



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران



استاندارد ملی ایران

۲۰۸۹۱

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

20891

1st.Edition

2015

Iranian National Standardization Organization

کیفیت هوا- تعیین غلظت جرمی گوگردی
دی اکسید در هوای محیط - روش
اسپکتروفتومتری تورین

Airquality-Determination of mass
concentration of sulphur dioxide in
ambient air-Thorin spectrophotometric
method

ICS:13.040.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشتہ 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 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، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسائل 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) وسائل 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

«کیفیت هوای تعیین غلظت جرمی گوگردی دی اکسید در هوای محیط - روش اسپکتروفتومتری تورین»

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه خلیج فارس

رئیس:

صنعتی، محمد علی

(دکترای محیط‌زیست)

دبیر:

کارشناس اداره کل استاندارد استان

بوشهر

سمیه، مهاجر

(کارشناسی شیمی آلی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس اداره کل استاندارد استان

بوشهر

برکت، محمد

(کارشناسی ارشدشیمی آلی)

کارشناس مسؤول اداره کل حفاظت

محیط زیست استان بوشهر

بنه گزی، بیتا

(کارشناسی شیمی)

کارشناس آزمایشگاه معیار سنجش

لیان

پارسايی، زهره

(کارشناسی ارشدشیمی معدنی)

معاون آموزش پژوهش نظام مهندسی

کشاورزی

جمال پور، مرضیه

(کارشناسی ارشدمحیط زیست)

کارشناس اداره کل محیط زیست

استان بوشهر

حسنی، یوسف

(کارشناسی محیط زیست)

کارشناس اداره کل هواشناسی استان

بوشهر

سالاری، هادی

(کارشناسی فیزیک)

سروری، فریده
(کارشناس ارشد میکروبیولوژی)

کارشناس اداره کل استان تهران

عدل نسب، لاله
(دکتری شیمی تجزیه)

کارشناس اداره استاندارد بوشهر

کشتکار، میثم
(کارشناس ارشد شیمی آلی)

کارشناس سازمان صنعت، معدن و
تجارت استان بوشهر

یرشی، عباس
(کارشناسی مدیریت)

فهرست مندرجات

صفحة	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۹	پیش‌گفتار
۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	مراجع الزامی
۲	اصول آزمون
۲	مواد و / یا واکنشگرها
۳	وسایل
۵	نمونه‌برداری
۶	روش انجام آزمون
۸	بیان نتایج
۹	گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد " کیفیت هوا- تعیین غلظت جرمی گوگرد دی‌اکسید در هوا محیط - روش اسپکتروفوتومتری تورین " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در پنجاه و پنجمین اجلاس کمیته ملی محیط زیست مورخ ۹۳/۱۲/۰۶ 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 می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های 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 تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین ، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ISO 4221:1980, Air quality –Determination of mass concentration of sulphur dioxide in ambient air - Thorin spectrophotometric method

کیفیت هوا- تعیین غلظت جرمی گوگرد دی اکسید در هوای محیط - روش اسپکتروفتوometri تورین

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه‌گیری غلظت جرمی گوگرد دی اکسید در هوای محیط با استفاده از اسپکتروفتوومتری تورین^۱ است.

این استاندارد برای اندازه‌گیری غلظت جرمی گوگرد دی اکسید در هوای محیط در محدوده غلظتی $3.5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ تا $150 \mu\text{g}/\text{m}^3$ در نمونه‌ی هوا با حجم 2 m^3 و نمونه محلول با حجم 50 ml کاربرد دارد. برای غلظت‌های بیشتر ممکن است قبل از اندازه‌گیری رقیق سازی نمونه، ضروری باشد.

در صورت حضور غلظت‌های بالایی از آمونیاک و هیدروژن سولفید در نمونه، ممکن است مزاحمت ناشی از این مواد ایجاد شود. در مرحله نمونه‌برداری، به وسیله فیلتر کردن هوا، از مزاحمت‌های ناشی از مواد ذره‌ای اجتناب شود (به بند ۷ مراجعه شود).

یادآوری- در صورتی که نمونه هوا جمع آوری شده در طی دوره مشخص از طریق تقسیم زمان نمونه‌برداری کلی به فواصل زمانی یکسان کاهش یابد و نمونه برداری به روی انجام شود که فواصل زمانی جذب به فواصلی ادامه یابد که تابع فواصل زمانی خاموش شدن پمپ نمونه برداری شود، در این صورت ممکن است رقیق سازی ضروری نداشته 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 می‌شود .

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 مدرکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است ، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است .

