



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۵۴۲

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19542

1st.Edition

2015

اندازه‌گیری گوگرد در گازهای نفتی به روش
میکروکولن‌سنجی اکسایشی

**Determination of
sulfur in petroleum gas by oxidative
microcoulometry**

ICS: 75. 060

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

«اندازه‌گیری گوگرد در گازهای نفتی به روش میکروکولن‌سنجی اکسایشی»

رئیس:

رضایی نژاد، رامش
(فوق لیسانس شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

کارشناس ارشد دانشکده نفت اهواز

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدنژاد ، سید عبدالوهاب
(لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

جمشیدیان، مجید
(فوق لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس دانشگاه صنعت نفت

حموله، طوبی
(دکتری شیمی)

هیئت علمی دانشگاه صنعت نفت

خوشنام، فرزانه
(دکتری شیمی)

معاون استانداردها سازی و آموزش اداره کل
استاندارد خوزستان

رشیدی، حامد
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس ارشد دانشگاه صنعت نفت

شهروئی، داوود
(فوق لیسانس)

سرپرست سرویس آزمایشگاه پتروشیمی
بوعلی سینا

مهرمولاتی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ مزاحمت‌ها
۲	۵ دستگاه‌ها و وسایل لازم
۴	۶ مواد و/ یا واکنشگرها
۶	۷ نمونه‌برداری
۶	۸ آماده‌سازی دستگاه
۶	۹ کالیبراسیون و استانداردسازی
۹	۱۰ تضمین کیفیت
۹	۱۱ روش آزمون
۹	۱۲ محاسبات
۱۰	۱۳ دقت و انحراف
۱۱	۱۴ گزارش آزمون
۱۲	پیوست الف (الزامی) بیانیه‌های هشدار
۱۶	پیوست ب (اطلاعاتی) نحوه به دست آوردن محاسبات کولن‌سنجی استفاده شده در بند ۱۲-۱
۱۹	پیوست پ (اطلاعاتی) نظارت بر کنترل کیفیت

پیش گفتار

استاندارد " اندازه گیری گوگرد در گازهای نفتی به روش میکروکولن سنجی اکسایشی " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در پنجاه و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۲۰ مورد تصویب قرار گرفته است. اینک این استاندارد 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 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 تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد .

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

ASTM D 3246 : 2015, Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Gas by Oxidative Microcoulometry

مقدمه:

مقادیر بسیار کمی از ترکیبات گوگردی در محصولات هیدروکربنی می‌تواند برای بسیاری فرآیندهای شیمیایی کاتالیتی که این محصولات در آن‌ها استفاده می‌شوند مضر باشند. حداکثر غلظت مجاز گوگرد کل برای این محصولات هیدروکربنی در مشخصات تولید آن گنجانده شده است. هنگامی که اندازه‌گیری مقدار گوگرد در گازهای هیدروکربنی مهم می‌باشد، توصیه می‌شود که این آزمون برای تهیه‌ی یک مبنا جهت هم‌خوانی دو آزمایشگاه استفاده شود.

در مورد گاز نفتی مایع (LPG)، مجموع ترکیبات گوگردی فرار در نمونه‌ی گازی تزریق شده اندازه‌گیری می‌شود برای چنین موادی یک نمونه‌ی مایع برای تعیین گوگرد کل استفاده می‌شود.

اندازه‌گیری گوگرد در گازهای نفتی به روش میکروکولن‌سنجی اکسایشی

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین قابلیت اجرای محدودیت‌ها قبل از استفاده بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار گوگرد در محصولات هیدروکربنی است که در شرایط معمول دمایی و فشار محیط به حالت گاز می‌باشند. این استاندارد در محدوده غلظتی 1.5 mg/kg تا 100 mg/kg (قسمت در میلیون جرمی) گوگرد کاربرد دارد.

یادآوری- این استاندارد فقط برای گاز اتیلن با خلوص بالا آزمون شده است. داده‌های دقت برای دیگر محصولات در دسترس نیست.

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

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۴۷، گازهای نفتی مایع- نمونه برداری به روش دستی

2-3 ASTM D3120, Standard test method for trace quantities of sulfur in light liquid petroleum hydrocarbons by oxidative microcoulometry

2-4 ASTM D6299, Standard Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

2-5 ASTM F307, Standard practice for sampling pressurized gas for gas analysis

2-6 Compressed Gas Association Booklets G-4 and G-4-1 on the Use of Oxygen

۳ اصول آزمون

نمونه به داخل لوله احتراق با دمای حدود 800°C که دارای جریانی از گاز شامل ۸۰٪ اکسیژن و ۲۰٪ گاز بی اثر (مانند نیتروژن، آرگون و غیره) است، تزریق می‌شود.

پیرولیز^۱ اکسایشی، گوگرد را به گوگرد دی‌اکسید تبدیل می‌کند و سپس به سل تیتراسیون جریان پیدا کرده که در آن با یون تری‌یدید موجود در الکترولیت واکنش می‌دهد. بنابراین تری‌یدید، مصرف شده و با روش کولن‌سنجی جایگزین می‌شود که جریان الکتریکی نهایی مورد نیاز برای جایگزین کردن آن، بیانگر مقدار گوگرد موجود در نمونه تزریق شده است.

۱-۳ هنگامی که گوگرد دی‌اکسید وارد سل تیتراسیون می‌شود، واکنش زیر رخ می‌دهد.



یون تری‌یدید مصرف شده در واکنش بالا به روش کولن‌سنجی تولید می‌شود، بنابراین:



۲-۳ این میکرو هم‌ارزهای تری‌یدید (ید) برابر تعداد میکرو هم‌ارزهای یون نمونه‌ای است که وارد سل تیتراسیون می‌شود.

۳-۳ یک مخلوط مایع با مقدار معلومی از گوگرد برای کالیبراسیون استفاده می‌شود.

۴ مزاحمت‌ها

۱-۴ این روش آزمون برای محلول‌هایی با غلظت هالیدها تا ۱۰ برابر مقدار گوگرد و مقدار نیتروژن کل تا ۱٪، کاربرد دارد. نیتروژن آزاد مزاحمتی ایجاد نمی‌کند.

