

INSO

19650

1st. Edition

2015



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۶۵۰

چاپ اول

۱۳۹۳

هوای پیرامون - تعیین غلظت جرمی کربن منواکسید - روش کروماتوگرافی گازی

**Ambient air - Determination of the mass
concentration of carbon monoxide - Gas
chromatographic method**

ICS:13.040.20

بهنام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و 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 میشود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها 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 درصورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل میدهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱ کمیسیون بین المللی الکترونیک (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، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها 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 یکاهای 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 Electro technical Commission

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

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«هوای پیرامون- تعیین غلظت جرمی کربن منواکسید- روش کروماتوگرافی گازی»

سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه بوعلی سینا همدان

رئیس:

هاشمی، مهدی

(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

شرکت رویان پژوهان سینا

افتخاری دافچاهی، سمیه

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

اعضاء: (اسمی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس استاندارد

بابازاده، فرشته

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه پیرایه زیست

بیگدلی، داوود

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

بیگلری، حسن

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

ردائی، احسان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه راک

خانلرزاده، خاطره

(دکتری شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

صنعتگر دلشاد، الهام

(کارشناسی ارشی شیمی فیزیک)

اداره کل استاندارد خراسان رضوی

کلالی، فخر سادات

(کارشناسی شیمی)

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه راک

عندلیبی، مریم

(کارشناسی شیمی)

شرکت فراپل جم

فرهادی، ذکریا

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

دانشگاه جامع علمی کاربردی همدان

نجفی، امیر

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۵ وسایل
۶	۶ روش انجام آزمون
۹	۷ بیان نتایج
۹	۸ تکرارپذیری و صحت
۹	۹ گزارش آزمون
۱۱	پیوست الف (الزامی) مشخصات عملکردی برای دستگاهها
۱۲	پیوست ب (الزامی) محاسبه غلظت‌ها
۱۳	پیوست پ (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد "هوای پیرامون - تعیین غلظت جرمی کربن منواکسید- روش کروماتوگرافی گازی" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت رویان پژوهان سینا تهیه و تدوین شده و در پنجاه و پنجمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۰۶ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در موقع لزوم تجدیدنظر 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.

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

ISO 8186:1989, Ambient air - Determination of the mass concentration of carbon monoxide – Gas chromatographic method

هوای پیرامون - تعیین غلظت جرمی کربن منواکسید - روش کروماتوگرافی گازی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین غلظت جرمی کربن منواکسید در هوای پیرامون حاصل از منابع مختلف به روش کروماتوگرافی گازی می‌باشد. این روش عاری از تداخلات سایر ترکیبات می‌باشد زیرا کروماتوگرافی گازی شرایط مناسبی را برای جداسازی کربن منواکسید از سایر ترکیبات موجود در نمونه هوا قبل از اینکه اندازه‌گیری آن انجام شود، مهیا می‌سازد. این روش برای اندازه‌گیری کربن منواکسید در غلظت‌های کمتر از 25 mg/m^3 کاربرد دارد. اگرچه این روش می‌تواند به صورت موفقیت‌آمیز برای غلظت‌هایی تا 1000 mg/m^3 در دمای 25°C و فشار 101.3 kPa به کار رود. اندازه‌گیری‌های کربن منواکسید در غلظت‌های کمتر از 1 mg/m^3 را می‌توان با عملکرد دقیق انجام داد. تکنیک خودکار تنها زمانی که چندین نمونه مجزا را بتوان کشید و در هر ساعت آنالیز نمود، پیوسته می‌باشد.

یادآوری - اگرچه این استاندارد برای دو گستره، 1 mg/m^3 تا 25 mg/m^3 تدوین شده است، ولی یک گستره میانی، 10 mg/m^3 تا 20 mg/m^3 در صورتی که همه غلظت‌ها در گستره مورد انتظار باشند و صحت بیشتری مدنظر باشد، می‌تواند استفاده شود و دارای ارجحیت است. این گستره میانی به خطأ در خوانش مقادیر ناچیز (کم مقدار) خروجی وابسته است.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است.
بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

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

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۲۷۲، آنالیز گاز - تهیه مخلوط‌های گاز کالیبراسیون - روش حجم‌سنجی استاتیک

2-2 ISO 6143 : 1981, Gas analysis - Determination of composition of calibration gas mixtures - Comparison methods.

