



INSO

20939

1st.Edition

2015

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران

۲۰۹۳۹

چاپ اول

۱۳۹۳

اندازه‌گیری هیدروژن سولفید در اتمسفر با
استفاده از میزان تغییر انعکاس

Determination of Hydrogen Sulfide in the
Atmosphere by Rate of Change of
Reflectance

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 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 منصفانهً 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 پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشتہ 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، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در 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 الکترونیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان 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 پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیستمحیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/ یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه-بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیستمحیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسائل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاه، کالیبراسیون (واسنجی) وسائل 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 Métrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«اندازه‌گیری هیدروژن سولفید در اتمسفر با استفاده از میزان تغییر انعکاس»

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه جندی شاپور اهواز
دانشکده بهداشت

رئیس:

گودرزی، غلامرضا
(دکترای بهداشت محیط)

مدیرعامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

دبیر:

حاتمی، امیر
(دکتری شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس آزمایشگاه اداره کل محیط
زیست

آتشی، مژگان

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس مسئول آزمایشگاه هوا اداره کل
محیط زیست

آذریان، علیرضا

(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس

جواباف، الهام

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس دانشگاه علوم و تحقیقات استان
خوزستان

رستمپور، لیلا

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس دانشگاه علوم و تحقیقات استان
خوزستان

صبوحی‌نژاد، سحر

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آلودگی هوای معاونت بهداشت
دانشگاه

صفدری، فرهاد

(لیسانس بهداشت محیط)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

فتحی‌نیا، مهناز

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس دانشگاه شهید چمران اهواز

کجباف، نسیم

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روینا

لطیفیان، مرضیه

(فوق لیسانس شیمی)

مهرمولايى، فاطمه
(فوق لisans شيمى)

نقدى، تينا
كارشناس شركت زرگستر روپينا
(فوق لisans شيمى)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	مراجع الزامی
۱	اصول آزمون
۲	وسایل
۳	مواد و یا/واکنشگرها
۵	نمونه برداری
۵	کالیبراسیون و استانداردسازی
۶	روش انجام آزمون
۷	گزارش آزمون
۸	دقت و انحراف
۹	پیوست الف (اطلاعاتی) مزاحمتها

پیش گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری هیدروژن سولفید در اتمسفر با استفاده از میزان تغییر انعکاس " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در شصت و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۳/۱۲/۱۶ 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 موقع 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 مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 4323: 2009, Standard Test Method for Hydrogen Sulfide in the Atmosphere by Rate of Change of Reflectance

مقدمه

هیدروژن سولفید یک ماده بدبو است که حتی در غلظت‌های پایین در اتمسفر آزار دهنده بوده و در سطوح غلظت‌های بالاتر سمی است. این گاز ممکن است محصول فرایند‌های بیولوژیکی در غیاب اکسیژن، همچون زباله‌های مدفون شده شهری باشد. این ماده ممکن است از منابع زمین گرمایی رخ داده در نفت و گاز و فرایند‌های صنعتی نشر یابد.

اندازه‌گیری هیدروژن سولفید در اتمسفر با استفاده از میزان تغییر انعکاس

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، ارائه روشی برای اندازه‌گیری خودکار پیوسته هیدروژن سولفید(H_2S) در اتمسفر یا در نمونه‌های گازی، در محدوده غلظتی یک قسمت در بیلیون در واحد حجم^۱ تا ۳۰۰۰ قسمت در بیلیون در واحد حجم می‌باشد. اطلاعات به دست آمده را می‌توان جهت پایش منابع انتشار و برای مطالعات آلدگی هوا استفاده کرد.

محدوده غلظتی را می‌توان با تکنیک‌های رقیق سازی مناسب یا به وسیله اصلاح تجهیزات گسترش داد. این استاندارد برای مطالعات آلدگی هوا، کنترل آلدگی و توصیف پلام^۲ کاربرد دارد. تجهیزات توصیف شده برای پایش در بخش‌های ثابت یا متحرک به کار می‌رود.

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.
درصورتی 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 موردنظر 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
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۸۷۲۳، فرآورده‌های نفتی- گازهای نفتی مایع- روش تعیین سولفید هیدروژن شده - روش استات سرب

2-3 ASTM D2725, Test method for Hydrogen Sulfide in Natural Gas(Methylene Blue Method)

۳ اصول آزمون

هیدروژن سولفید(H_2S) به وسیله واکنش با نوار کاغذی آغشته به سرب استات اندازه‌گیری می‌شود. تشخیص به روش میزان تغییر انعکاس، اندازه‌گیری را در محدوده‌های قسمت در بیلیون بر واحد حجم و زمان چرخه تجزیه‌ای تقریباً سه دقیقه، فراهم می‌سازد (شکل ۱ را ببینید).

