۵ جاذبها

بطری های جذب از نوع دریشل^۱ و با حجم اسمی میلی لیتری ۱۰۰ یا ۲۵۰ میلی لیتری نیاز است (به جدول ۱ مراجعه شود) که به ورودی جذب با فیلتر متخلخل مجهز است (به شکل (۲) مراجعه شود)، تخلخل فیلتر باید به اندازه ای باشد که بتوان حداقل بازدهی جذب ۰/۹۵ را بدست آورد. فیلترهای متخلخل با قطر منافذ بین ۴۰ میکرومتر تا ۹۰ میکرومتر، مناسب می باشند.

بازدهی جذب هر جاذب هر سال طبق بند ۷-۱ باید دو بار تست شود.

یادآوری - اگر اثبات شود که با استفاده از ایمپینجر^۲ (آلابه گیر) بازدهی جذب حداقل ۰/۹۵ بدست می آید، می توان از آنها استفاده کرد. شکل (۱) نمایی از یک ایمپینجر را نشان می دهد.



شکل ۱- نمایی از یک ایمپینجر (آلابه گیر) جهت جذب گاز در مایع

1- Drechsel
2- Impinger

۴-۱-۵ نوار گرمایشی

قابلیت تولید حداقل دمای ۲۰۰ درجه سانتیگراد را داشته باشد.

۵-۱-۵ تنظیم کننده ولتاژ

۶-۱-۵ تله

بطری جذب دریشل، مجهز به ورودی بطری جذب که فیلتر متخلخل ندارد.

۷-۱-۵ پمپ نمونه برداری

قادر به مکش گاز پسماند در طول دوره‌ی نمونه برداری با دبی حجمی بین ۰/۰۲ متر مکعب در ساعت تا ۰/۲ متر مکعب در ساعت و در فشار بین ۱۰ کیلوپاسکال تا ۳۰ کیلوپاسکال باشد.

۸-۱-۵ شیر تنظیم کننده

شیر سوزنی که قادر به تنظیم دبی گاز پسماند بین ۰/۰۲ متر مکعب در ساعت تا حدود ۰/۲ متر مکعب در ساعت باشد.

۹-۱-۵ دستگاه اندازه‌گیری گاز

اندازه‌گیر گاز مرطوب (یا اندازه‌گیر گاز خشک با لوله خشک کن در بالادست) که قادر به استفاده در دبی گاز مرطوب بین ۰/۰۲ متر مکعب در ساعت تا ۰/۲ متر مکعب در ساعت؛ با حدود خطای کمتر از ۲ درصد و مجهز به دماسنج طبق بند ۱۱-۱-۵ باشد.

حدود خطای دستگاه را هر سال دو بار به عنوان مثال با استفاده از اندازه‌گیر حباب صابون آزمایش کنید.

۱۰-۱-۵ لوله‌های اتصال

با طول و قطرهای داخلی متفاوت از جنس پلی اتیلن، لاستیک سیلیکونی و یا پلی تترا فلور اتیلن است.

۱۱-۱-۵ دماسنج

بازه اندازه‌گیری بین 5°C تا 50°C و حد خطای کمتر از $0.2^{\circ}\text{C} \pm$ است.

۱۲-۱-۵ فشارسنج (بارومتر)

قادر به اندازه‌گیری فشار اتمسفری در محل نمونه‌برداری باشد و حد خطای کمتر از $1\% \pm$ حد بالای اندازه‌گیری داشته باشد.

۵-۱-۱۳ ساعت زمان سنج (کورنومتر)

۵-۲ PH متر قرائت مستقیم

بهتر است مجهز به دماسنج بوده و دارای بازه اندازه‌گیری ۰ تا ۱۴ باشد. در حوالی pH برابر ۳٫۵ حد خطای کمتر از ۰٫۲ داشته باشد.

pH متر قرائت مستقیم را طبق اصول شرکت سازنده و با استفاده از محلول بافر^۱ مناسب کالیبره (واسنجی) کنید، pH باید در دمای داده شده معلوم باشد. پس از کالیبراسیون و قبل از استفاده، الکتروود را به طور کامل با آب بشویید.