۳ اصول آزمون

برای جداسازی موثر کربن منواکسید از دیگر اجزای متشكله گازی، حجم ثابتی از نمونه هوا از ستون کروماتوگرافی عبور داده می‌شود. به وسیله گاز حامل هیدروژن و با عبور از روی کاتالیزور نیکل حرارت داده شده، کربن منواکسید جداسازی شده به متان کاهش می‌یابد (استفاده از دیگر کاتالیزورها و تسریع کننده‌ها

مجاز می‌باشد). متان به دست آمده از یک آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای عبور داده می‌شود. سیگنال خروجی متناسب با مقدار کربن منواکسید موجود در نمونه می‌باشد.

۴ مواد و / یا واکنشگرها

۱-۴ گازها

به استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۲۷۲ و استاندارد ISO 6143 مراجعه شود. گازهای موردنیاز برای انجام عمل کروماتوگرافی گازی نباید حاوی ناخالصی‌هایی باشند که سیگنالی معادل یا بیش از کمینه قابل تشخیص غلظت کربن منواکسید را ایجاد کنند.

مقدار رطوبت بیشینه باید کمتر از 10 mg/m^3 باشد. مجموع هیدروکربن‌های بیان شده بر حسب متان باید کمتر از 1 mg/m^3 و کربن منواکسید باید کمتر از 0.1 mg/m^3 باشد.

هشدار- هنگام استفاده از گازهای تحت فشار، اقدامات احتیاطی پیشنهاد شده به وسیله تامین‌کننده باید در نظر گرفته شود. به دلیل خطر آتش‌گیری متان و هیدروژن تحت شرایط خاص، در هنگام جابه‌جایی متان و هیدروژن، اقدامات احتیاطی لازم را انجام دهید.

۱-۱-۴ هیدروژن، به عنوان گاز حامل در جداسازی کروماتوگرافی گازی، برای کاهش کاتالیزوری کربن منواکسید به متان و برای عملکرد آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای استفاده می‌شود.

۲-۱-۴ هوا، برای عملکرد آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای موردنیاز می‌باشد.

۳-۱-۴ نیتروژن

۴-۱-۴ هلیم، برای مشعل‌های معین، جهت بهینه کردن حساسیت و پایداری، نیتروژن یا هلیم یا مخلوطی از هر دو به گاز سوختی اضافه می‌شود.

۲-۴ مخلوط‌های گاز کالیبراسیون

۱-۲-۴ متان در هوا

یک مخلوط استاندارد گواهی شده از متان در هوا برای اندازه‌گیری بازده مبدل استفاده می‌شود. غلظت معلومی در حدود ۱٪ و نزدیک به بالاترین غلظت مخلوط استاندارد کربن منواکسید مورد استفاده برای کالیبراسیون موردنیاز است. بازده تبدیل با مقایسه مساحت پیک‌های به دست آمده از مخلوط گاز متان با غلظت معین و مخلوط گاز کربن منواکسید با غلظت معلوم حاصل می‌شود. در صورتی که تبدیل کامل کربن منواکسید انجام شده باشد، مساحت‌های پیک به همان نسبت غلظت‌های کربن منواکسید و متان می‌باشد.

۲-۲-۴ کربن منواکسید در هوا

مخلوط‌های استاندارد گواهی شده از کربن منواکسید در هوا یا نیتروژن (گواهی شده با دقت $\pm 1\%$ اجزای ترکیب‌کننده) به عنوان گازهای کالیبراسیون استفاده می‌شوند. حداقل چهار غلظت مختلف پوشش‌دهنده گستره اندازه‌گیری‌ها باید استفاده شوند (به عنوان مثال، غلظت‌های ۰٪، ۲۰٪، ۵۰٪ و ۸۰٪ از مقیاس کل).

۳-۴ مبدل و مواد کروماتوگرافی گازی

نیکل نیترات شش آبه مورد استفاده برای آماده‌سازی ستون مبدل باید دارای خلوص تجزیه‌ای باشد. پر کننده مبدل شامل خاک دیاتومه mm ۱۵/۰ تا mm ۰/۱۵ (مطابق با استاندارد ASTM با اندازه مش ۱۰۰ تا ۱۲۰) می‌باشد.

مواد ستون کروماتوگرافی گازی، دانه‌های آلومینوسیلیکاتی فلز قلیایی سنتزی mm ۰/۱۸ تا mm ۰/۲۵ (مطابق با استاندارد ASTM با اندازه مش ۸۰ تا ۶۰) می‌باشد. در صورتی که اندازه مش‌های دیگری استفاده می‌شود، هم ارزی آن‌ها باید اثبات شود.