نمونه گاز از درون یک جریان سنج و یک مرطوب کننده عبورداده شده و سپس از روی نوار کاغذی آغشته به سرب استات گذرانده می‌شود. برای میزان ثابت واکنش H_2S با سرب استات، یک رطوبت ثابت نیاز است.

1- ppb/v

2- Plume

تغییر حاصل در انکاس توسط یک سل نوری^۱ تشخیص داده می‌شود. میزان تغییر انکاس، متناسب با غلظت H_2S است.

۴ وسایل

۱-۴ آنالیزور^۲ میزان واکنش H_2S ، عبور نمونه از روی سطح آگشته به سرب استات منجر به تغییر انکاس می‌شود. هیدروژن سولفید به وسیله محاسبه میزان تغییر انکاس که در نتیجه تیرگی ایجاد شده هنگام تشکیل سرب سولفید است، اندازه‌گیری می‌شود. تجهیزات شامل یک جریان‌سنجد، مرطوب‌کننده، محفظه تماس با صفحه حساس، سیستم نوری و سیستم الکترونیکی است(شکل ۲ را ببینید). یک تجزیه کامل در حدود یک دقیقه، نتیجه استفاده از میزان تغییر رنگ به جای استفاده از بزرگی گسترش رنگ تجمعی است. سیستم الکترونیکی در نتیجه تغییر انکاس یک خروجی می‌دهد که متناسب با مشتق سیگنال سل نوری است و این اندازه‌گیری، میزانی از غلظت H_2S است.

برای فراهم کردن یک اندازه‌گیری مستقل جدید، بخش جدیدی از مواد حساس، در فاصله‌های زمانی تقریباً سه دقیقه‌ای به درون محفظه با سطح حساس کشیده می‌شوند.

۲-۴ ثبات، استفاده از یک روش ثبت سیگنال الکترونیکی نیاز است که می‌تواند به هر شکل مناسبی برای ثبت مورد نیاز باشد. یک ثبات سیستم نوعی، محدوده ۰.۷ تا ۱۰.۷ را از یک مقاومت ظاهری خروجی حداقل Ω ۱۰۰۰۰ می‌پذیرد. مجاز است از یک تضعیف کننده یا تقویت کننده(که اغلب درون ثبات ثبیت شده‌اند) برای دیگر سطوح سیگنال حسگر استفاده کرد. سرعت رسم نمودار ۱ cm/min ۱ cm/min تا ۵ cm/min ۵ cm/min مناسب است. برای نمونه‌برداری‌های طولانی مدت، سرعت رسم نمودار ۱ cm/min تا ۱ cm/min ۱ cm/min می‌شود. چنان‌چه نیاز به میانگین‌های غلظت در فواصل زمانی باشد، پردازش الکترونیکی مانند انتگرال‌گیرها، ممکن است اضافه شود.

۳-۴ آماده سازی گاز مرجع

۱-۳-۴ مخلوط کردن، مجاز است که از یک سیلندر کالیبره شده ۱۰ با پیستون متحرک برای ساخت مخلوط‌های حجمی از گازها در محدوده قسمت در بیلیون بر واحد حجم استفاده شود. جنس این سیلندر باید نسبت به H_2S بی اثر باشد تا موجب خرابی نمونه‌های آماده شده نشود. سیلندری از جنس آکریلیک که با گریس سیلیکون روغن‌کاری شده به همراه یک واشر سیلیکونی مناسب می‌باشد. غلظت در محدوده ۰.۱٪، در دوره زمانی یک ساعته، پایدار می‌ماند.