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۱-۲ استاندارد ملی ایران به شماره^۲ ۱۸۰۰۷ : سال ۱۳۹۲، کیفیت هوا – اندازه‌گیری ترکیبات گازی گوگرد هوای محیط – تجهیزات نمونه‌برداری

۱- تورین هم چنین به عنوان تورن یا تورنل که نمک سدیم^۴-[۲-آرسونوفنیل]آزو^۳-هیدروکسی ۷-۲-نفتالن- دی‌سولفونیک اسید می‌باشد، شناخته شده است.

۲- در این استاندار ملی یک روش اسپکتروفتوومتری اختصاصی براساس تترا کلرومکورات/پارازایلن برای اندازه‌گیری غلظت جرمی گوگرد دی اکسید در هوای محیط تهیه شده و باید در موقعی که حساسیت بیشتر نیاز است، مورد استفاده قرار گیرد.

۳ اصول آزمون

گوگرد دی اکسید موجود در هوای نمونه برداری شده در یک دوره زمانی مشخص از طریق پمپاژ نمونه به درون محلول اسیدی هیدروژن پروکسید با pH معین، جذب و اکسید شده و در نتیجه سولفوریک اسید تشکیل می‌شود. یون‌های سولفات تشکیل شده از طریق واکنش با مقادیر اضافی باریم پرکلرات به صورت باریم سولفات رسوب می‌کنند. یون‌های باریم باقی‌مانده از طریق تشکیل کمپلکس با تورین و اندازه‌گیری کمپلکس رنگی به روش اسپکتروفوتومتری در طول موج ۵۲۰ nm تعیین می‌شوند.

یادآوری - اختلاف بین مقدار اولیه و نهایی یون‌های باریم معادل با غلظت یون‌های سولفات در محلول جاذب بوده و بنابراین معادل با مقدار گوگرد دی اکسید، اکسید شده، می‌باشد. جذب به‌طور معکوس با غلظت یون‌های سولفات موجود در محلول جذب تغییر می‌کند.

۴ مواد و / یا واکنشگرها

در حین تجزیه باید از واکنشگرها با خلوص تجزیه‌ای مشخص و فقط آب دوبار تقطیر یا یون‌زدایی شده استفاده شود.

خطر - محلول پرکلریک اسید، محلول باریم پرکلرات، دی اکسان و تورین خطرناک هستند. هنگام استفاده از آنها دقت شود.

۱-۴ هیدروژن پروکسید، محلول٪ ۲۷ (جرمی/جرمی) تا٪ ۳۰ (جرمی/جرمی).

۲-۴ محلول جاذب

۱۰ ml محلول هیدروژن پروکسید را با ۱۰۰۰ ml آب رقیق کنید و سپس با استفاده از یک pH متر، pH را بین ۴ و ۴/۵ تنظیم کنید.

محلول به دست آمده به شرط نگهداری در یخچال تا یک ماه قابل استفاده است.

۳-۴ پرکلریک اسید (محلول با غلظت 1 mol/l)

۴/۳ ml از محلول٪ ۷۲ (جرمی/جرمی) پرکلریک اسید (HClO_4) در آب را به یک بالن حجمی ۵۰۰ ml افروزد، تا خط نشانه با آب به حجم رسانده و مخلوط کنید.

۴-۴ پرکلریک اسید (محلول با غلظت تقریباً 0.01 mol/l)

این محلول را از محلول 1 mol/l (بند ۳-۴) تهیه کنید.

۵-۴ محلول باریم پرکلرات

۰.۵۲۵g باریم پرکلرات بدون آب $[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2]$ را در مقدار کمی از محلول پرکلریک اسید (بند ۳-۴) در یک بالن حجمی ۲۵۰ ml حل کنید. سپس با همان محلول پرکلریک اسید تا خط نشانه به حجم رسانده و مخلوط کنید.

۶-۴ محلول باریم پر کلرات /دی اکسان

۱۰ ml از محلول باریم پر کلرات (بند ۵-۴) را به ۴۰ ml آب در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ ml اضافه کرده، و با دی اکسان تا خط نشانه به حجم رسانده و مخلوط کنید.

یادآوری ۱- از انواع مختلفی از حلال‌های آلی مانند دی اکسان، ایزوپروپانول و استون ممکن است استفاده شود. با این وجود، بهترین منحنی کالیبراسیون با دی اکسان به دست می‌آید.

یادآوری ۲- حلال آلی بر اساس به حداقل رساندن حلالیت باریم سولفات انتخاب می‌شود، اما از آن جایی که این امر در ناحیه پایینی از محدوده غلاظتی قابل توجه است، یک مقدار ثابت و کم از یون سولفات به محلول شاهد، محلول استاندارد مقایسه کننده و کسری از نمونه مورد آزمون، اضافه می‌شود.