۵ وسایل

از یک سامانه کروماتوگرافی گازی مجهر به آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای (FID)^۱ استفاده می‌شود. یک نمونه‌بردار خودکار و سامانه تزریق، مجموعه‌ای از نمونه‌های مجرزا و آنالیزها را فراهم می‌کند. گستره دستگاه‌های مورد استفاده باید با غلظت گاز مورد اندازه‌گیری، سازگار باشد.

۱-۵ ستون

یک ستون سامانه کروماتوگرافی گازی جهت جداسازی کربن منواکسید از دیگر اجزای موجود در نمونه استفاده می‌شود. بسیار مهم است که آب به طور دائم به وسیله مواد پرکننده نگهداری نشود. از این رو ستون باید بین تزریق‌های نمونه، شستشوی معکوس شود. سامانه پیشنهاد شده در این استاندارد، از ستون عریان‌ساز^۲ استفاده نمی‌کند و تحت شرایط پیشنهاد شده در این استاندارد به طور رضایت‌بخش کار می‌کند. کربن منواکسید جدا شده از یک مبدل، عبور داده می‌شود و ستون جهت آماده‌سازی برای نمونه بعدی، شستشوی معکوس می‌شود.

یادآوری ۱- برخی سامانه‌هایی که از یک ستون عریان‌ساز استفاده می‌کنند، اجزا سازنده‌ای که سریع‌تر (متان و کربن منواکسید) شستشو می‌شوند را از اجزا سازنده‌ای که آهسته‌تر (کربن دی‌اکسید، آب و هیدروکربن‌ها) شستشو می‌شوند، جدا می‌کند. پس از شویش متان و کربن منواکسید با تعویض جریان، ستون عریان‌ساز شستشوی معکوس شده و اجزایی که آهسته‌تر شویش می‌شوند، حذف می‌گردند.

یادآوری ۲- جهت حصول جداسازی موردنیاز، استفاده از مواد پرکننده و ابعاد ستون مختلف، مجاز می‌باشد (ستون‌ها به صورت تجاری نیز موجود می‌باشند).

یک لوله فولادی با قطر خارجی mm ۳/۲ (لوله مسی پیشنهاد نمی‌شود) با mm ۰/۱۸ تا mm ۰/۲۵ غربال مولکولی ۵A (مطابق با استاندارد ASTM با اندازه مش ۶۰ تا ۸۰) پر می‌شود و عملکرد آن در دمای بالای ۴۵°C پیشنهاد می‌شود (روداری دماهای ایزوترمال پیشنهاد شده در تمام این استاندارد به غیر از موارد مشخص شده، $\pm 5^{\circ}\text{C}$ می‌باشد). طول ستون باید با جریان گاز حامل به کار رفته در کروماتوگرافی گازی مورد

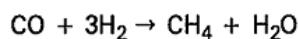
1- Flame Ionization Detector

2- Stripper column

استفاده تعیین شود. برای مثال، جریان گاز حامل 20 cm/min به یک ستون با طول 2 m و عملکرد در دمای 45°C جهت حصول جداسازی مناسب نیاز دارد.

۲-۵ مبدل

کربن منواکسید به وسیله واکنش با هیدروژن در حضور کاتالیزور نیکل حرارت داده شده به متان تبدیل می‌شود. این کاهش مطابق با واکنش زیر انجام می‌شود.



یادآوری - تسریع کننده‌های اضافه شده از قبیل توریوم اکسید یا روتینیوم به منظور طولانی کردن عمر کاتالیزور نیکل به ویژه زمانی که دماهای مبدل بالا استفاده می‌شود و هنگامی که کربن دی‌اکسید به متان تبدیل می‌شود، استفاده می‌گردد. آزمون با روش‌های پیشنهاد شده در این استاندارد، نشان می‌دهد که بازده تبدیل کربن منواکسید به متان و طول عمر کاتالیزور نیکل، مشکل نمی‌باشد، زیرا مقادیر کمی از کربن منواکسید در حضور هیدروژن خالص و در دماهای نسبتاً پایین، یعنی 260°C به متان تبدیل می‌شود.