۲-۳-۴ سرنگ تزریق زیر جلدی^۳، سرنگ‌های نفوذ ناپذیر در برابر گاز^۴، با ظرفیت $1\text{m}\mu$ تا $10\text{m}\mu$ می‌باشند. یک بخش جانی برای پاکسازی مناسب است. از به کارگیری سرنگ‌هایی با سر لوئر^۵ از جنس برنج

1- Photocell

2- Analyzer

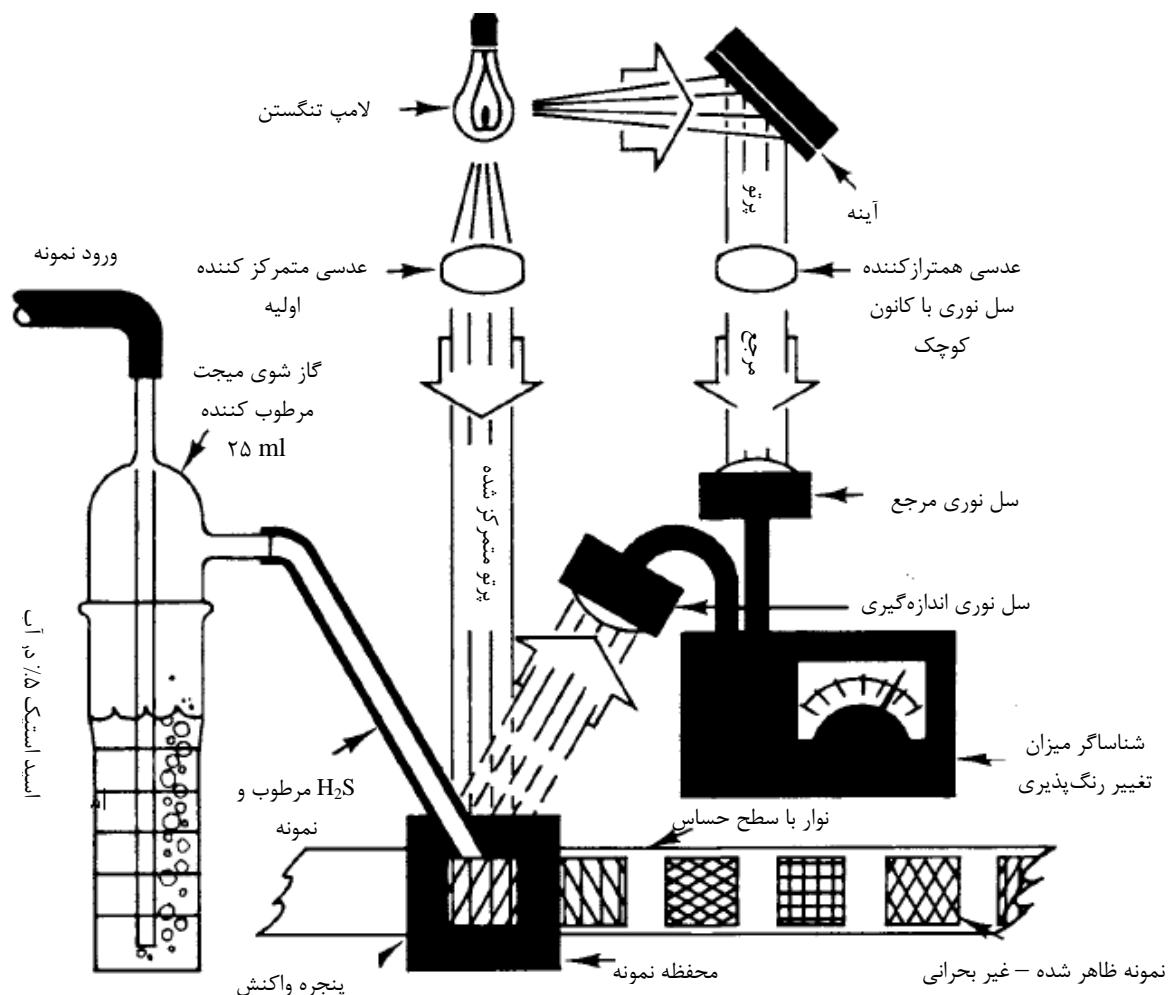
1- Hypodermic Syringe

2- Gas-tight

3- Luer tip

آبکاری شده به دلیل واکنش برنج با هیدروژن سولفید، خودداری کنید. می‌توان از دیگر ابزارهای اندازه‌گیری حجم کم، همچون شیر میکرولیتر استفاده کرد.

۳-۴ پمپ، پمپ نمونه بردار با قابلیت تأمین جریان 500 ml/min در فشار تقریبی 35 kPa بخش‌های تر شده پمپ باید نسبت به H_2S بی اثر باشند تا منجر به خرابی نمونه نشوند.