۷-۴ محلول تورین با غلظت ۲,۵g/l

۱۲۵g تورین را در ۲۰ ml از محلول استاندارد سولفات (بند ۴-۸-۲) و مقدار کمی آب در یک بالن حجمی ml حل کنید و با آب تا خط نشانه به حجم رسانده و مخلوط کنید. این محلول را به صورت روزانه تهیه کنید.

۸-۴ محلول استاندارد سولفات

۱-۸-۴ سولفات، محلول استاندارد سولفوریک اسید ۰,۵ mol/l

این محلول را از طریق تیتراسیون با محلول استاندارد سدیم هیدروکسید با دقت استاندارد کنید. محلول استاندارد سدیم هیدروکسید را باید از قبل با محلول پتاسیم هیدروژن فتالات ($KHC_8H_4O_4$) استاندارد کنید. ۱ ml از این محلول استاندارد معادل با ۳۲ mg گوگرد دی اکسید است.

۲-۸-۴ سولفات، محلول استاندارد گوگرد دی اکسید ۰,۰۰۱۲۵ mol/l

این محلول را با رقیق‌سازی محلول استاندارد سولفات (بند ۴-۸-۱) به صورت زیر تهیه کنید:

الف) ۲۵ ml از محلول استاندارد سولفات را بهوسیله پیپت به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ ml انتقال داده، با آب تا خط نشانه به حجم رسانده و مخلوط کنید.

۱ ml از این محلول استاندارد معادل حدود $800 \mu g$ گوگرد دی اکسید است.

ب) ۱۰ ml از محلول استاندارد سولفات حاصل از بند الف را بهوسیله پیپت به یک بالن حجمی ۱۰۰ ml انتقال داده، با آب تا خط نشانه به حجم رسانده و مخلوط کنید.

۱ ml از این محلول استاندارد معادل حدود $80 \mu g$ گوگرد دی اکسید است.

۵ وسائل

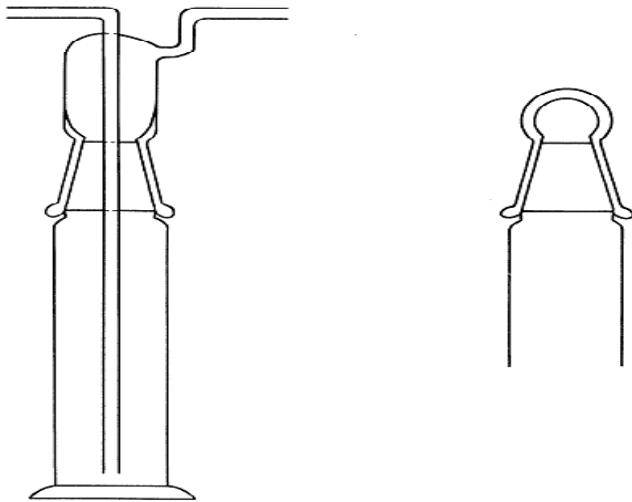
از وسائل معمول آزمایشگاهی به همراه وسائل زیر استفاده کنید:

۱-تجهیزات نمونه برداری، مطابق استانداردملى به شماره ۱۸۰۰۷

۱-۱-۵ بطری‌های جذب

بطری‌هایی از جنس شیشه‌ی بوروسیلیکات از نوع درکسل^۱ مجهر به اتصالات شیشه‌ای سنباده‌ای قابل تعویض (به شکل ۱ مراجعه کنید) باید استفاده شود. بطری که دارای مخروطی از اتصالات شیشه‌ای سنباده‌ای روی بطری باشد بهتر است، چون هنگامی که سر دستگاه نمونه‌برداری^۲ برداشته می‌شود، خطر چکیدن مواد رسوب کرده درون محلول جذب کمتر است.

گنجایش بطری باید برای مدت زمان نمونه‌برداری ۴۸ h، ۲۴ ml و برای مدت زمان نمونه‌برداری ۲۴ h، ۱۲۵ ml باشد. قطر خارجی لوله‌های ورودی و خروجی بطری جذب باید ۱۰ mm تا ۱۲ mm باشد. قطر داخلی لوله‌ای که هوا را به سمت محلول جذب هدایت می‌کند باید ۶ mm تا ۸ mm باشد و ۵ mm تا ۱۰ mm از انتهای بطری جذب فاصله داشته باشد.