۲-۴ در این روش آزمون مجموع غلظت فلزهای سنگین (مانند Ni، V، Pb و غیره) نباید بیش‌تر از ۵۰۰ mg/kg باشد.

یادآوری- برای رسیدن به قابلیت تشخیص کمی این روش، توصیه می‌شود روش‌های دقیقی به کار گرفته شوند و باید همه منابع احتمالی آلودگی گوگردی حذف شوند.

۵ وسایل

۱-۵ کوره پیرولیز

نمونه باید در یک کوره الکتریکی با حداقل دو ناحیه مجزا و مستقل که دمای آن‌ها تحت کنترل است پیرولیز شود. در ناحیه اول که قسمت ورودی می‌باشد دما به مقدار کافی بالا است تا کل نمونه آلی بصورت بخار در آید.

ناحیه دوم قسمت پیرولیز می‌باشد که دمای کافی برای پیرولیز بافت آلی و اکسایش همه پیوندهای آلی گوگرد را فراهم می‌کند. ناحیه سوم دمایی که خروجی می‌باشد بصورت انتخابی است.

۵-۱-۱ ناحیه‌های دمایی کوره پیرولیز برای هیدروکربن‌های مایع نفتی سبک مطابق جدول ۱ تغییر می‌کند.

جدول ۱- ناحیه‌های دمایی کوره پیرولیز

ناحیه	دما
ناحیه ورودی	تا حداقل 700°C
ناحیه مرکز پیرولیز	تا حداقل 1000°C
ناحیه خروجی	تا حداقل 800°C

۵-۲ لوله پیرولیز

این لوله از کوارتز ساخته شده است و طراحی آن به گونه‌ای است که نمونه بخار شده در قسمت ورودی توسط یک گاز بی اثر به ناحیه پیرولیز آورده شود تا در آنجا با اکسیژن مخلوط شده و بسوزد. در انتهای ورودی لوله سپتومی^۱ وجود دارد که برای تزریق نمونه توسط سرنگ به کار برده می‌شود؛ همچنین بازوهای جانبی برای وارد شدن اکسیژن و گاز بی اثر تعبیه شده است. توصیه می‌شود مرکز یا بخش پیرولیز برای اطمینان از پیرولیز کامل نمونه از حجم کافی برخوردار باشد.

۵-۳ سل تیتراسیون

این سل شامل یک جفت الکتروود حسگر- مرجع برای آشکارسازی تغییرات در غلظت یون تری یدید و یک جفت الکتروود آند- کاتد مولد برای حفظ غلظت یون تری یدید و یک ورودی برای نمونه گازی جریان یافته از لوله پیرولیز می‌باشد. الکتروود حسگر باید فویل پلاتین و الکتروود مرجع از جنس سیم پلاتینی که در نیم سل اشباع شده تری یدید قرار دارند، باشند. آند مولد و کاتد نیم سل نیز باید پلاتینی باشند. سل تیتراسیون نیاز به اختلاط دارد که توسط مگنت همزن، جریان گاز بی اثر، یا روش‌های مناسب دیگری انجام می‌شود.

هشدار - سرعت هم زدن بیش از حد، باعث جدا شدن و بالا آمدن مگنت در سل شده و سبب آسیب به الکتروودها می‌شود. تولید گرداب خفیف کافی است.

۵-۴ میکروکولن سنج، با کنترل تقویت میرایی^۲ متغیر، قادر به اندازه‌گیری پتانسیل جفت الکتروود حسگر- مرجع و مقایسه آن با یک پتانسیل مبنای تقویت اختلاف پتانسیل و به کار بردن اختلاف پتانسیل تقویت شده در جفت الکتروود کار- کمکی^۳ برای تولید یک تیتراکننده می‌باشد. همچنین سیگنال ولتاژ خروجی میکروکولن سنج باید متناسب با جریان تولیدی باشد.

1- septum

2- Attention gain

3 - Working- auxiliary electrode

۵-۵ ثبات، با حساسیت حداقل $25 \text{ mm} / 0.1 \text{ mv}$ با سرعت‌های نمودار 12 mm/min تا 25 mm/min می‌باشد. استفاده از یک انتگرال‌گیر مکانیکی یا الکترونیکی مناسب توصیه می‌شود، اما اختیاری است.

۶-۵ سرنگ نمونه‌برداری مایع، یک سرنگ میکرولیتری با ظرفیت $10 \mu\text{l}$ که قادر به انتقال صحیح $1 \mu\text{l}$ تا $10 \mu\text{l}$ از مخلوط مایع به لوله پیرولیز باشد. سرنگ نوع سوزنی با عدد سنج ۲۴ و طول 75 mm توصیه می‌شود تا بتواند به داخل ناحیه ورودی کوره پیرولیز برسد. یادآوری - باید توجه شود که بر اثر تزریق نمونه با نرخ زیاد، نمونه بیشتر از ظرفیت پیرولیز، وارد لوله پیرولیز نشود. لذا نرخ اضافه کردن نمونه باید کنترل شود. ($0.1 \mu\text{l/s}$ تا $0.2 \mu\text{l/s}$)

۷-۵ سرنگ نمونه‌برداری گاز

یک سرنگ گازی که قادر به انتقال 5 cm^3 از نمونه گازی به داخل کوره پیرولیز باشد. سوزن با عدد سنج ۲۸ و طول 25 mm باید به سرنگ متصل شود.

۸-۵ در دهانه خروجی لوله پشم کوارتز بگذارید.

۹-۵ تنظیم‌کننده‌های گاز^۱

برای گازهای واکنش‌گر و حامل باید تنظیم‌کننده‌های گازی دو مرحله‌ای استفاده شوند.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

در تمامی آزمون‌ها به جز در موارد ذکر شده، باید از موادشیمیایی با درجه خلوص واکنشگر استفاده شود. درجات دیگر ممکن است استفاده شوند، به شرط آن‌که اول مشخص شود که خلوص واکنشگر به اندازه کافی بالا بوده و استفاده از آن موجب کاهش درستی اندازه‌گیری نمی‌شود.