۶ نمونه برداری

۶-۱ با توجه به بازه‌های داده شده در جدول ۱ و بر حسب غلظت جرمی مورد انتظار دی‌اکسید گوگرد، به عنوان مثال ۴۰ میلی لیتر از محلول جاذب (طبق بند ۴-۲) را در ۲ جاذب ۱۰۰ میلی لیتری (طبق بند ۳-۱) بریزید و/یا ۸۰ میلی لیتر از محلول جاذب را در ۲ جاذب ۲۵۰ میلی لیتری (طبق بند ۵-۱-۳) بریزید. جاذب‌ها و دستگاه‌های توضیح داده شده در بندهای ۵-۱-۱ تا ۵-۱-۲ و ۵-۱-۶ تا ۵-۱-۱۱ را برای رسیدن به توالی نمونه‌برداری طبق نمونه‌های ارائه شده در شکل ۳ به یکدیگر متصل کنید. از اتصالات کروی شیشه-ای^۲ در بالادست جاذب دوم استفاده کنید.

۶-۲ ورودی پروب نمونه‌برداری (طبق بند ۵-۱-۱) را وصل کنید، پمپ نمونه برداری (طبق بند ۵-۱-۷) را روشن کرده و تست نشتی را طبق قواعد معمول آزمایشگاهی انجام دهید. با دقت کامل ورودی پروب نمونه‌برداری را آزاد کرده و پمپ نمونه برداری را خاموش کنید.

۶-۳ پروب نمونه‌برداری را در سوراخ دسترسی موجود در دیوار دودکش گازهای پسماند وارد کنید و نوک پروب نمونه‌برداری را در محل(های) مخصوص اندازه‌گیری در سطح اندازه‌گیری در دودکش گازهای آلوده قرار دهید. فضای خالی بین پروب و دیواره‌ی سوراخ نمونه‌برداری در دیوار دودکش گازهای آلوده را با مواد مناسب مسدود کنید، به طوری که هوای بیرون به نقطه(های) نمونه برداری نرسد و همچنین گازهای دودکش اجازه خروج نداشته باشند.

۱- محلول بافر محلولی است که با افزودن مقدار کمی اسید یا باز قوی به این محلول، pH محلول تغییر محسوسی نمی‌کند. محلول بافر از ترکیب یک اسید ضعیف و نمک آن یا یک باز ضعیف و نمک آن ساخته می‌شود.

2- spherical ground glass joints

۴-۶ اقدامات لازم را برای جلوگیری از ورود هوای بیرون از دودکش گاز پسماند را به فضای بین لوله پروب و روکش حرارتی انجام دهید، که باعث سردشدن موضعی پروب نمونه برداری و تغییر ترکیبات نمونه نشود.

فیلتر ذرات (طبق بند ۵-۱-۲) را بین نوار گرمایش (طبق بند ۵-۱-۴) بپیچید. سیستم گرمایش را روشن کنید و تنظیم کننده ولتاژ (بند ۵-۱-۵) را برای رسیدن به دما در هر نقطه از ناحیه گرم شده تنظیم کنید، به طوری که در طول زمان نمونه برداری تشکیل میعانات گازی ممکن نباشد.

یادآوری - دمای نوار گرمایشی را می توان با استفاده از دماسنج بررسی کرد.

در انتهای زمان گرمایش (تقریباً نیم ساعت) داده های دستگاه اندازه گیری گاز (طبق بند ۵-۱-۹) و زمان را ثبت کنید، سپس پمپ نمونه برداری را راه اندازی کنید و شیر را برای رسیدن به دبی مورد نظر در بازه ۰٫۳ متر مکعب در ساعت تا ۰٫۲ متر مکعب در ساعت تنظیم کنید.

جدول ۱- مقادیر مختلف حجم گاز پسماند جهت عبور از میان مجموعه دستگاه های نمونه برداری، حجم محلول نمونه، حجم بخشی از محلول نمونه مورد استفاده در تیتراسیون و حجم محلول $Ba(ClO_4)_2$ متناسب با غلظت های مختلف دی اکسید سولفور