شکل ۱- بطری جذب

۲-۵ اسپکتروفتوومتر تک پرتویی یا دو پرتویی

در صورت استفاده از یک اسپکتروفتوومتر تک پرتویی، باید این امکان وجود داشته باشد که شدت نور برخوردی را به عنوان مثال با تنظیم یک دیافراگم یا با کنترل پهنه‌ای شکاف تنظیم کرد. در یک اسپکتروفتوومتر تک پرتویی بیشترین درستی در صورتی قابل دست‌یابی است که بتوان شدت پرتو نور برخوردی را به گونه‌ای تنظیم کرد که مقدار جذب قرائت شده برای بیشترین غلظت قابل اندازه‌گیری را تا حد امکان نزدیک صفر به دست آورد. با این وجود با تجهیزاتی که امروزه در دسترس است، بهترین نتایج ممکن در صورتی حاصل می‌شود که شدت نور تنظیم شده، به مقدار جذبی برابر با ۰,۸ برای محلول شاهد در یک سل ۱۰ mm یا ۲۰ mm منجر شود. با استفاده

1-Drechsel

2- Sampling head

از یک اسپکتروفوتومتر دوپرتویی، اختلاف جذب بین نمونه (یا محلول‌های استاندارد) و شاهد را می‌توان به طور مستقیم قرائت کرد.

یادآوری - مقدار جذب قرایت شده، مقدار قرایت در یک اسپکتروفوتومتر تک پرتویی است که علامت اندازه‌گیری شده متناسب با لگاریتم شدت است.

۴-۳ سل شیشه‌ای، با طول مسیر نوری 10 mm یا 20 mm در صورتی که بیش از یک سل استفاده می‌شود، سل‌ها باید از نظر فوتومتری یکسان باشند.

۴-۵ پی‌پت، با ظرفیت 25 ml با تجهیزات رقیق‌سازی و توزیع

۶ نمونه برداری

تجهیزات مشخص شده در استاندارد ملی به شماره ۱۸۰۰۷ را مطابق با الزامات استاندارد ملی به شماره ۱۸۰۰۷ و هر گونه الزامات ویژه برای اتمسفر مورد نمونه‌برداری (به بند ۳-۷ مراجعه کنید) نصب کنید.

یک صافی ذره‌ای (به بند ۳-۵ استاندارد ملی به شماره ۱۸۰۰۷ مراجعه کنید) درون نگهدارنده صافی قرار دهید (به بند ۲-۳-۵ استاندارد ملی به شماره ۱۸۰۰۷ مراجعه کنید).

در یکی از بطری‌های جذب (بند ۵-۱) مقدار مناسبی از محلول جذب (بند ۴) را قرار دهید، سطح محلول را علامت‌گذاری کرده و بطری را به مسیر نمونه وصل کنید.

حجم مورد استفاده باید برای دوره نمونه برداری ۲۴ ساعته برابر با 50 ml و برای دوره نمونه برداری ۴۸ ساعته برابر با 150 ml باشد.

یادآوری ۱- اگر دمای هوای نمونه برداری شده از 25°C بیش‌تر باشد یا هوا خیلی خشک باشد، ممکن است حجم‌های بیش‌تری از محلول جذب لازم شود. توصیه می‌شود مقدار صحیح مورد نیاز برای جذب کل گوگردی‌اکسیدها در نمونه مورد آزمون جمع‌آوری شده در حین آزمون‌های انتخابی، توسط آزمون‌های مقدماتی مشخص شود.

یادآوری ۲- استفاده از تجهیزات خودکار برای تعویض بطری‌های جذب مجاز است.

جریان‌سنج (به بند ۵-۶ استاندارد ملی ۱۸۰۰۷ مراجعه کنید) را به گونه‌ای تنظیم کنید که سرعت جریان 90 l/h به دست آید. زمان و قرایت گازسنج را یادداشت کرده و پمپ نمونه‌برداری را روشن کنید (به بند ۷-۵ استاندارد ملی ۱۸۰۰۷ مراجعه کنید).

در انتهای دوره نمونه‌برداری، پمپ نمونه بردار را خاموش کرده و زمان و حجم گاز را یادداشت کنید. بطری جذب را از سیستم نمونه‌برداری جدا کرده و سطح آن را با آب تا سطح نهایی به حجم برسانید.

برای جلوگیری از آلودگی احتمالی قسمت‌های مورد تجزیه، درپوش بطری را محکم ببندید. در غیر این صورت، محتویات را به یک بطری تمیز و خشک منتقل کرده و برای تجزیه به آزمایشگاه انتقال دهید.

بطری جدا شده را با بطری دیگری که حاوی محلول جذب تازه است، جایگزین کرده و از یک صافی ذره‌ای جدید نیز استفاده کنید.