۶-۱ آب، در تهیه الکترولیت سل و سایر موارد غیر از موارد مشخص شده، از آب مقطر یا آب بدون املاح مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده شود.

یادآوری - آب مقطری که از یک دستگاه تقطیر که از شیشه بوروسیلیکات ساخته شده است و از یک املاح‌گیر تغذیه می‌شود، بسیار رضایت بخش بوده است.

۶-۲ استیک اسید، (چگالی نسبی ۱/۰۵) استیک اسید غلیظ (CH_3COOH).

هشدار - استیک اسید ممکن است باعث سوختگی شود، بند الف-۱ را ببینید.

۶-۳ آرگون، هلیوم، یا نیتروژن، با درجه خلوص بالا (HP)^۲ به عنوان گاز حامل استفاده می‌شوند. گاز با درجه خلوص بالا دارای حداقل خلوص 99.995% می‌باشد.

هشدار - گازهای تحت فشار خطرناک هستند، بند الف-۲ را ببینید.

1- Gas regulators
2- High purity

۴-۶ محلول الکترولیت سل، g ۰/۵ پتاسیم یدید (KI) و g ۰/۶ سدیم آزید (NaN₃) را در حدود ۵۰۰ ml آب با خلوص بالا حل کنید، ۵ ml استیک اسید (CH₃COOH) اضافه کرده و حجم را به ۱۰۰۰ ml برسانید.

یادآوری - مقادیر زیاد الکترولیت ساخته شده باید در ظرف با رنگ تیره یا در جای تاریک نگهداری شود و حداقل هر سه ماه باید به صورت تازه تهیه شود.

۵-۶ ید (I₂)، مش ۲۰ یا کم تر، مورد استفاده برای الکتروود مرجع اشباع.

هشدار - بخارات ید سمی هستند، بند الف - ۳ را ببینید.

۶-۶ ایزواکتان (۲،۲ و ۴- تری متیل پنتان)، مشخص شده است که ایزواکتان با خلوص بالا رضایت بخش است.

هشدار - ایزواکتان قابل احتراق و خیلی مضر است، بند الف - ۴ را ببینید.

یادآوری - مناسبترین حلال، حالت بدون گوگرد نمونه مورد آنالیز می‌باشد. به طور جایگزین، از سیکلوهاگزان با خلوص بالا [نقطه جوش °C ۸۰ (°F ۱۷۶)]، ایزواکتان (۲، ۲ و ۴ تری متیل پنتان) [نقطه جوش °C ۹۹٫۳ (°F ۲۱۱)]، یا هگزا دکان [نقطه جوش °C ۲۸۷٫۵ (°F ۵۴۹٫۵)] استفاده کنید.

۷-۶ نرمال بوتیل سولفید (CH₃CH₂CH₂CH₂)₂S

۸-۶ اکسیژن، با درجه خلوص بالا، به عنوان گاز واکنش دهنده استفاده می‌شود.

هشدار - اکسیژن به شدت آتش زا است. بند الف - ۵ را ببینید.

۹-۶ پتاسیم یدید (KI)، دانه‌های ریز.

۱۰-۶ سدیم آزید (Na N₃)، دانه‌های ریز.

هشدار - سدیم آزید بسیار سمی است و ممکن است در اثر با ضربه، اصطکاک یا گرما واکنش دهد.

۱۱-۶ گوگرد، محلول استاندارد (با غلظت حدود ۳۰ mg/kg)، ۱۰ ml از محلول ذخیره گوگرد (واکنشگر بند ۶-۱۲) را با پیپت برداشته و درون یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml بریزید و با ایزواکتان به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

یادآوری - ممکن است فرد آزمون‌گر ترکیبات گوگردی دیگری را مناسب با محدوده جوش نمونه و نوع گوگردی که محدوده غلظتی گوگرد پیش بینی شده را پوشش دهد به عنوان محلول‌های استاندارد انتخاب کند.

۱۲-۶ گوگرد، محلول ذخیره استاندارد (با غلظت حدود (μg/g) ۳۰۰ قسمت در میلیون)، g ۰/۵۰۰۰ نرمال بوتیل سولفید را به درستی درون یک بالن حجم‌سنجی ۵۰۰ میلی‌لیتر از قبل صفر شده، وزن کنید. تا خط نشانه با ایزواکتان رقیق کرده و دوباره وزن کنید.

$$S, \text{mg/kg} = \frac{\text{g of } n\text{-butyl sulfide} \times 0.2187 \times 10^6}{\text{g of } (n\text{-butyl sulfid} + \text{solvent})} \quad (3)$$

۱۳-۶ نمونه (های) بررسی کالیبراسیون، قسمت‌هایی از یک یا چند نفت مایع یا استانداردهای فرآورده که مقدار گوگرد معلومی دارند و در تولید منحنی کالیبراسیون استفاده نشده‌اند. همان طور که در بند ۹ توضیح داده شد، تعدادی نمونه یا نمونه‌های بررسی کالیبراسیون باید برای تأیید اعتبار منحنی کالیبراسیون استفاده شود.

۶-۱۴ نمونه (های) کنترل کیفیت (QC)، قسمت‌هایی از یک یا چند مواد نفتی گازی که پایدار و نماینده نمونه‌های مورد آزمون هستند. همان طور که در بند ۱۱ توضیح داده شده است، این نمونه‌های کنترل کیفیت برای تایید این که فرآیند آزمون تحت کنترل آماری است، می‌توانند استفاده شوند.

۷ نمونه برداری

۷-۱ نمونه‌های آزمایشگاه را در سیلندر فشار بالا طبق دستورکارهای شرح داده شده در استاندارد ملی ایران به شماره ۷۲۴۷ و ASTM F 307، تهیه کنید.

۷-۲ به دلیل واکنش‌پذیری اکثر ترکیبات گوگردی، بهتر است از سیلندرهای با پوشش داخلی TFE-فلوروکربن^۱ یا محفظه‌های مخصوص دیگر استفاده شود. نمونه‌ها را در اسرع وقت پس از دریافت آزمایش کنید.