غلظت جرمی مورد انتظار دی اکسید گوگرد mg/m^3	ظرفیت جاذب-ها ml	حجم محلول جاذب جهت قرار دادن در هر یک از دو جاذب ml	حجم گاز پسماند جهت عبور از مجموعه دستگاه ها m^3	حجم محلول نمونه استفاده شده ml	بخشی از محلول نمونه جهت تیتر شدن ml	حجم محلول $Ba(ClO_4)_2$ مورد استفاده برای تیتراسیون ml
۱۰۰ تا ۳۰	۱۰۰	۴۰	۰٫۱۰۰	۱۰۰	۲۰	۱٫۸۷۵ تا ۶٫۲۵
۵۰۰ تا ۱۰۰	۱۰۰	۴۰	۰٫۰۶۰	۱۰۰	۲۰	۱۸٫۷۵ تا ۳٫۷۵
۱۰۰۰ تا ۵۰۰	۲۵۰	۸۰	۰٫۰۶۰	۲۵۰	۲۰	۱۵٫۰ تا ۷٫۵
۲۰۰۰ تا ۱۰۰۰	۲۵۰	۸۰	۰٫۰۳۰	۲۵۰	۲۰	۱۵٫۰ تا ۷٫۵
۵۰۰۰ تا ۲۰۰۰	۲۵۰	۸۰	۰٫۰۳۰	۲۵۰	۲۰	۳۷٫۵ تا ۱۵٫۰
۵۱۰۰ تا ۲۰۰۰	۲۵۰	۸۰	۰٫۰۳۰	۲۵۰	۱۰*	۱۸٫۷۵ تا ۷٫۵

*حجم محلول مورد استفاده جهت تیتراسیون با آب مقطر به ۲۰ میلی لیتر خواهد رسید.

۵-۶ مدت زمان نمونه برداری معمولاً ۳۰ دقیقه می باشد. اطلاعات دماسنج (طبق بند ۵-۱-۱۱) و فشارسنج (طبق بند ۵-۱-۱۲) را ثبت کنید. دبی گاز پسماند در مقدار تنظیم شده، تقریباً باید ثابت باشد.

یادآوری - دبی نمونه از روی اطلاعات حجم نمونه داده شده در جدول (۱) و همچنین مدت زمان نمونه‌برداری (مثلاً ۳۰ دقیقه) محاسبه می‌شود.

۶-۶ در انتهای زمان نمونه‌برداری، پمپ را خاموش کرده، زمان و اطلاعات دستگاه اندازه‌گیری گاز را ثبت کنید. جاذب‌ها را از سیستم جدا کرده و هر دو محلول نمونه را به بطری‌های با حجم مناسب منتقل کنید. بطری جذب را همراه با وارد کننده بطری جذب، بوسیله‌ی آب بشوئید و فیلترهای متخلخل را با فشار آب و حباب فشار شستشو دهید. آب شستشو را به ترکیب محلول نمونه، در بطری نمونه وارد کنید.

۷-۶ ترکیب محلول نمونه را با استفاده از pH متر قرائت مستقیم (طبق بند ۵-۲) و اضافه کردن مقدار لازم از محلول استاندارد حجمی هیدروکسید پتاسیم (بند ۴-۴) یا محلول استاندارد حجمی اسید پرکلریک (طبق بند ۴-۵) در مقدار ۳/۵ تنظیم کنید. ترکیب محلول نمونه‌ی حاصل را به بالن حجمی مناسب (طبق جدول ۱) منتقل کرده و با آب به حجم برسانید و سپس خوب مخلوط کنید.

یادآوری - حجم محلول‌های نمونه حاصل در مواردی که رطوبت گاز پسماند زیاد است ممکن است از حد تعریف شده در جدول (۱) تجاوز کند، در چنین مواردی یک بالن حجمی بزرگتر مورد نیاز است.

۸-۶ برای دفعات بعدی نمونه‌برداری از گازهای پسماند، مقدار مناسبی از محلول جاذب را در هر دو جاذب بریزید، جاذب را تعویض کنید و مراحل بالا را تکرار کنید. در مواقعی که جاذب‌ها از سیستم جدا هستند، مطمئن شوید که حجم زیادی از هوای محیط به فیلتر ذرات و پروب نمونه‌برداری وارد نشود.

یادآوری ۱ - تجربه نشان داده است که دمای فیلتر ذرات در بازه‌ی 150°C تا 200°C مناسب است.