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ تهیه منحنی کالیبراسیون

۱-۱-۷ محلول‌های استاندارد مقایسه کننده

مجموعه‌ای از محلول‌های استاندارد مقایسه کننده که دارای غلظت‌هایی از سولفات، معادل با غلظت‌های گوگرد دی‌اکسید، $0,8\text{ }\mu\text{g/l}$ ، $1,6\text{ }\mu\text{g/l}$ و $8\text{ }\mu\text{g/l}$ می‌باشد را با انتقال $1,000\text{ ml}$ ، $2,000\text{ ml}$ و $10,000\text{ ml}$ از محلول‌های استاندارد سولفات (بند ۴-۸-۲) به مجموعه‌ای از بالنهای حجم‌سنجی 100 ml ، رقیق‌سازی کنید و تا خط نشانه به حجم رسانیده و مخلوط کنید.

۲-۱-۷ محلول شاهد آزمون

یک محلول آزمون شاهد با مخلوط کردن 4 ml آب، 10 ml از محلول باریم پرکلرات/دی‌اکسان (بند ۶-۴) و 25 ml از محلول تورین (بند ۷-۴) را به روشه تجدیدپذیر با پیپت یا هر وسیله توزیع یا رقیق‌سازی آماده کنید.

محلول تورین را درست قبل از اندازه‌گیری جذب محلول اضافه کنید. دقت کنید که محلول شاهد در صورت نگهداری در محلی تاریک به مدت ۳۰ دقیقه پایدار است.

۳-۱-۷ محلول‌های استاندارد آزمون

مجموعه‌ای از محلول‌های آزمون معادل با هر کدام از محلول‌های استاندارد مقایسه کننده (بند ۱-۱-۷) را با مخلوط کردن 4 ml از هر کدام از محلول‌های بند ۱-۱-۷ با همان مقادیر یکسان از واکنشگرهای استفاده شده برای محلول شاهد (بند ۷-۱-۷) آماده کنید.

جذب محلول‌های آزمون را در مدت ۱۰ دقیقه اندازه‌گیری کنید.

۴-۱-۷ اندازه‌گیری

دستگاه اسپکتروفوتومتر (بند ۲-۵) را مطابق با دستور العمل‌های شرکت سازنده بررسی کرده و پس از پایداری دستگاه، در طول موج 520 nm تنظیم کنید.^۱

برای حصول نتایج معتبر، توصیه می‌شود که اندازه‌گیری را با همان محلول حداقل دو یا سه بار انجام دهید.

۴-۱-۷ دستگاه تک پرتوی

سل (بند ۳-۵) را با محلول آزمون شاهد (بند ۱-۱-۷) پر کرده، آن را در مسیر نور دستگاه قرار داده و قرائت جذب را در 800 nm تنظیم کنید.^۲ محلول آزمون شاهد را با هر کدام از محلول‌های آزمون استاندارد جایگزین کرده و جذب هر محلول را اندازه‌گیری کنید.

۱- برای تنظیم اسپکتروفوتومتر باید از محلول شاهد تازه تهیه شده، استفاده شود.

۲- برای تنظیم اسپکتروفوتومتر باید از محلول شاهد تازه تهیه شده، استفاده شود.

۲-۴-۱-۷ دستگاه دو پرتوی

دو سل را با محلول شاهد (۲-۱-۷) پر کرده، در مسیر نوری مرجع و اندازه‌گیری قرار داده و اختلاف جذب را روی صفر تنظیم کنید. محلول شاهد را که در مسیر نوری مرجع قرار داده شده با هر یک از محلول‌های استاندارد آزمون جایگزین کرده و اختلاف جذب را برای هر محلول اندازه‌گیری کنید.

۱-۷ منحنی کالیبراسیون^۱

منحنی کالیبراسیون را با رسم جذب هر کدام از محلول‌های استاندارد آزمون، شامل شاهد (دستگاه تک پرتوی) بر حسب غلظت گوگرد دی اکسید موجود در محلول‌های استاندارد مقایسه کننده (۱-۱-۷) یا اختلاف جذب از آزمون شاهد (دستگاه دو پرتوی) (به شکل‌های ۲ تا ۵ مراجعه کنید) تهیه کنید.

۲-۷ تعیین

دمای محلول جذب، حاوی نمونه آزمون حاصل از بند ۶ را تا دمای یکسان با محلول‌های واکنشگر تنظیم نمایید. برای اطمینان از نتیجه، ضروری است که غلظت گوگرد دی اکسید در محلول نمونه را برای حداقل دو یا سه آزمونه اندازه‌گیری کنید.