۳-۵ مجموعه آون - مبدل

امکان طراحی‌های مختلفی برای قسمت گرمکن وجود دارد یا می‌تواند ساخته شوند. چیدمان مناسبی از یک محفظه آلومینیومی مطابق با شکل ۱ ساخته می‌شود. یک گرمکن 100 W ای با پوشش فولاد ضد زنگ و کنترل شده به وسیله رئوستا، گرمای کافی و پایداری را برای سامانه فراهم می‌کند. لوله مبدل و مجموعه محفظه در مواد عایق مناسبی پیچانده می‌شوند. یک دماسنچ در محفظه آون قرار گرفته و دمابه طور دستی توسط رئوستا تنظیم می‌شود. دمای 260°C به طور موفقیت‌آمیزی شرایط تبدیل کربن منواکسید به متان را فراهم کرده و از به وجود آمدن مسائلی مانند دنبال‌دار شدن پیک^۱ و تداخل ناشی از اکسیژن، جلوگیری می‌نماید.

۴-۵ سامانه نمونه‌برداری

یک شیر تزریق نمونه، مجهز به حلقه نمونه‌برداری و دارای ظرفیت موردنظر جهت ورود نمونه به سامانه کروماتوگرافی گازی استفاده می‌شود. یک پمپ کوچک با قابلیت مکش تقریبی $100 \text{ cm}^3/\text{min}$ هوا از طریق حلقه، جهت جمع‌آوری نمونه استفاده می‌شود.

یادآوری - حلقه نمونه‌برداری شیر تزریق می‌تواند از لوله فولاد ضد زنگ با قطر خارجی $3/2 \text{ mm}$ ، جهت حصول ظرفیت تقریبی 4 cm^3 ساخته شود.

با نگه‌داری حلقه در یک دمای ثابت کمی بالاتر از دمای نمونه، از چگالش در حلقه نمونه‌برداری اجتناب کنید.

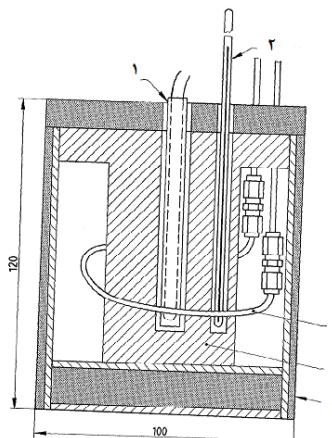
از یک چیدمان مناسب شیر نمونه‌برداری همان‌گونه که در شکل ۲ نشان داده شده است، به منظور اجرای مراحل زیر استفاده کنید.

الف- وضعیت کنارگذر^۱، جریان گاز حامل به وسیله شیرهای سوزنی به دو جریان مساوی تقسیم می‌شود. یک بخش از جریان گاز حامل از شیر^۴ و مبدل به سمت آشکارساز جریان می‌یابد و قسمت دیگر از شیرهای^{۱، ۲ و ۳} عبور کرده و باعث شستشوی معکوس ستون شده، سپس از شیر^۴ به سمت آشکارساز جریان می‌یابد. در طی این حالت، پمپ نمونه‌برداری به منظور شستشو و پر کردن حلقه نمونه، روشی می‌باشد.

ب- وضعیت تزریق، در این حالت جریان گاز حامل که از قبل از مبدل عبور داده شده است به صورت مستقیم به وسیله شیر^۴ به سمت آشکارساز منتقل می‌شود. جریان دیگر گاز حامل از طریق حلقه نمونه‌برداری با تغییر وضعیت شیر^۱ و سپس عبور مستقیم از ستون با تغییر وضعیت شیرهای^{۲ و ۳} منتقل می‌شود. سپس شیر^۴، اجازه می‌دهد جریان گاز حامل از مبدل به آشکارساز جریان می‌یابد. بلاfaciale پس از آن که متان تبدیل شده از آشکارساز عبور کند، سامانه به حالت کنارگذر برگردانده می‌شود. سپس اجازه دهید شستشوی معکوس ستون و پر شدن مجدد حلقه نمونه‌برداری انجام شود.

از زمان سنجها و راهاندازهای شیر جهت کنترل توالی عملیات استفاده کنید و اجازه دهید مجموعه‌ای از نمونه‌های مجزا آنالیز شود. هر وسیله ثبت‌کننده را می‌توان فقط جهت عملکرد در طی شویش کربن منواکسید تبدیل شده زمان‌بندی کرد. زمان موردنیاز برای یک چرخه به شستشوی معکوس موردنیاز جهت تمیز کردن ستون قبل از تزریق نمونه بعدی بستگی دارد. با سامانه مذکور انجام فرایند تا ۱۰ نمونه در ساعت امکان‌پذیر می‌باشد.