شکل ۱- سیستم قرائت H_2S از نوع میزان تغییر انعکاس

۵ مواد و یا واکنشگرها

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

۱-۵ محلول استیک اسید، با غلظت ۵۰ml/l ، ۵۰ ml ، ۵۰ استیک اسید گلاسیال(CH₃COOH)، با خلوص واکنشگر را جهت تهیه ۱ محلول، با آب درجه ۳ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ رقیق کنید.

هشدار- بخارات استیک اسید غلیظ محرک بوده و می‌تواند منجر به آسیب پوست و غشای مخاطی شود. جهت جلوگیری از جراحت با دقت حمل شود.

۵-۲ نوار حساس، نوار حساس را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۸۷۲۳ تهیه کرده و یا از نوار حساس صنعتی که با روش مشابهی تهیه شده، استفاده کنید. نوار حساس را در یک ظرف نفوذ ناپذیر نگهداری کنید تا از تماس با H_2S محیط حفظ شود.

هشدار- سرب استات یک سم تجمیعی^۱ است. پس از استفاده، دست‌ها را شسته و هیچ‌گونه غبار حاوی سرب استات را تنفس نکنید.

۳-۵ هیدروژن سولفید ۹۹,۵٪، مشخص شده است که هیدروژن سولفیدهای در دسترس تجاری، از خلوص کافی برخوردار نیستند. استفاده از گواهینامه خلوص یا دستگاه مولد H_2S در دسترس تجاری توصیه می‌شود. هشدار- تنها زیر هود مناسب از H_2S استفاده کنید زیرا هیدروژن سولفید در سطوح بالای ۱۰۰۰۰ قسمت در بیلیون در واحد حجم سمی می‌باشد. در صورت کار با سیلندرهای حاوی H_2S مایع، از عینک‌های حفاظتی استفاده کنید. احساس بو، هنگام تماس با H_2S ممکن است از بین بود و هشدار قابل اعتمادی نیست (پیوست الف-۱ و الف-۲ را در مزاحمت‌ها ببینید).

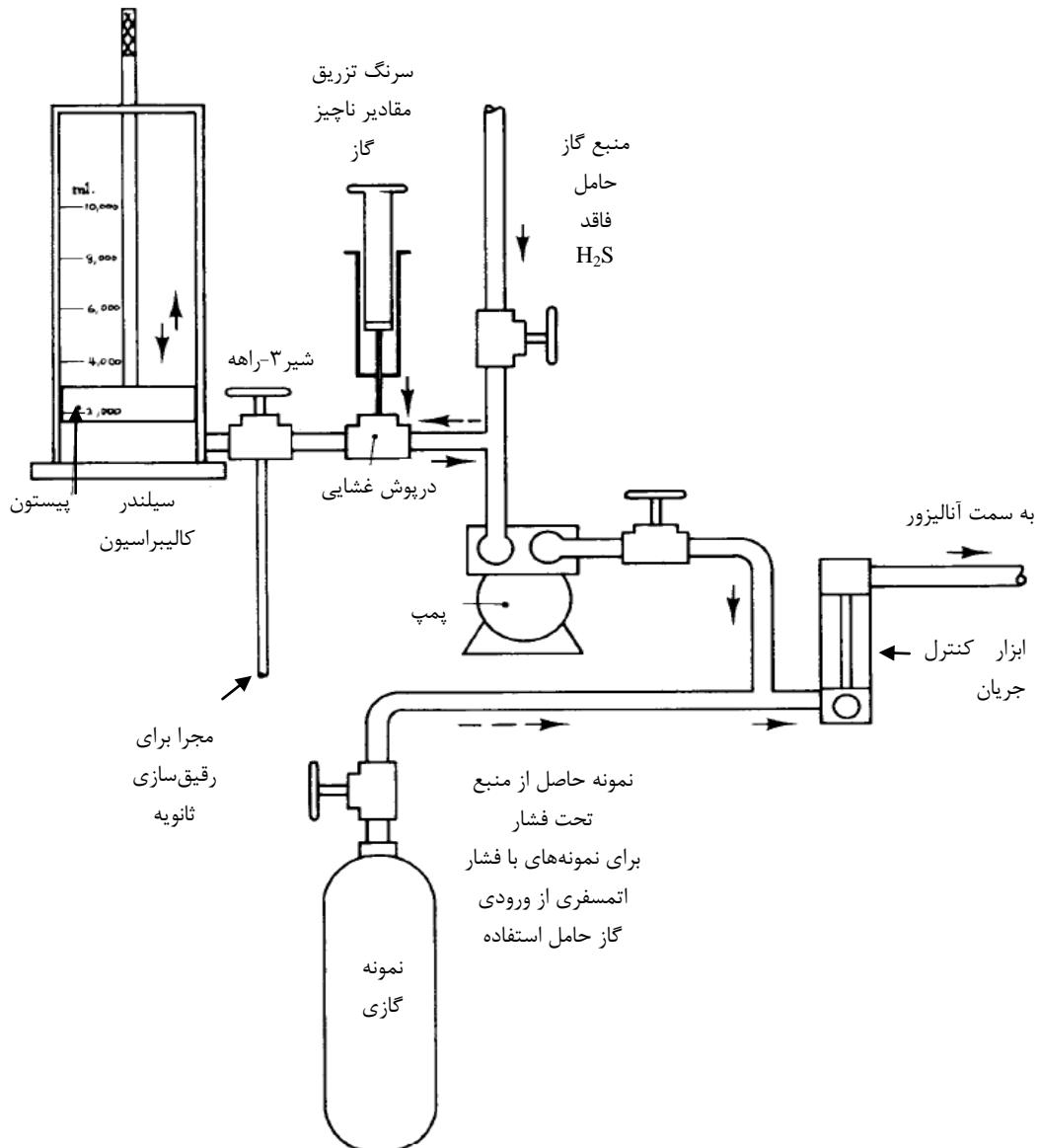
۴-۵ گاز رقیق سازی، گازی مشابه با گاز نمونه برداری شده و قادر H_2S استفاده کنید. مخلوط را می‌توان با استفاده از یک سیلندر ۱۰، مطابق بند ۳-۴ آماده کرد.