۱-۲-۷ آزمونه

۴/۰ ml از محلول را به وسیله پی‌پت در بطری جذب قرار دهید.

۲-۲-۷ محلول آزمون

آزمونه (۱-۲-۷) را با ۱۰ ml از محلول باریم پرکرات ادی اکسان (۶-۴) و ۰/۲۵ ml از محلول تورین (۴-۷) مطابق بند ۲-۱-۷ مخلوط کنید.

۳-۲-۷ اندازه‌گیری

سل را با محلول آزمون (۱-۲-۷) پر کرده و جذب آن را مطابق بند ۱-۷-۴ در مدت ۱۰ دقیقه اندازه‌گیری کنید. غلظت گوگرددی اکسید موجود در آزمونه را با مراجعه به منحنی کالیبراسیون مناسب (۱-۷-۵) تعیین کنید. برای حصول درستی بیشتر فقط از قسمت خطی منحنی کالیبراسیون استفاده کنید، به عبارت دیگر استفاده از محدوده غلظتی بین $0 \text{ to } 6 \mu\text{g/ml}$ از گوگرد دی اکسید توصیه می‌شود.

اگر غلظت گوگرددی اکسید در نمونه از $6 \mu\text{g/ml}$ بیشتر باشد، قسمت تازه‌ای از محلول جاذب را برداشته و تا حجم مناسبی با آب رقيق کنید. فاکتور رقيق‌سازی، α را یادداشت کرده و مطابق بندهای ۱-۲-۷ و ۲-۲-۷ و ۳-۲ اقدام کنید.

۳-۷ مزاحمت‌ها

تورین با بسیاری از کاتیون‌های فلزی کمپلکس می‌دهد اما با استفاده از صافی ذره‌ای در مرحله نمونه برداری می‌توان اطمینان حاصل کرد که هیچ‌کدام از این کاتیون‌ها در نمونه حضور ندارند. همچنین استفاده از صافی،

۱- منحنی کالیبراسیون باید برای محلول‌های تازه مورد استفاده تورین و باریم پرکرات، دی اکسان تهیه شود.

یون‌های فسفات را که به صورت رسوب باریم فسفات ایجاد مزاحمت می‌کنند، حذف می‌کند. غلظت‌های بسیار زیاد آمونیاک و هیدروژن سولفید ممکن است ایجاد مزاحمت کند. تشکیل شدن آنها ممکن است که pH محلول را به خارج از محدوده مورد نیاز برای تجزیه سوق دهد. همچنین ممکن است در بطری جذب به سولفوریک اسید اکسید شود. اگر pH محلول جذب کمتر از ۳/۵ یا بیشتر از ۹/۸ باشد، به ترتیب غلظت گوگرد دی‌اکسید حاصل بسیار زیاد یا بسیار کم خواهد بود. pH محلول جذب مورد تجزیه می‌تواند بین ۳/۵ و ۹/۸ بدون هیچ‌گونه مزاحمتی تغییر کند.

۸ بیان نتایج

۱-۸ محاسبات

غلظت جرمی گوگرد دی‌اکسید (SO_2) را در نمونه هوا بر حسب میکروگرم بر متر مکعب بالاستفاده از معادله (۱) به دست آورید.

$$\sigma(\text{SO}_2) = f \times \sigma_{\text{cal}} \times \frac{V_1}{V_2} \quad (1)$$

که در آن:

f فاکتور رقیق‌سازی (به بند ۲-۷-۳ مراجعه کنید);

σ_{cal} غلظت جرمی گوگرد دی‌اکسید از روی منحنی کالیبراسیون بر حسب میکروگرم بر میلی‌لیتر؛

V_1 حجم اولیه محلول جاذب بر حسب میلی‌لیتر؛

V_2 حجم نمونه هوا بر حسب متر مکعب؛

نتایج را به صورت میانگین دو یا سه اندازه‌گیری، گزارش کنید (به بند ۲-۷ مراجعه کنید).

۲-۸ حد تشخیص

۱-۲-۸ اسپکتروفوتومترک پرتوی

جذب محلول شاهد (جذب قرائت شده ۰/۸) ممکن است در محدوده $3 \pm 0/00$ که سطح نوفه^۱ اسپکتروفوتومتر است، اندازه‌گیری شود. حد تشخیص برای سیگنال سه برابر قویتر از نوفه تنظیم شده است. به عنوان مثال مقدار

جذب $= 0/791 \times 10^{-3} \times 0/8$ معادل با غلظت $13 \mu\text{g}/\text{ml}$ از گوگرد دی‌اکسید است.