یادآوری ۲ - اگر از دستگاه اندازه‌گیر گاز- مرطوب در سیستم نمونه‌برداری استفاده می‌شود، قبل از نمونه‌برداری باید حجمی از گاز پسماند تحت بررسی که دارای مقدار دی‌اکسید کربن بیشتر از مقدار لازم برای اشباع کردن مایع آب‌بندی در دستگاه اندازه‌گیر گاز-مرطوب است از سیستم نمونه‌برداری عبور داده شود. تجربه نشان می‌دهد که حجم گاز تحت بررسی در بازه‌ی ۰/۰۵ مترمکعب تا ۰/۱ مترمکعب مناسب می‌باشد. بنابراین، دمای مایع آب‌بندی دستگاه اندازه‌گیر گاز-مرطوب نباید زیاد با دمای گاز عبور کننده از سیستم متفاوت باشد.

۷ روش کار

۱-۷ آزمون بازدهی جذب

حجم مناسبی از محلول جاذب (طبق جدول ۱) را در دو جاذب همسان بریزید. دستگاه‌های ذکر شده در بند ۱-۵ را برای رسیدن به سیستم نمونه‌برداری به یکدیگر وصل کنید. از اتصالات با انتهای کروی شیشه‌ای^۱ در بالادست جاذب دوم استفاده کنید.

طبق جدول ۱ از مدت زمان نمونه‌برداری که منجر به جذب تقریباً ۰.۵ میلی‌گرم از دی‌اکسید گوگرد در هر یک میلی‌لیتر از محلول جاذب در جاذب اول شود استفاده کنید. نمونه‌برداری را طبق بند ۶ انجام دهید.

بازدهی جذب را با تقسیم حجم محلول استاندارد حجمی پرکلرات باریم (طبق بند ۴-۳) مصرف شده برای تیتراسیون محلول نمونه در جاذب اول بر مجموع حجم محلول استاندارد حجمی پرکلرات باریم (طبق بند ۴-۳) برای تیتراسیون محلول‌های نمونه در جاذب‌های اول و دوم محاسبه کنید.

بازدهی جذب حداقل باید ۰.۹۵ باشد. جاذب‌هایی که این بازدهی را نداشته باشند نباید استفاده شوند.

۲-۷ اندازه‌گیری

مقداری از ترکیب محلول نمونه‌ی بیان شده در جدول ۱ را در بالن مخروطی با حجم مناسب ریخته و ۸۰ میلی‌لیتر پروپان-۲-آل (طبق بند ۴-۱) و ۴ قطره محلول تورین (طبق بند ۴-۶) اضافه کرده و خوب مخلوط کنید. نسبت حجم ترکیب محلول نمونه‌ی تیترا شده به حجم برداشته شده (f_v) را یادداشت کنید.

محلول بدست آمده را با محلول استاندارد حجمی پرکلرات باریم (طبق بند ۴-۳) تا تغییر رنگ از نارنجی-زرد به صورتی روشن تیترا کنید، می‌توانید از بورت با شیر اسپیندل (جهت کنترل خروج تیترا کننده) و یا تیترا تور اتوماتیک استفاده کرده و حجم لازم برای تیترا کردن این محلول را یادداشت کنید. این فرآیند را تکرار کنید و اگر نقاط پایانی غیریکسان باشند، ۳ بار تکرار کرده و سپس میانگین این مقادیر (V_I) را محاسبه کنید.

یادآوری - در برخی نورها، رویت تغییر نور از نارنجی-زرد به صورتی روشن خیلی دشوار است، به عنوان مثال در نور فلورسانت و نور آفتاب، تیتراسیون باید زیر نور لامپ روز انجام گیرد و بهتر است از فتومتر^۲ (نورسنج) با شیشه فیبر نوری که قادر به اندازه‌گیری انتقال مایعات در طول موج ۵۲۰ نانومتر است و همچنین تیترا تور اتوماتیک استفاده شود.

۳-۷ تهیه محلول شاهد

محلول شاهد را با اضافه کردن ۸۰ میلی‌لیتر پروپان-۲-آل (طبق بند ۴-۱) و ۴ قطره از محلول تورین (طبق بند ۴-۶) به بخشی از محلول جاذب که متناسب با حجم مقدار انتخاب شده محلول نمونه ترکیبی تیترا شده

1- spherical ground glass joints

1- Photometer

است، تهیه کرده و طبق روش بالا اقدام کنید. مقدار شاهد (V_2) معمولاً باید زمانی که محلول جاذب تهیه می‌شود، بررسی گردد.