جدول ۱- تکرار پذیری

انحراف مولد PPM مرجع (خودکار) (قسمت در میلیون در واحد حجم)	انحراف مرجع سیلندر پیستونی (دستی) (قسمت در میلیون در واحد حجم)	محدوده مقیاس کامل (قسمت در میلیون در واحد حجم)
۰,۰۱۷	۰,۰۱۴	۱,۰
۰,۰۰۲	۰,۰۰۲	۰,۱

جدول ۲- تجدیدپذیری

انحراف مولد PPM مرجع (خودکار) (قسمت در میلیون در واحد حجم)	انحراف مرجع سیلندر پیستونی (دستی) (قسمت در میلیون در واحد حجم)	محدوده مقیاس کامل (قسمت در میلیون در واحد حجم)
۰,۱۴۱	۰,۰۵۰	۱,۰
۰,۰۰۸	۰,۰۰۶	۰



شکل ۲ - سیستم جریان برای نمونه گازی و مرجع کالیبراسیون

۶ نمونه برداری

۱-۶ خطوط نمونه و ظروف، باید H_2S نمونه را جذب کنند. مواد مناسب، رزین های فلئوروکربنی، آلومینیوم، شیشه بوروسیلیکات و آکریلیک غیر فعال، مناسب می باشند. استفاده از فولاد زنگ نزن (نوع ۳۱۶) در صورت نیاز مجاز است اما ترجیح داده نمی شود.

۲-۶ از به کارگیری مواد حاوی مس یا دارای پوشش های روان کننده نفتی اجتناب کنید.

۷ کالیبراسیون و استاندارد سازی

۱-۷ استاندارد مرجع، استانداردهای مرجع توسط اندازه گیری ها حجم سنجی در زمانی که مواد مرجع مورد استفاده قرار می گیرند، آماده سازی می شوند. این مسئله باعث می شود تخریب نمونه به حداقل برسد. روش

لوله تراوش یا سیلندر گاز فشرده را که غلظت آن توسط سازنده مورد تایید است، به عنوان روش مرجع مورد استفاده قرار دهد.

حجم‌های کم H_2S خالص را توسط یک سرنگ نفوذ ناپذیر در برابر گاز و گاز رقیق‌سازی را توسط سیلندر مدرج ۱۰۱ با یک پستون متحرک اندازه‌گیری کنید. از آنجایی که سوزن سرنگ حجم مشخصی دارد، H_2S می‌تواند از طریق نفوذ از سر سرنگ، فرار کند. بنابراین جهت جلوگیری از تأخیر و از دست رفتن نمونه باید یک روش کاری سریع و متداولی را به گونه‌ای برقرار کنید تا از تأخیر و اتلاف نمونه جلوگیری شود.