۲-۲-۸ اسپکتروفوتومتر دوپرتوی

حد تشخیص مشابه همان مقدار است که برای اسپکتروفوتومتر، تک پرتوی تعریف شده است، به عنوان مثال

$0/1 \mu\text{g}/\text{ml}$

^۱ - Noise

۳-۸ تکرارپذیری

۱-۳-۸ اسپکتروفوتومتر تک پرتوی

تکرارپذیری بر حسب انحراف استاندارد (برای ۱۰ بار اندازه‌گیری) به صورت زیر است.

- با استفاده از یک پی‌پت دستی: $\pm 0.7 \mu\text{g}/\text{ml}$

- با استفاده از وسایل توزیع و رقیق سازی: $\pm 0.3 \mu\text{g}/\text{ml}$

۲-۳-۸ اسپکتروفوتومتر دو پرتوی

اندازه‌گیری‌های انجام شده با استفاده از محلول‌های تبادل کاتیونی پتاسیم سولفات، به عنوان استانداردهایی که گستره غلظت بین $1/\text{mg}^{0.3}$ و $1/\text{mg}^{0.8}$ از گوگرد دی‌اکسید را پوشش می‌دهند، نشان می‌دهد که انحراف استاندارد کل برابر با $\pm 0.6 \mu\text{g}/\text{ml}$ است.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۹ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