یادآوری - اگر غلظت جرمی دی‌اکسید گوگرد موجود در نمونه‌ی گاز پسماند تحت بررسی خیلی بیشتر از محدوده‌ی غلظت این روش باشد (به بند ۸-۲-۱ مراجعه شود) ممکن است ارزیابی مقادیر شاهد نادیده گرفته شود.

۴-۷ مداخله‌گرها

۱-۴-۷ تری‌اکسید گوگرد

تری‌اکسید گوگرد (SO_3) در محلول جاذب حاصل از تشکیل اسید سولفوریک، جذب می‌شود. با این وجود، در بیشتر گازهای پسماند تحت بررسی، مقدار تری‌اکسید گوگرد خیلی کم است و می‌توان از اثر آن در تیتراسیون چشم‌پوشی کرد. به عنوان مثال غلظت جرمی تری‌اکسید گوگرد موجود در نمونه‌ی گازی حاصل از احتراق، کوچکتر از ۰/۰۵ برابر غلظت جرمی دی‌اکسید گوگرد می‌باشد.

در مواردی که غلظت تری‌اکسید گوگرد و دی‌اکسید گوگرد باید جداگانه اندازه‌گیری شود از روش‌های دیگر به غیر از روش ارائه شده در این استاندارد استفاده کنید.

۲-۴-۷ سولفات‌های فرار

سولفات‌های فراری که در شرایط نمونه‌برداری وجود دارند، می‌توانند در محلول جاذب، یون‌های سولفات تشکیل داده و ایجاد مداخله کنند.

۳-۴-۷ آنیون‌ها

آنیون‌هایی که توسط محلول جاذب، جذب می‌شوند و با یون‌های باریم تشکیل نمک‌های حلال می‌دهند که در pH برابر ۳/۵ می‌توانند ایجاد مداخله کنند.

یادآوری - واکنش با ترکیبات گازهای کلرین و فلورین و اکسیدهای پایدار در گازهای دودکش در نظر گرفته نمی‌شود. در برخی موارد استثنایی (دمای گازهای خروجی از دودکش خیلی بالا باشد) واکنش با سولفات‌ها و نمک‌های فرار کاتیون‌های چندظرفیتی فلزی را می‌توان در نظر گرفت.

۴-۴-۷ نمک‌های فرار کاتیون‌های چندظرفیتی فلزی

نمک‌هایی که به وجود تورین واکنش نشان می‌دهند. کاتیون‌های فلزی را می‌توان با عبور دادن از صافی تبادل گر کاتیونی از ترکیب محلول نمونه حذف کرد. (به یادآوری بند ۷-۴-۳ مراجعه شود)

۸ بیان نتایج

۱-۸ روش محاسبه

غلظت جرمی دی‌اکسید گوگرد موجود در نمونه‌ی گازی پسماند با واحد میلی‌گرم در متر مکعب و در شرایط $P = 101.3$ کیلو پاسکال و $T = 273.1$ درجه کلوین از رابطه‌ی زیر محاسبه کنید:

$$c_{(SO_2)} = f_A \times f_V \times \frac{V_1 - V_2}{V_3} \times \frac{101.3 \times (273.1 + \theta_i)}{273.1 \times (p - p_{H_2O})} \quad (1)$$

که در آن:

f_A مقدار معادل دی‌اکسید گوگرد با واحد میکروگرم در هر لیتر از پرکلرات باریم استفاده شده؛

f_V نسبت حجم ترکیب محلول نمونه‌ی بعد از تیتراسیون به نسبت حجم نمونه تیترا شده؛

P فشار اتمسفری با واحد کیلوپاسکال در ارتفاع نمونه‌برداری؛

P_{H_2O} فشار جزئی بخار آب با واحد کیلوپاسکال و در دمای θ_i (اگر از اندازه‌گیر گاز خشک استفاده شود، فشار جزئی بخار آب برابر صفر خواهد بود)؛

V_1 میانگین مقادیر حجم‌های استاندارد حجمی محلول پرکلرات باریم (طبق بند ۳-۴) که برای تیتراسیون بخشی از ترکیب محلول نمونه (به جدول ۱ مراجعه شود) استفاده شده است، بر حسب میلی‌لیتر؛

V_2 میانگین مقادیر حجم‌های استاندارد حجمی محلول پرکلرات باریم (طبق بند ۳-۴) که برای تیتراسیون محلول شاهد استفاده شده است، بر حسب میلی‌لیتر؛

V_3 حجم گاز نمونه بر حسب مترمکعب؛ و

θ_i دمای حجم گاز آلاینده تحت بررسی به هنگام عبور از گازمتر در واحد درجه سلسیوس است.