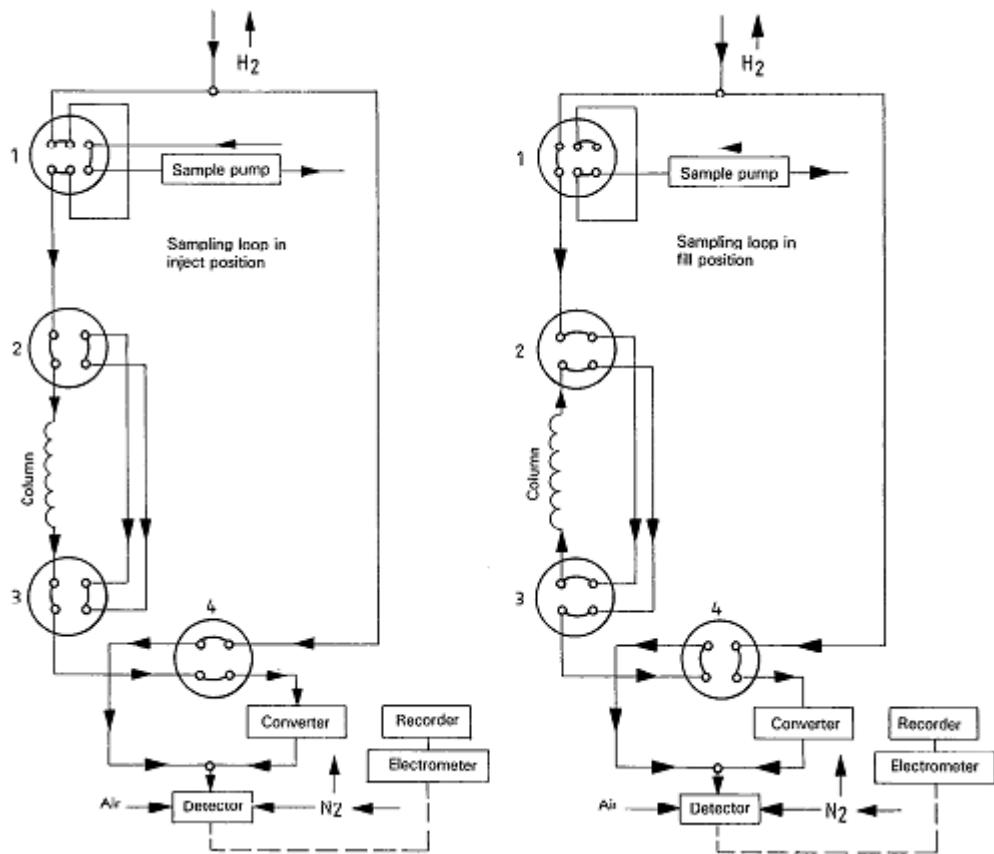
یادآوری ۲- آلدگی ستون کروماتوگرافی گازی با بخارآب، زمان بازداری کربن منواکسید را تغییر داده و ممکن است به تنظیم توالی زمان‌بندی نیاز داشته باشد. مسیر بین مبدل و آشکارساز باید تا حد امکان کوتاه باشد و جهت جلوگیری از چگالش آب در دمای بالای ۱۰۰°C نگهداری شود.



راهنما:

۱ گرمکن ۲ دماسنج ۳ لوله مبدل ۴ محفظه آلومینیومی ۵ عایق

شکل ۱- چیدمان برای مبدل



حالت تزریق

مدل کنارگذر

شکل ۲- چیدمان برای جریان یافتن گاز

۶ روش انجام آزمون

ویژگی‌های زیر در اندازه‌گیری کربن منواکسید باید مدنظر قرار گیرد:

- الف- گستره پوشش دهنده غلظت‌های موردنظر؛
- ب- بیشتر بودن سیگنال خروجی و کمینه غلظت قابل آشکارسازی از سیگنال نوفه^۱؛
- پ- تعداد نمونه‌های مجرای گرفته شده در در واحد زمان؛
- ت- رانش^۲ نقطه صفر و محدوده آزمون؛
- ث- تکرارپذیری اندازه‌گیری‌ها؛
- ج- بازده مبدل؛
- ج- گستره دمایی که در آن نمونه‌گیری انجام شده است.

1- Noise
2- Drift

چنین ملاحظاتی، انتخاب پارامترهای عملکردی که بهترین تخمین از غلظت‌های کربن منواکسید تحت مطالعه را ارائه دهد، فراهم می‌کند.