۸ آماده‌سازی دستگاه

۸-۱ لوله پیرولیز از جنس کوارتز را به دقت وارد کوره پیرولیز کنید و خطوط گاز حامل و واکنشگر را متصل کنید.

۸-۲ محلول الکترولیت را به سل تیتراسیون اضافه کنید و چندین بار پر و خالی کنید. سطح الکترولیت را بین ۳/۲ mm تا ۶/۴ mm بالای الکترودهای پلاتینی نگه دارید.

۸-۳ نوار گرم‌کننده را روی ورودی سل تیتراسیون قرار دهید.

۸-۴ در دهانه خروجی لوله پیرولیز ۲۵ mm پشم کوارتز را بصورت شل قرار دهید. انتهای پشم کوارتز لوله خروجی باید در قسمت داغ لوله پیرولیز باشد.

۸-۵ بسته به ابزارهای استفاده شده، سل تیتراسیون را طوری سوار کنید تا اختلاط کافی محتویاتش ممکن باشد و ورودی سل را به انتهای خروجی لوله پیرولیز وصل کنید. الکترودهای فویل پلاتینی (بر روی قسمت قابل حرکت بالای سل سوار شده‌اند) را طوری قرار دهید تا جریان گاز ورودی با الکترودهای آند مولد که مجاور به کاتد مولد هستند موازی شود. کولن سنج و ثبات (انتگرال‌گیر اختیاری) را همان طور که طراحی شده یا طبق دستورکار سازنده وصل و سوار کنید. شکل الف-۲ شکل کلی دستگاه کولن‌سنج و جریان گاز درون آن را نشان می‌دهد.

۸-۵-۱ نوار گرم‌کننده را روشن کنید.

۸-۶ نرخ گازها، دمای کوره پیرولیز، سل تیتراسیون، و کولن سنج را در شرایط عملیاتی مطلوب تنظیم کنید. شرایط عملیاتی معمول در جدول ۲ آورده شده است.

۹ کالیبراسیون و استانداردسازی

۹-۱ یک سری از محلول‌های کالیبراسیون را که گستره غلظت مورد انتظار گوگرد را پوشش می‌دهد، آماده کنید. دستور کار ۶-۱۳ و ۶-۱۴ را دنبال کنید، و یا تا سطح مناسب با ایزواکتان رقیق کنید.

1 - THF- fluorocarbon- coated

۲-۹ متغیرهای عملیاتی را تنظیم کنید (بند ۸-۵)

یادآوری- با نسبت ۸۰٪ اکسیژن به ۲۰٪ گاز بی اثر، استفاده از یک نمونه بزرگتر و نرخ شارژ بیشتر با بازیابی قابل قبول امکان پذیر است .

۳-۹ اندازه نمونه می‌تواند هم به صورت حجمی و هم به صورت جرمی تعیین شود. اندازه نمونه باید ۰.۸٪ ظرفیت سرنگ یا کمتر از آن باشد .

۱-۳-۹ اندازه‌گیری حجمی را می‌توان با پرکردن سرنگ با حدود ۸ µl یا کمتر از نمونه به دست آورد. دقت کنید که حباب‌ها حذف شوند . پیستون را عقب کشیده تا انحنای سطح پایینی مایع روی خط نشانه ۱ µl قرار گیرد و حجم مایع درون سرنگ را یادداشت کنید. پس از تزریق نمونه پیستون را عقب کشیده تا انحنای سطح پایینی مایع روی خط نشان ۱ µl قرارگیرد و حجم مایع درون سرنگ را دوباره یادداشت کنید. اختلاف دو حجم خوانده شده حجم نمونه تزریق شده است .

۲-۳-۹ روش دیگر آن است که برای اندازه‌گیری مقدار نمونه تزریق شده می‌توان وسیله تزریق نمونه را قبل و بعد از تزریق نمونه وزن کرد. این روش آزمون دقت بیشتری از روش حجمی دارد به شرطی که ترازوی با دقت ± 0.01 g استفاده شود.

جدول ۲- شرایط عملیاتی معمول

۱۶۰	جریان گاز واکنش دهنده (اکسیژن)، cm^3/min
۴۰	جریان گاز حامل (آرگون ، هلیوم ، نیتروژن)، cm^3/min
	دمای کوره ، °C :
۷۰۰	منطقه ورودی
۸۰۰	منطقه پیرولیز
۸۰۰	منطقه خروجی
تنظیم شده برای تولید اختلاط کافی	سل تیتراسیون :
	کولن سنج :
۱۶۰	ولتاژ مبنا، mv
پایین (تقریباً ۲۰۰)	افزایش بهره

۴-۹ سوزن سرنگ را از طریق سپتوم ورودی تا حدود مخزن سرنگ وارد کرده و نمونه یا محلول استاندارد را با نرخ یکنواخت که از $0.1 \mu\text{l/s}$ تا $0.2 \mu\text{l/s}$ تجاوز نکند، تزریق کنید . هنگامی که یک سرنگ میکرولیتری خودکار استفاده می‌شود نرخ تزریق (حجم/ پالس) ، باید برای تحویل $0.1 \mu\text{l/s}$ تا $0.2 \mu\text{l/s}$ کالیبره گردد .

۵-۹ اندازه‌گیری هر محلول استاندارد کالیبراسیون حداقل سه مرتبه تکرار شود .

یادآوری- همه گوگرد موجود در نمونه بصورت SO_2 قابل تیتراژ کوره بیرون نمی آید . در شرایط اکسایش شدید لوله پیرولیز مقداری از گوگرد به SO_3 تبدیل می‌شود که با تیتراژکننده واکنش نمی دهد . از این رو محلول‌های گوگرد تهیه شده از نرمال بوتیل سولفید در ایزواکتان یا محلولهای استاندارد گوگرد مناسب گستره جوش نمونه ، نوع و غلظت گوگرد باید طوری تهیه شوند که استانداردسازی مناسب را تضمین کنند . بازیابی‌های کمتر از ۷۵٪ مشکوک در نظر گرفته شوند . بازیابی کم ، به کاربر نشان می‌دهد

که او باید متغیرها، روشهای عملیاتی و سیستم کولن سنجی را بررسی نماید. اگر دستگاه به درستی عمل نماید بازیابی % ۷۵ تا % ۹۰ مورد انتظار است.