۲-۷ کالیبراسیون، جهت تهیه نمونه ۱۰۰۰ قسمت در بیلیون بر واحد حجم، μL H_2S را برای تولید مخلوط حامل نمونه ۱۰ لیتری با استفاده از یک سیلندر آکریلیک مدرج ۱۰۱ توصیف شده در بند ۱-۳-۴ اضافه کنید. برای محاسبه میکرولیترهای H_2S در یک مخلوط ۱۰ لیتری، مجاز است از معادله زیر استفاده کنید:

$$\rho = \text{ppb} / v \times 10^{-2} \quad (1)$$

که در آن :

ρ میکرولیتر آلایینده مورد استفاده است.

یک استاندارد مرجع با غلظت کمی بیش از آن‌چه که ممکن است در نمونه پیش‌بینی شود، آماده کنید. سیلندر ۱۰ را با گاز حامل فاقد H_2S و سرنگ میکرولیتری را با H_2S پاکسازی کنید. در حالی که سرنگ برای مقدار مناسب H_2S تنظیم شده است، به تدریج سیلندر ۱ را با گاز حامل پر کنید. سرنگ را به سرعت درون درپوش سیلندر وارد کرده و قسمت‌های مساوی از H_2S را به درون گاز حامل جاری تزریق کنید. زمانی که ۱ لیتر گاز حامل فراهم شد، جریان ورود گاز را قطع کنید. پس از تزریق به سرعت سرنگ را بردارید تا از نفوذ باقی مانده H_2S درون سوزن سرنگ به گاز در جریان جلوگیری شود.

به منظور کالیبره کردن آنالیزور، استاندارد مرجع را به درون آن پمپ کنید. پیشنهاد می‌شود برای غلظت کمتر از ۱۰۰۰ قسمت در بیلیون در واحد حجم، رقیق‌سازی حجمی ثانویه‌ای انجام گیرد. برای نمونه‌های با غلظت ۵۰۰ قسمت در بیلیون در واحد حجم، سیلندر ۱ پر شده با غلظت گاز ۱۰۰۰ قسمت در بیلیون در واحد حجم را تا ۱۵ تخلیه کرده و سپس بار دیگر با گاز رقیق کننده تا ۱۰ پر کنید.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ آنالیزور را روشن کنید. نوار حساس را نصب کرده و ۵٪ حجمی استیک اسید محلول در آب را به سیلندر اضافه کنید (می‌توان محلول باریم استات ۳٪ وزنی را برای حذف SO_2 اضافه کرد). گاز حامل فاقد H_2S را که تا حد امکان ترکیبی مشابه ترکیب نمونه دارد، با نرخ ثابت (۳۰۰ ± ۳) میلی لیتر بر دقیقه، توسط پمپاژ کردن یا از یک منبع تحت فشار به جریان بیاندازید. این جریان باید در کل آزمون ثابت نگه داشته شود. پس از ۳۰ دقیقه، آنالیزور را بر روی صفر تنظیم کنید. این پاسخ را به عنوان قرائت شاهد ثبات، b ، در بند ۴-۸ ثبت کنید.

۲-۸ آنالیزور را با یک نمونه مرجع تازه تهیه شده با غلظت‌های مورد انتظار مجھول، همان‌گونه که در بند ۲-۷ آورده شده، کالیبره کنید. میزان جریان را بر روی (300 ± 3) میلی لیتر بر دقیقه تنظیم کرده و قرائت تجزیه‌کننده، r ، را در بند ۴-۸ ثبت کنید.

۳-۸ نمونه را جهت تنظیم میزان جریان بر روی (300 ± 3) میلی لیتر بر دقیقه به آنالیزور متصل کنید. قرائت آنالیزور، u ، را در بند ۴-۸ ثبت کنید.

۴-۸ غلظت نمونه مجھول را به روش زیر محاسبه کنید:

$$x = c(u - b)/(r - b) \quad (2)$$

که در آن:

x غلظت نمونه تحت آزمون، بر حسب قسمت در بیلیون در واحد حجم؛

b قرائت آنالیزور برای شاهد، بر حسب درصد؛

u قرائت آنالیزور از نمونه مجھول به محض دریافت، بر حسب درصد؛

r قرائت آنالیزور برای استاندارد مرجع، بر حسب درصد؛

c غلظت استاندارد مرجع، بر حسب قسمت در بیلیون در واحد حجم می‌باشد.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

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

۲-۹ همه اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه؛

۳-۹ نتایج و بیان روش استفاده شده؛

۴-۹ شرایط آزمون؛

۵-۹ هرگونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛

۶-۹ هرگونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛

۷-۹ تاریخ انجام آزمون؛

۸-۹ نام و امضای آزمون‌گر.