۱-۶ آماده‌سازی کاتالیزور

کاتالیزور را به وسیله روش زیر یا با روشی که فرآورده معادل با آن را نتیجه دهد، آماده کنید. مقداری از نیکل نیترات شش آبه ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) را به ۲۵ ml آب مقطور در دمای اتاق $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ اضافه کنید. نیکل نیترات‌های حل نشده را صاف کنید و ۱۰ g از خاک دیاتومه با مش ۰,۱۲۵ mm تا ۰,۱۵ mm (مطابق با مش ASTM ۱۰۰ تا ۱۲۰) را در محلول نیکل نیترات اشباع شده بخیسانید. سپس تحت خلا صاف کنید و باقیمانده را به مدت یک شبانه‌روز در دمای 110°C حرارت دهید. در نهایت تحت جریان هوا به مدت ۵ ساعت در دمای 500°C حرارت دهید.

۲-۶ آماده‌سازی لوله مبدل

لوله مبدل را با پر کردن لوله فولاد ضد زنگ با خاک دیاتومه واکنش داده با نیکل نیترات (بند ۱-۶) آماده کنید.

یادآوری ۱- لوله مناسب دارای طول ۱۲۰ mm با قطر داخلی ۱,۶ mm و قطر خارجی $3/2$ mm می‌باشد. لوله مبدل را اطراف یک گرمکن یا آون کنترل شده دما با قابلیت نگهداری دمای ثابت 260°C قرار دهید (به بند ۳-۵ مراجعه کنید).

یادآوری ۲- لوله‌های مبدل کامل به صورت تجاری در دسترس می‌باشد.

۳-۶ تثبیت مبدل

نمونه‌بردار، مبدل و سامانه کروماتوگراف گازی را مطابق با شکل ۲ نصب کنید. سامانه را به نحوی تنظیم کنید که به صورت پیوسته در حالت کنارگذر عمل کند. تعویض جریان به طور خودکار در طول این عملیات به وضعیت غیرفعال برگردانده می‌شود. ثبات هم ممکن است در طول این شرایط خاموش باشد. کروماتوگراف گازی را روشن کرده و مطابق با دستورالعمل سازنده تنظیم کنید. دمای راکتور مبدل را تا 350°C تنظیم کنید و جهت کاهش نیکل اکسید باقی‌مانده به حالت فلزی، سامانه را به مدت ۱۰ ساعت راهاندازی کنید.

۴-۶ ایجاد خط مبنا و زمان بازداری

نمونه‌بردار، مبدل و سامانه کروماتوگراف گازی را مطابق با شکل ۲ نصب کنید. سامانه را به نحوی تنظیم کنید که به صورت پیوسته در حالت کنارگذر عمل کند. تعویض جریان به طور خودکار در طول این عملیات به وضعیت غیرفعال برگردانده می‌شود. کروماتوگراف گازی را روشن کنید و مطابق با دستورالعمل سازنده تنظیم کنید. سامانه مبدل را روشن کرده و دما را تا 260°C تنظیم کنید. سامانه را به مدت کافی جهت حصول خط مبنای ثابت راهاندازی کنید.

پمپ نمونه‌برداری را روشن کنید و مخلوط گاز کالیبراسیون (که در گستره مورد استفاده می‌باشد) را به ورودی قسمت نمونه‌بردار متصل کنید.

به صورت دستی سامانه را از حالت کنارگذر به حالت تزریق، تغییر وضعیت دهید (شکل ۲ را ببینید). زمان سپری شده از تزریق نمونه تا کامل شدن فرایند برای مقادیر بسیار کم کربن منواکسید را یادداشت کنید. سامانه تعویض مسیر به طور خودکار را مجدد فعال نموده و سامانه نمونه‌گیری را به حالت تزریق برای مدت ثبت شده در قسمت قبلی تنظیم کنید (شکل ۲ را ببینید). بهتر است زمان حالت کنارگذر طولانی‌تر از حالت تزریق باشد تا شستشوی معکوس موثری در ستون حاصل گردد.