۶-۹ درصد گوگرد یافت شده توسط کولن سنج را مطابق رابطه ۴ محاسبه کنید.
برای یک ثابت با محدوده ۱ mv و حساسیت ۰/۱ mv/in و سرعت ۰/۵ in/min

$$(۴) \quad \text{درصد گوگرد بازیافتی} = [(A \times ۱.۹۹)/(R \times S \times \frac{V_L}{۱۰۰۰})] \times ۱۰۰$$

که در آن :

A سطح، بر حسب سانتی متر مربع؛

R تنظیمات محدوده کولن سنج، بر حسب اهم؛

S_0 غلظت معلوم گوگرد در مخلوط استاندارد، بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر؛

V_L حجم مخلوط استاندارد تزریق شده، بر حسب میکرولیتر.

۹-۶-۱ برای یک انتگرال گیر دیسکی:

$$(۵) \quad \text{درصد گوگرد بازیافتی} = [(C \times ۱.۹۹ \times ۱۰^{-۳})/(R \times S \times \frac{V_L}{۱۰۰۰})] \times ۱۰۰$$

که در آن :

C تعداد قلم انتگرال گیر در مقیاس کامل $100 \times$

نحوه بدست آوردن روابط در پیوست ب آمده است.

۹-۶-۲ برای یک انتگرال گیر الکترونیکی:

$$(۶) \quad \text{درصد گوگرد بازیافتی} = \frac{A}{B} \times ۱۰۰$$

(با استفاده از اندازه‌های ثابت نمونه)

که در آن :

A نتیجه انتگرال گیر، بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم و

B غلظت معلوم گوگرد در مخلوط استاندارد، بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم.

یادآوری- برای توضیح بیشتر نحوه محاسبات استاندارد ASTM D3120 را ببینید.

۹-۶-۳ برای دستگاه مجهز به ریزپردازنده یا کامپیوتر، نرم افزار همراه دستگاه ممکن است برای محاسبات خودکار استفاده شود.

۹-۷ در صورتی که کسری از گوگرد تبدیل شده به SO_2 کمتر از % ۷۵ محلول‌های استاندارد قرار گیرد، محلول‌های استاندارد تازه تهیه شود. اگر همچنان ضریب تبدیل پایین باشد باید جزئیات روش بررسی شود.

۹-۸ میانگین ضریب کالیبراسیون، F ، بر حسب $\mu g S/cm^2$ را به شرح زیر محاسبه کنید.

$$F = (S \times \frac{V_L}{1000})/A \quad (7)$$

۱۰ تضمین کیفیت (QA)

۱-۱۰ نمونه(های) بررسی کالیبراسیون، بعد از هر کالیبراسیون باید نمونه‌ای با مقدار گوگرد معلوم آزمون شود. همچنین این نمونه می‌تواند بطور دوره‌ای طی یک سری آزمون برای بررسی عملکرد دستگاه و اعتبار منحنی کالیبراسیون آزمون گردد.

۱-۱۰-۲ نمونه(های) کنترل کیفیت (QC)، با آزمون نمونه کنترل کیفیت (بند ۶-۱۴ را ببینید) عملکرد دستگاه و روش انجام آزمون را تایید کنید.

۱-۱۰-۲-۱ اگر الحاقیه‌های QC/QA برای سهولت آزمون موجود باشند، ممکن است برای تایید اعتبار نتیجه آزمون استفاده شوند.

۱-۱۰-۲-۲ اگر الحاقیه‌های QC/QA برای سهولت آزمون موجود نباشند، پیوست ب می‌تواند به عنوان سیستم QC/QA استفاده شود.

۱۱ روش آزمون

۱-۱۱ یک سپتوم لاستیکی سیلیکونی را درون بوشینگ^۱ قرار داده و آنرا به شیر سیلندر نمونه که حاوی نمونه گازی می‌باشد وصل کنید (نمونه‌های گازی مایع شده به شدت قابل اشتعال هستند، بند الف-۷ را ببینید). برای خارج کردن هوا از تمام اتصالات ضربه ای به شیر سیلندر بزنید و سپس بوشینگ را به سمت پایین بچرخانید تا مقدار کمی فشار برگشتی روی سپتوم اعمال شود. شیر سیلندر را تا آماده شدن سرنگ گازی برای پرشدن ببندید.

۱-۱۱-۲ شیر سیلندر نمونه را بیچانید تا جریان کمی از گاز اطراف سپتوم آشکار شود. سرنگ گازی را با دقت وارد سپتوم کنید.

هشدار- فشار بالا خطرناک است. بند الف- ۸ را ببینید.

۱-۱۱-۳ پیستون سرنگ را عقب کشیده و اجازه دهید گاز از طریق سرنگ جریان پیدا کند. بعد از زمان کافی برای پر و خالی کردن سرنگ با نمونه، پیستون را عقب کشیده تا حداقل 5 cm^3 از گاز پر شود.

۱-۱۱-۴ نوک سوزن را به زحمت وارد سپتوم کنید و $5,0 \text{ cm}^3$ گاز را با نرخ ثابت و طی ۱۵ ثانیه به درون دستگاه تزریق کنید. غلظت گوگرد را به روش شرح داده شده در بندهای ۹-۲ تا ۹-۷ اندازه‌گیری کنید.

۱-۱۱-۵ غلظت گوگرد می‌تواند تعیین کننده حجم نمونه موردنیاز آزمون باشد.

۱-۱۱-۶ نتیجه آزمون با سرنگ خالی را با نتایج آزمون گزارش کنید.

۱۲ محاسبات

۱-۱۲ مقدار گوگرد نمونه بر حسب بر حسب قسمت در میلیون وزنی از رابطه (۸) محاسبه می‌شود:
(۸) $\text{mg/kg} = \frac{A \times F}{W}$ مقدار گوگرد بر حسب،

که در آن :

A سطح زیر منحنی، با در نظر گرفتن سطح زیر منحنی سرنگ خالی، بر حسب سانتی متر مربع با استفاده از همان گستره کالیبراسیون (Ω).