۲-۸ ویژگی‌های عملکرد

۱-۲-۸ حد پایینی آشکارسازی^۱

حدپایینی آشکارسازی این روش ۰٫۷۲ میلی‌گرم بر مترمکعب می‌باشد، در شرایطی که حجم ۰٫۰۹ مترمکعب از گاز پسماند تحت بررسی با انتخاب بخش‌های جدول (۱) از سیستم عبور کند.

۲-۲-۸ انحراف معیار تحت شرایط تکرارپذیر

۱- جهت آشنایی به بند ۲-۲ مراجعه نمایید.

انحراف معیار بر اساس غلظت جرمی دی‌اکسید گوگرد موجود در نمونه‌های با حجم یکسان، برای یک زمان و یا فاصله‌ی زمانی یکسان از گاز پسماند برای بیشتر نقاط اندازه‌گیری یکسان، تحت شرایط تکرارپذیر مطابق جدول ۲ ارزیابی شده است.

جدول ۲- انحراف معیار تحت شرایط تکرارپذیر

متوسط غلظت جرمی دی‌اکسید گوگرد (mg/m^3)	تعداد (n) جفت‌های مقادیر ^۱	انحراف معیار استاندارد سری اندازه‌گیری‌های بر پایه n (mg/m^3)
۴٫۴	۱۰	۱۶
۷٫۱	۳۵	۲۲۱
۱۷	۱۰	۴۷۰
۷۴	۲۸	۲۰۰۰

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید دارای اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۹ ارجاع به این استاندارد ملی؛
- ۲-۹ شناسایی نمونه؛
- ۳-۹ شرح صنعت و فرآیند؛
- ۴-۹ شرایط عملیاتی فرآیند؛
- ۵-۹ محل اندازه‌گیری؛
- ۶-۹ نقطه اندازه‌گیری در محل اندازه‌گیری؛
- ۷-۹ تغییر در شرایط عملکرد فرآیند صنعتی در طول زمان نمونه‌برداری، برای مثال تغییرات مشعل؛