۶-۵ آماده‌سازی منحنی کالیبراسیون

منحنی کالیبراسیون را مطابق با روش زیر آماده کنید:
گستره mg/m^3 ۰ تا mg/m^3 ۱ یا mg/m^3 ۲۵ از کربن منواکسید را انتخاب کنید و خط مبنای گاز حامل را به شرح زیر ایجاد کنید:

قسمت ورود نمونه را به ورودی مخزن هوا متصل کنید. از یک مدت زمان کافی جهت گرم شدن استفاده کنید و اجزاء دهید خط مبنای ثابتی حاصل شود. مخلوط گاز کالیبراسیون که نزدیک به بالاترین گستره مورد استفاده می‌باشد را به ورودی بخش نمونه‌برداری متصل کنید. این عمل و مراحل قبلی را تا زمانی که تنظیمات بیشتری موردنیاز نباشد، تکرار کنید.

جهت تعیین منحنی کالیبراسیون از حداقل چهار مخلوط گاز کالیبراسیون (بند ۴-۲)، شامل هوای صفر، که گستره اندازه‌گیری را پوشش می‌دهد، استفاده کنید. هر ظرف گاز کالیبراسیون را به ترتیب به ورودی حلقه نمونه متصل کنید. اجزاء دهید جریان گاز آنقدر ادامه یابد تا مطمئن شوید نمونه قبلی به طور کامل خارج و حلقه نمونه‌گیری به طور کامل با گاز موردنظر پر شده است. اجزاء دهید گاز به فشار محیط رسیده و سپس تزریق شود. سامانه آنالیزور را به نحوی فعال کنید که کربن منواکسید نمونه در حلقه از ستون کروماتوگرافی گازی و مبدل به سمت آشکارساز عبور کند. حداقل سه نمونه از هر مخلوط گاز کالیبراسیون را به منظور اطمینان از تکرارپذیری و اعتبار، آنالیز کنید.

یادآوری- مساحت پیک به دست آمده از مخلوط گاز کالیبراسیون جهت آماده‌سازی منحنی کالیبراسیون که به طور معمول خطی می‌باشد، استفاده می‌شود. اندازه‌گیری‌های ارتفاع پیک را می‌توان به طور معمول برای تجزیه‌های روزمره بدون کاهش صحت استفاده نمود (به پیوست ب مراجعه کنید).

۶-۶ بازده مبدل

از متان در هوا (بند ۴-۲-۱) جهت اندازه‌گیری بازده مبدل استفاده کنید. غلظت متان باید در انتهای بالایی گستره کربن منواکسید اندازه‌گیری‌ها باشد.

مخلوط متان را نمونه‌برداری کنید و پیک حاصل را با مساحت پیک مخلوط گاز کالیبراسیون کربن منواکسید با غلظت مشابه مقایسه کنید. نسبت مساحت‌های پیک اندازه‌گیری شده باید مشابه با نسبت غلظت متان و کربن منواکسید باشد. این نسبت، اندازه بازده مبدل را می‌دهد و باید بزرگتر از ۹۵٪ باشد. اگر بازده مبدل ثابت است و به صورت دقیق مشخص می‌باشد، مقادیر کمتر از ۹۵٪ قابل قبول بوده و برای استفاده در محاسبات مجاز می‌باشد. جهت افزایش بازده، استفاده از تنظیمات کوچکی در دمای مبدل مجاز است. اگر این تنظیمات بی‌اثر باشند، جهت افزایش بازده، تعویض کاتالیزور (به بند ۴-۵ مراجعه کنید) مورد نیاز

می باشد. از آنجایی که پیک متان در زمان های متفاوتی از پیک متان حاصل از تبدیل کربن منواکسید، ظاهر می شود، سامانه تغییر وضعیت باید بر این اساس در طی آزمون بازده مبدل تغییر کند.

۷-۶ اندازه گیری

به طور پیوسته نمونه گازی را از طریق حلقه یا حالت کنار گذر با پمپ نمونه برداری بکشید. سرعت جریان نمونه (به طور تقریبی $100 \text{ cm}^3/\text{min}$) جهت پاکسازی و پر کردن حلقه نمونه کافی می باشد. در زمان مناسب در برنامه نمونه برداری، محتويات حلقه به صورت خودکار به سامانه کروماتوگرافی گازی تزریق شده و مقدار کربن منواکسید آنالیز می شود.

۷ بیان نتایج

غلظت کربن منواکسید را از مقایسه مساحت پیک به دست آمده از مخلوط های کالیبراسیون و نمونه تعیین کنید.