W وزن نمونه، بر حسب گرم

F ضریب کالیبراسیون، بر حسب $\mu\text{g S/cm}^2$.

برای گازها :

$$W = \frac{V_g \times \gamma \times P \times M}{(\gamma + C) \times V_f \times X \times 10^6} \quad (9)$$

که در آن :

V_g حجم گاز، بر حسب سانتی متر مکعب؛

P فشار بارومتر، بر حسب میلی متر جیوه؛

M وزن مولکولی گاز، بر حسب گرم بر مول؛

C دمای گاز، بر حسب درجه سانتی گراد.

برای اتیلن در 23°C و 760 mm Hg :

$$W = V_g \times 0.001154 \quad (10)$$

برای مایع :

$$W = V_L / 1000 \times d \quad (11)$$

که در آن :

V_L حجم مایع، بر حسب میکرولیتر و

d دانسیته، بر حسب گرم بر میلی لیتر.

۱۲-۲ برای دستگاه‌های مجهز به ریزپردازنده یا کامپیوتر، نرم افزار دستگاه ممکن است برای محاسبه خودکار مقدار گوگرد نمونه بر حسب قسمت در میلیون (ppm) وزنی به کار رود.

۱۳ دقت و انحراف

۱-۱۳ معیارهای زیر برای قضاوت پذیرش نتایج باید استفاده شوند.

۱۳-۱-۱ تکرارپذیری، اختلاف بین نتایج آزمون متوالی که توسط یک آزمون‌گر با یک دستگاه تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان که در مدت زمان طولانی، در عملیات عادی و صحیح روش آزمون به دست آمده است، تنها در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر زیر تجاوز می‌کند.

محدوده یا نوع نمونه	تکرارپذیری
۰ تا ۱۰ mg/kg	۰٫۴ mg/kg

۱۳-۱-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین نتیجه دو آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمون‌گرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف روی مواد آزمون یکسان که در مدت زمان طولانی به دست آمده است، تنها در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر زیر تجاوز می‌کند.

محدوده یا نوع نمونه	تکرارپذیری
۰ تا ۱۰ mg/kg	۵ mg/kg

۱۳-۲ انحراف

از آن جایی که مواد مرجع تصدیق شده حاوی مقدار جزئی گوگرد در اتیلن در دسترس نیست، انحراف در این روش آزمون قابل تعیین نمی‌باشد.

۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۴ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۴ کل جزییات لازم برای شناسایی فرآورده آزمون شده؛
- ۳-۱۴ نوع و مشخصات کامل محصول مورد آزمون؛
- ۴-۱۴ نتایج آزمون با تقریب ۰٫۱ mg/kg؛
- ۵-۱۴ هر گونه انحراف از روش آزمون مشخص شده؛
- ۶-۱۴ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛
- ۷-۱۴ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛
- ۸-۱۴ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف
(الزامی)
بیانیه‌های هشدار

الف-۱ استیک اسید

الف-۱-۱ هشدار- استیک اسید ممکن است باعث سوختگی شدید در پوست و چشم‌ها شود. تنفس طولانی مدت بخار غلیظ آن ممکن است خطرناک باشد. از تماس آن با پوست، چشم‌ها و لباس اجتناب کنید. در هنگام استفاده از آن، محیط از تهویه کافی برخوردار باشد.

الف-۲ گازهای متراکم آرگون، هلیوم، نیتروژن

الف-۲-۱ هشدار- گاز فشرده تحت فشار بالا خطرناک است.

گاز اکسیژن موجود برای تنفس را کاهش می دهد. محفظه را بسته نگه دارید. از تهویه کافی استفاده کنید. قبل از ورود به مکان نگه‌داری کپسول‌ها از تهویه کامل آن مطمئن شوید. همیشه از یک تنظیم‌کننده فشار استفاده کنید. قبل از باز کردن سیلندر تنش تنظیم‌کننده را رها کنید. گاز درون سیلندر را به سیلندر دیگری انتقال ندهید. گازها را درون سیلندر مخلوط نکنید. سیلندر را نیندازید. مطمئن شوید که همیشه سیلندر مهار شده است. هنگامی که شیر سیلندر را باز می کنید از خروجی آن فاصله بگیرید. سیلندر را از خورشید و گرما دور نگه دارید. سیلندرها را از محیط خورنده دور نگه دارید. سیلندر بدون برچسب را استفاده نکنید. سیلندری که بدنه آن فرو رفته یا آسیب دیده را استفاده نکنید. فقط برای مصارف فنی. برای اهداف تنفس استفاده نکنید.

الف-۳ ید

الف-۳-۱ هشدار- بخارات ید به شدت سمی است.

می‌تواند سبب سوزش و سوختگی چشم‌ها، بینی و حلق شود.
از گرم کردن و تنفس طولانی بخارات اجتناب کنید.
از تماس آن با پوست بپرهیزید.

الف-۴ ایزواکتان

الف-۱-۴ هشدار- ایزواکتان به شدت قابل اشتعال است.

اگر تنفس شود مضر است.

بخارات ممکن است سبب آتش لحظه‌ای شوند.

از گرما، جرقه و شعله مستقیم دور نگه دارید.

ظرف را بسته نگه دارید.

از تهویه کافی استفاده کنید.

از جمع شدن بخارات بپرهیزید و تمام منابع احتراق، به خصوص دستگاه‌های الکتریکی که منجر به انفجار می‌شوند و گرمکن‌ها را حذف کنید.

از تنفس طولانی بخارات یا مه‌افشان خودداری کنید.

از تماس طولانی یا مکرر با پوست بپرهیزید.

الف-۵ اکسیژن

الف-۵-۱ هشدار- اکسیژن به شدت آتش‌زا است.

روغن و گریس را دور از آن نگه دارید.

از به کار بردن روغن یا گریس در تنظیم کننده‌ها، گیج‌ها و یا تجهیزات کنترلی اجتناب کنید.

فقط از تجهیزاتی که برای استفاده از اکسیژن به دقت تمیز شده و از روغن، گریس و دیگر مواد قابل احتراق پاک شده باشند، استفاده کنید.