نتایج را بر حسب قسمت در بیلیون بر واحد حجم گزارش کرده و یا در صورت نیاز به واحدهای دیگر، تبدیل واحد صحیحی را به کار ببرید. روش آزمون برای دما و فشار، خود تنظیم است. اگر داده‌ها بر حسب میلی‌گرم بر متر مکعب (mg/m^3) مطلوب باشد از معادله زیر استفاده کنید:

$$\text{ppb/v} \times 1.395 \times 10^{-3} = \text{mg/m}^3 \quad (3)$$

یادآوری- این معادله بر اساس جرم حجمی گاز ایدهآل توسط تقسیم وزن مولکولی بر حجم مولی در دمای 25°C و فشار 760 mmHg (101.3 KPa) محاسبه شده است. وزن نیز وزن H_2S میباشد.

۱۰ دقت و انحراف

۱-۱ اطلاعات موجود در این بخش از اطلاعات کمیته‌های ASTM D-2 و ASTM D-22 و با استفاده از یک نوع آنالیزور مشابه به دست آمده است.

۱-۱-۱ تکرارپذیری

با سطح اطمینان ۹۵٪، تفاوت ناشی از خطای آزمون بین دو نتیجه به دست آمده از یک نمونه مشابه و در یک آزمایشگاه مشابه، چنان‌چه بزرگ‌تر از مقادیر نشان داده شده در جدول ۱ باشد، باید مشکوک در نظر گرفته شوند.

۱-۱-۲ تجدیدپذیری

با سطح اطمینان ۹۵٪، تفاوت ناشی از خطای آزمون بین دو نتیجه به دست آمده از یک نمونه مشابه و در یک آزمایشگاه مشابه، چنان‌چه بزرگ‌تر از مقادیر نشان داده شده در جدول ۲ باشد، باید مشکوک در نظر گرفته شوند.

۱-۱-۳ تحقیقات دقت، توسط شش آزمایشگاه انجام شده است. در آن‌جا برای آماده سازی نمونه‌ها دوازده نمونه به روش سیلندر پیستونی و نه نمونه به روش مولد ppm آماده سازی شده‌اند.

۱-۱-۴ مرجع هیدروژن سولفید

نمونه‌های مرجع از یک سیلندر گاز فشرده حاوی ۹۹٪ نیتروژن سمی و ۱٪ حجمی H_2S ، تهیه شده‌اند. در انتهای آزمون، غلظت توسط روش متیلن بلو در ۹۲٪، حجمی H_2S اندازه‌گیری شده است. انحراف نمونه‌های آماده‌سازی شده به خلوص تجزیه‌ای و دقت در آماده‌سازی نمونه بستگی دارد. جهت چک کردن نمونه‌های آماده‌سازی شده با غلظت بالای ۱۶ قسمت در میلیون (23 mg/m^3)، مجاز است از روش آزمون (روش متیلن بلو) استفاده کرد. ASTM D2725

پیوست الف
(اطلاعاتی)
مزاحمت‌ها

الف-۱ در به کارگیری این استاندارد، مقادیر بالای برخی از ترکیبات می‌تواند منجر به پاسخ دستگاهی شوند. زمانی که متیل مرکاپتان غلظتی هزار برابر غلظت H_2S داشته باشد، می‌تواند پاسخ را مشابه پاسخ H_2S تحت تأثیر قرار دهد. گزارش شده است که آرسین، فسفین و سولفور آزاد نیز می‌توانند منجر به پاسخ شوند. در صورت احتمال وجود مواد بالا در نمونه، اپراتور باید دقت لازم را اعمال کند.

الف-۲ در مواردی که SO_2 وجود داشته باشد، مجاز است از یک محلول باریم استات به جای محلول استیک اسید، جهت پاکسازی اجزا SO_2 بدون حذف H_2S استفاده کرد. از محلول باریم استات ۳٪ وزنی در آب یون‌زایی شده استفاده کنید. هیدروژن سولفید و SO_2 خود به خود با هم واکنش داده و نمونه‌های آماده سازی شده را نمی‌توان بیش از چند دقیقه نگهداری کرد.