یادآوری - غلظت های کربن منواکسید به دست آمده بر حسب واحد mg/m^3 ممکن است به قسمت در میلیون حجمی به شرح زیر تبدیل گردد.
در دمای 25°C و فشار 101.3 kPa :

$$1 \text{ ppm(V/V)} \cong 1.14 \text{ mg/m}^3$$

$$1 \text{ ppm(V/V)} \cong 1/14 \times \frac{273/1+t}{298/1} \text{ mg/m}^3$$

در سایر دماها و فشار 101.3 kPa :
که در آن:
 t دما بر حسب درجه سلسیوس می باشد.

۸ تکرار پذیری و صحت

۸-۱ تکرار پذیری

تکرار پذیری 1 mg/m^3 در 0.05 mg/m^3 کربن منواکسید قابل دستیابی بوده و تابعی از سرعت های جریان هیدروژن، نیتروژن و هوای مورد استفاده می باشد.

۸-۲ صحت

صحت این روش، بهتر از $\pm 5\%$ مقیاس کل برآورد شده است. یعنی 0.05 mg/m^3 در گستره $0 \text{ to } 1 \text{ mg/m}^3$ کربن منواکسید و 0.25 mg/m^3 در گستره $0 \text{ to } 25 \text{ mg/m}^3$ کربن منواکسید.

یادآوری - صحت مقدار کربن منواکسید اندازه گیری شده به مجموع صحت دستگاهی و صحت غلظت های مشخص کربن منواکسید تعیین شده در مخلوط های گاز کالیبراسیون وابسته می باشد.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد:

۹-۱ ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

۲-۹ شناسایی کامل نمونه هوا؛

۳-۹ بیان نتایج؛

۴-۹ هرگونه انحراف غیرعادی مشاهده شده در طی اندازه‌گیری.

پیوست الف
(الزامی)
مشخصات عملکردی برای دستگاه‌ها

مقادیر ارائه شده زیر مشخصات عملکردی نوعی می‌باشد و جهت استفاده در هر دستگاه خاص بیان نمی‌شود.

گستره اندازه‌گیری	mg/m ³
کمترین حد تشخیص	۰,۱۰۵ mg/m ³
تکرار پذیری	٪۵ مقیاس کل
دوره عملکرد خودکار	در حدود ۳ روز

پیوست ب
(الزامی)
محاسبه غلظت‌ها

به دلیل آنکه ارتباط بین غلظت و مساحت پیک در گستره‌های خیلی کوچک (mg/m^3) تا ($1 mg/m^3$) خطی می‌باشد، غلظت‌ها به طور معمول از مساحت پیک‌ها محاسبه می‌شوند. با این حال، غلظت را می‌توان بدون کاهش صحت از ارتفاع پیک به دست آورد، مشروط بر آنکه پیک‌ها شارپ و بدون دنباله باشند. از آنجایی که اندازه‌گیری ارتفاع پیک نسبت به مساحت پیک ساده‌تر می‌باشد، پیشنهاد می‌شود برای کنترل‌های روزمره به استاندارد ISO 6143 مراجعه کنید.

پیوست پ

(اطلاعاتی)

کتابنامہ

- [1] COLKET, M.B., NAEGELI, D.W., DRYER, F.L. and GLASSMAN, I., Flame ionization detection of carbon oxides and hydrocarbon oxygenates, Environ. Sci. Technol. 8 (19741, pp. 43-46.
- [2] PORTER, K., and VOLMAN, D.H., Flame ionization detection of carbon monoxide for gas chromatographic analysis, Anal. Chem. 34 (19621, pp. 746-749.
- [3] DUBOIS, L., ZDROJEWSKI, A. and MONKMAN, J.L., The analysis of carbon monoxide in urban air at the ppm level, and the normal carbon monoxide value, J. Air Poll. Control Assoc. 16 (1966), pp. 135-139.
- [4] GRAY, J.M. and LUSIS, M., The automated gas chromatographic measurement of ambient carbon monoxide concentration, Report ARQA-32-76, Environment Canada, Atmospheric Environment Service. 151
- [5] AJEMIAN, R.S. and WHITMAN, N.E., Monitoring carbon monoxide in ambient air, J, Air Poll. Control Assoc. 20 (19701, pp. 310-311.
- [6] HILBORN, J.C., FINDLAY, W.J. and QUICKERT, N.A., The accuracy of compressed gas mixtures, The Science of the TotalEnvironment 4 (19751, pp. 125-133.
- [7] CSA Standard Z223-M21, Method for the measurement of carbon monoxide.
- [8] ISO 4226 : 1960, Air quality - General aspects - Units of measurement.
- [9] ISO 7504 : 1964, Gas analysis - Vocabulary.