مواد قابل احتراق را از اکسیژن دور نگه دارید و منابع احتراق را حذف کنید.

سطوح را تمیز نگه دارید تا از انفجار یا احتراق یا هر دو در اثر تماس با اکسیژن جلوگیری شود.

همیشه از یک تنظیم کننده فشار استفاده شود.

قبل از باز کردن سیلندر تنش تنظیم کننده را رها کنید.

تمام تجهیزات و محفظه‌های استفاده شده باید مناسب و توصیه شده برای استفاده از اکسیژن باشند.

هرگز تلاش نکنید اکسیژن را از درون سیلندری که آن را دریافت کرده‌اید به درون سیلندر دیگری انتقال دهید.

گازها را درون سیلندر مخلوط نکنید.

سیلندر را دور نیندازید.

مطمئن شوید که همیشه سیلندر ایمن است.

هنگامی که از سیلندر استفاده نمی‌شود شیر آن را بسته نگه دارید.

هنگام باز کردن شیر سیلندر از آن فاصله بگیرید.
فقط برای استفاده فنی.
برای اهداف تنفس از آن استفاده نکنید.
سیلندر را به دور از خورشید و گرما نگه دارید.
سیلندرها را از محیط خورنده دور نگه دارید.
سیلندر بدون بر چسب را استفاده نکنید.
سیلندره‌های ضربه دیده و آسیب دیده را استفاده نکنید.
برای استفاده ایمن از اکسیژن جزییات را در کتابچه‌های نشر انجمن گازهای فشرده، G-4 و G-4-1 ببینید.

الف-۶ سدیم آزید

الف-۶-۱ هشدار- سدیم آزید به شدت سمی است.
استنشاق آن ممکن است سبب حالت تهوع، تنگی نفس، سرگیجه و سردرد شود.
تماس با غبار آن ممکن است سبب سوزش چشم شود.
از تنفس غبار یا بخارات محلول‌های اسیدی آن بپرهیزید.
از تماس با پوست، چشم‌ها و لباس بپرهیزید.
پس از تماس آن را کاملاً شستشو دهید.

الف-۷ گاز قابل اشتعال

الف-۷-۱ هشدار- گاز تحت فشار (مایع شده) به شدت قابل اشتعال است.
از گرما، جرقه و شعله مستقیم دور نگه دارید.
از تهویه کافی استفاده کنید.
سیلندر را هرگز نیندازید.
مطمئن شوید که سیلندر همیشه مهار شده است.
سیلندر را از خورشید و گرما دور نگه دارید.
همیشه از یک تنظیم کننده فشار استفاده کنید.
قبل از باز کردن سیلندر تنش تنظیم کننده را رها کنید.
محتویات سیلندر را به سیلندر دیگری منتقل نکنید.

الف-۸ گاز قابل اشتعال

الف-۸-۱ هشدار- زمانی که سیلندر استفاده نمی‌شود، شیر آن را بسته نگه دارید.
گاز را استنشاق نکنید.
قبل از ورود به مکان نگهداری کپسول‌ها از تهویه کامل آن مطمئن شوید.
هنگامی که شیر سیلندر را باز می‌کنید از خروجی آن فاصله بگیرید.

سیلنדרها را از محیط خورنده دور نگه دارید.

سیلندر بدون برچسب را استفاده نکنید.

سیلندری که بدنه آن فرو رفته یا آسیب دیده را استفاده نکنید.

فقط

برای

مصارف

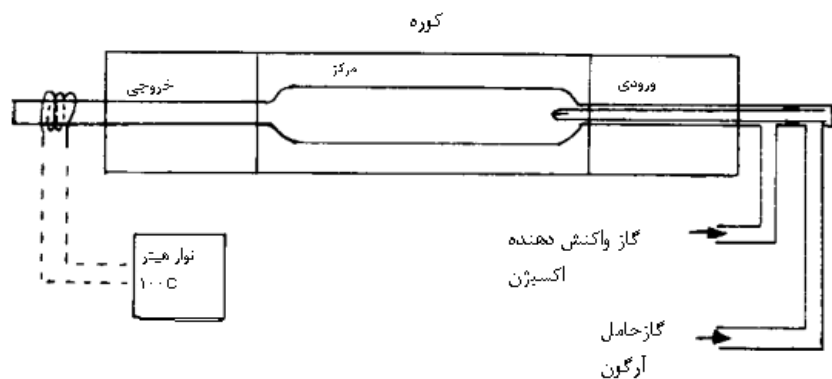
فنی.

پیوست ب (اطلاعاتی)

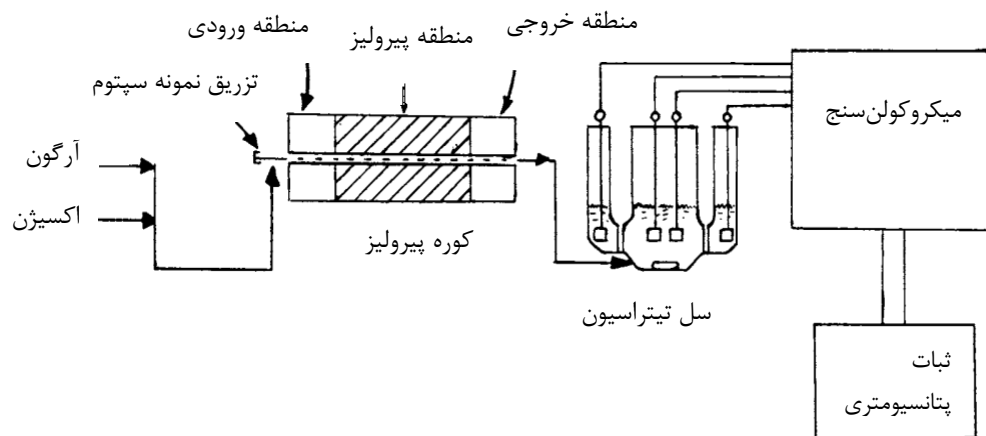
نحوه به دست آوردن محاسبات کولن سنجی استفاده شده در بند ۱۲-۱

ب-۱ چیدمان لوله پیرولیز و کوره ممکن است طوری ساخته شود که به طور مطلوب متغیرهای عملیاتی را برآورده سازد. شکل ب-۱، نمونه ای از دستگاه در حال استفاده است.