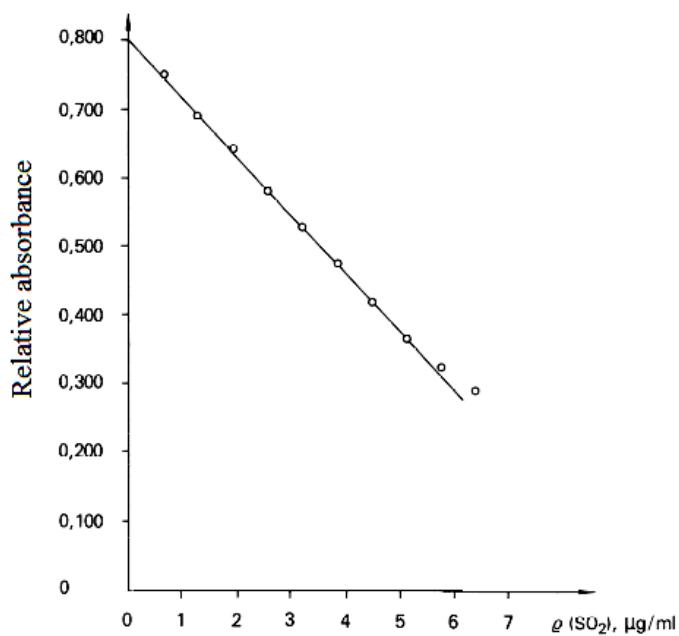
۲-۹ جزئیات شناسایی کامل نمونه؛

۳-۹ ارجاع به استاندارد ملی ۱۸۰۰۷؛

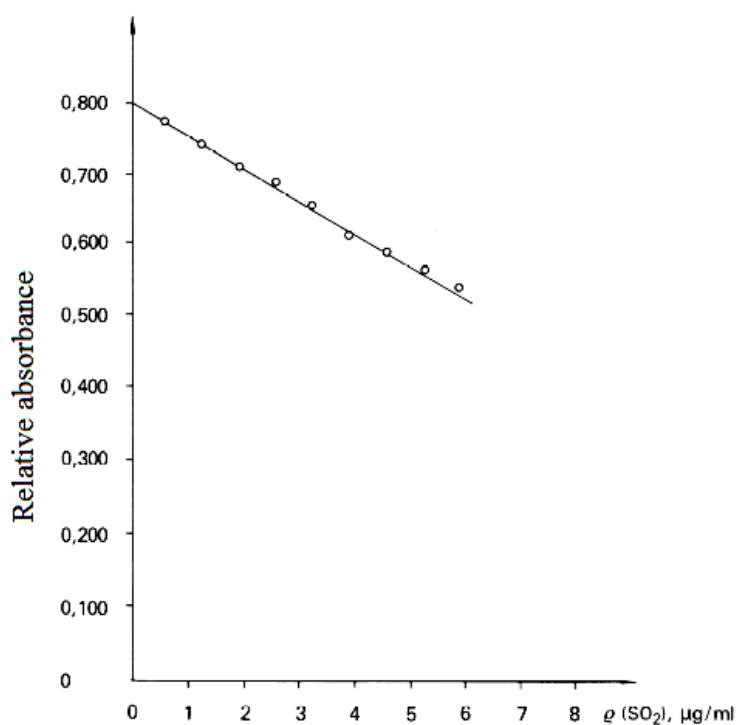
۴-۹ بیان روش به کار رفته؛

۵-۹ هرگونه ویژگی غیر عادی که در طول اندازه‌گیری مشاهده می‌شود؛

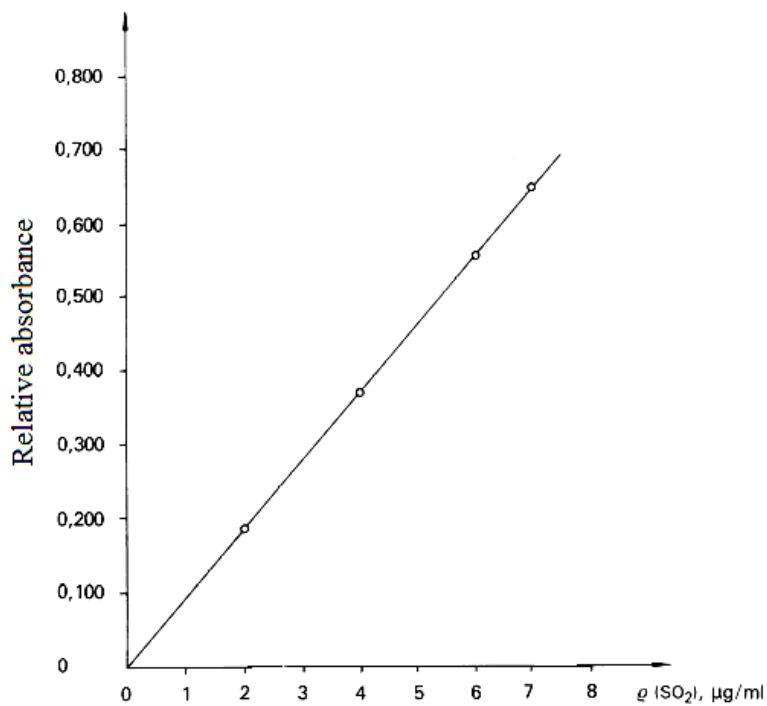
۶-۹ هرگونه عملی که در این استاندارد ملی به طور ویژه به آن اشاره نشده یا به عنوان عمل اختیاری در نظر گرفته می‌شود.



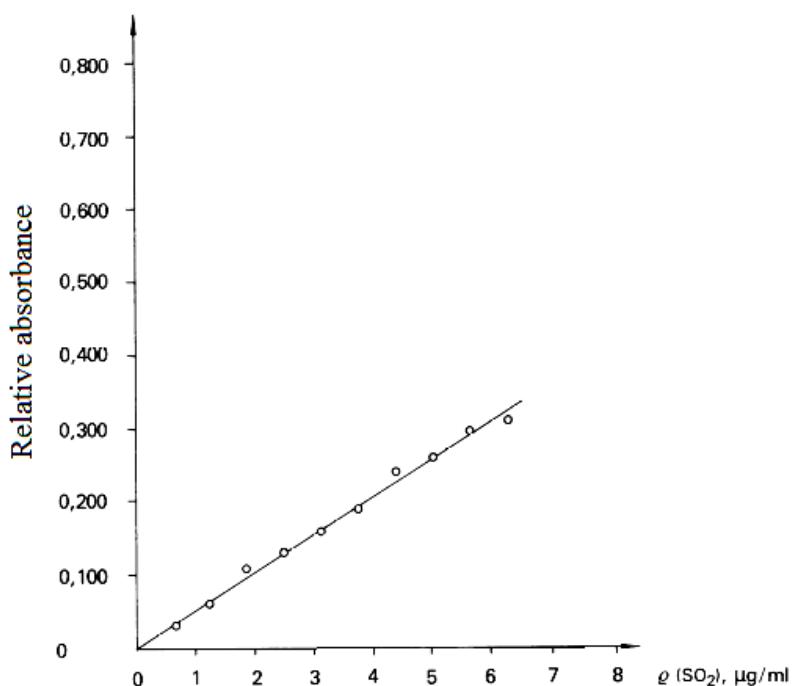
شکل ۲- مثالی از منحنی کالیبراسیون حاصل از اسپکتروفتوومتر تک پرتوی با سل ۲۰ mm



شکل ۳- مثالی از منحنی کالیبراسیون حاصل از اسپکتروفتوومتر تک پرتوی با سل ۱۰ mm



شکل ۴- مثالی از منحنی کالیبراسیون حاصل از اسپکتروفتوومتر تک پرتوی با سل ۲۰ mm



شکل ۵- مثالی از منحنی کالیبراسیون حاصل از اسپکتروفتوومتر دو پرتوی با سل ۱۰ mm