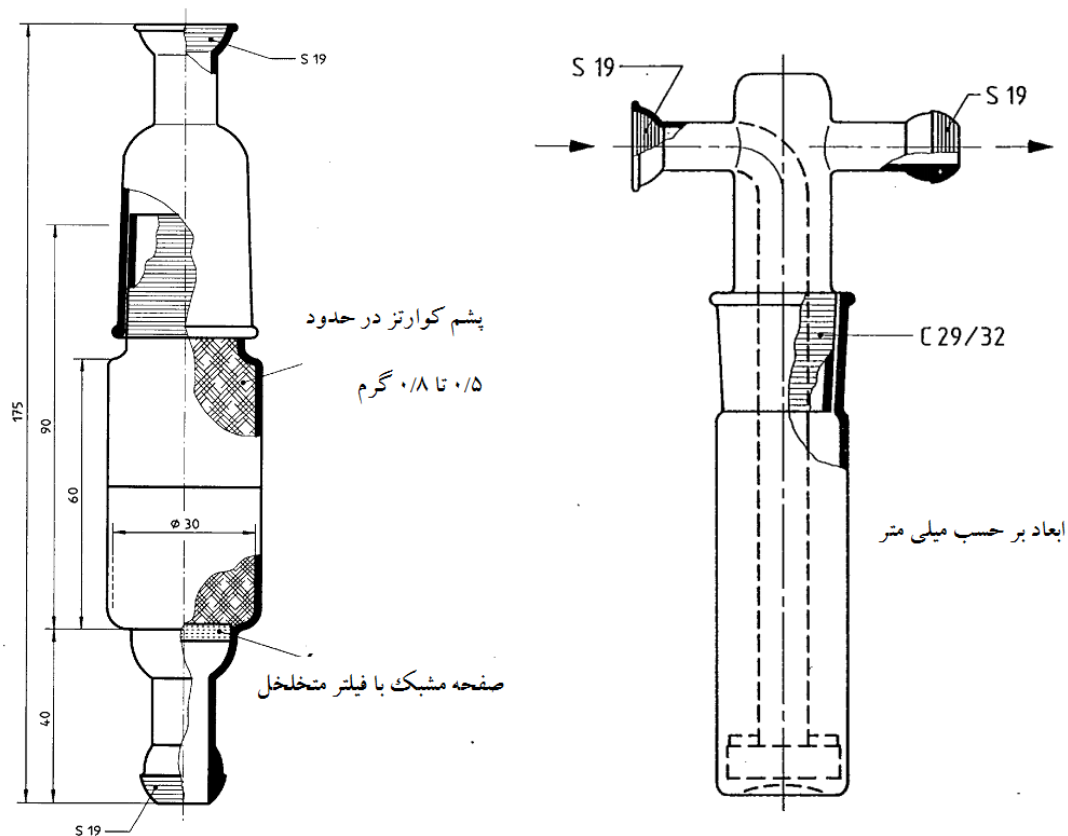
1- Number (n) of pairs of values

۸-۹ هر عملکردی که در استاندارد ملی نیامده است و اختیاری لحاظ شده است؛

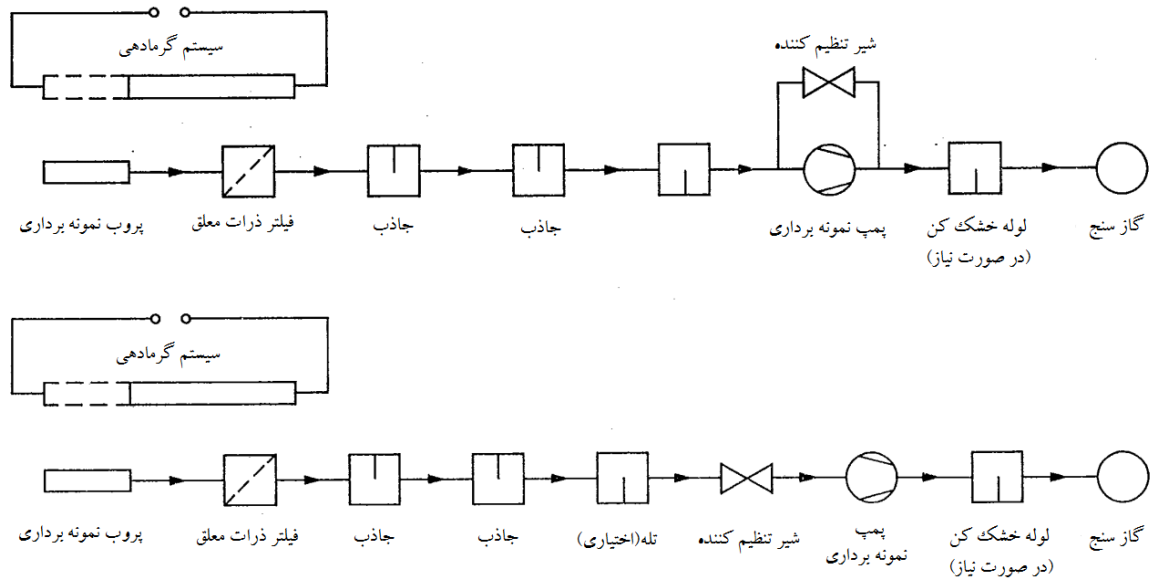
۹-۹ نتایج آزمون؛

۱۰-۹ تاریخ و زمان نمونه برداری؛

۱۱-۹ نام و نام خانوادگی آزمون کننده.



شکل ۲- نمونه ای از بطری جذب (شکل سمت راست) و فیلتر ذرات معلق (شکل سمت چپ)



شکل ۳- نمایی شماتیک از سیستم نمونه برداری برای تعیین غلظت دی اکسید گوگرد موجود در گازهای خروجی از منابع ساکن (تفاوت دو شکل در محل قرارگیری شیر تنظیم کننده است)