ب-۲ در شکل ب-۲ یک نمونه دستگاه کولن سنجی سوار شده و جریان گاز اکسیدکننده برای اندازه گیری مقادیر بسیار جزئی گوگرد نشان داده شده است.



شکل ب-۱ لوله پیرولیز



شکل ب-۲ پیکربندی دستگاه کولن سنجی برای اندازه گیری مقادیر بسیار جزئی گوگرد

ب-۳ نحوه به دست آوردن روابط

ب-۳-۱ نحوه به دست آوردن روابط مورد استفاده در بند محاسبات بر اساس جایگزینی کولن سنجی یون های تری یدید (ید) مصرف شده در واکنش سل تیتراسیون ($I_3^- \rightarrow 3I^- + H^+$) است. مقدار واکنش دهنده تشکیل شده (یون های تری یدید) بین شروع و قطع جریان در پایان تیتراسیون به طور مستقیم متناسب با بار خالص منتقل شده، Q، می باشد.

ب-۳-۲ در اغلب کاربردها جریان ثابت به کار می رود تا این که از حاصل ضرب جریان تولید شده، i، بر حسب آمپر (کولن بر ثانیه) در زمان، t (ثانیه) مورد نیاز برای رسیدن به نقطه پایان، مقدار بار، Q (کولن) مورد نیاز برای تولید ید واکنش دهنده، Q=it باشد. بنابراین تعداد هم ارزهای واکنش دهنده برابر Q/F است، که در آن F ثابت فارادی و ۹۵۵۰۰ درجه سانتی گراد بر اکی والان است.

ب-۳-۳ بنابراین برای پیدا کردن مقدار جرم واکنش دهنده باید عبارت زیر حل شود.

$$\text{جرم نمونه, g} = \frac{\frac{Q(\Omega) \times 10^6}{FC} \times \frac{10^6}{eq}}{eq} = \text{غلظت گوگرد} \times \text{mass of sample, g} \quad (\text{ب-۱})$$

$$\mu\text{g S} = A \text{cm}^2 \times \frac{0.1 \text{mv} \times \frac{1 \text{min}}{\text{cm}} \times \frac{60 \text{s}}{\text{min}} \times 10^{-3} \text{V} \times \frac{10^6 \text{g}}{\text{eq}} \times \frac{10^6 \mu\text{g}}{\text{g}}}{R(\Omega) \times \frac{95000 \text{C}}{\text{eq}} \times \frac{A \cdot \text{s}}{\text{C}} \times f} \quad (\text{ب-۲})$$

که در آن:

$A \text{ cm}^2$ سطح زیر پیک اندازه گیری شده بر حسب اینچ مربع؛

0.1 mv/cm محدوده میلی ولت انحراف ثابت؛

1 min/cm سرعت نمودار بر حسب دقیقه بر اینچ؛

60 s/min واحد تبدیل زمان دقیقه به ثانیه؛

10^{-3} V/mv واحد تبدیل ولت به میلی ولت؛

10^6 g/eq هم ارز گرم گوگرد؛

$10^6 \mu\text{g/g}$ ضریب تبدیل میکروگرم بر حسب گرم؛

$R(\Omega)$ تنظیم تغییر محدوده میکروکولن سنج (اهم).

با جایگزینی $V/R=I(\text{amps})$

$$A \text{ cm}^2 \times \frac{0.1 \text{mv}}{\text{cm}} \times \frac{1 \text{min}}{\text{cm}} \quad (\text{ب-۳})$$

$$Q(A \cdot s) = \frac{60 \text{s} \times 10^{-3} \text{V}}{R(\Omega)} \quad (\text{ب-۴})$$

$=F$ ثابت فارادی (هم ارز الکتریکی هر گرم- هم ارز جرمی هر ماده) 96500 C/eq

$A.s/^{\circ}C$ ضریب تبدیل کولن به آمپر-ثانیه

f ضریب بازیابی (نسبت قسمت در میلیون (ppm) گوگرد اندازه گیری شده در استاندارد به ppm گوگرد معلوم استاندارد)

بنابراین :

$$\mu\text{g S} = \frac{A \times 10^{-2} \times 10^{-2} \times A.s \times \frac{16\text{g}}{\text{eq}} \times 10^{-6} \frac{\mu\text{g}}{\text{g}}}{R \times \frac{96500 \text{C}}{\text{eq}} \times \frac{A.s}{\text{C}} \times f} \quad (\text{ب-۵})$$

بنابراین :

$$\mu\text{g S} = \frac{A \times 10^{-2} \times 10^{-2} \times 16 \times 10^{-6}}{R \times 96500 \times f} \quad (\text{ب-۶})$$

بنابراین:

$$\mu\text{g S} = \frac{A \times 1.99}{R \times f} \quad (\text{ب-۷})$$

از آنجایی که : $\text{ppm} = \mu\text{g/g}$

$$\text{ppm S} = \frac{A \times 1.99}{R \times f \times \text{volume}, \mu\text{L} \times 10^{-3} \frac{\text{mL}}{\mu\text{L}} \times \text{density}, \frac{\text{g}}{\text{mL}}} \quad (\text{ب-۸})$$

$$\text{ppm S} = \frac{A \times 1.99 \times 10^{-3}}{R \times f \times \text{volume} \times \text{density}} \quad (\text{ب-۹})$$

از آنجایی که : $\text{دانشیته} \times \text{حجم} = \text{جرم}$

$$\text{ppm S} = \frac{A \times 1.99}{R \times F \times \text{mass}, \text{g}} \quad (\text{ب-۱۰})$$

ب-۱-۳-۴ نحوه بدست آوردن روابط در انتگرال گیر دیسکی، A در رابطه ب-۷ به صورت in^2 (اینچ

مربع) بیان شده است، گرچه ممکن است همچنین به صورت تعداد شمارشها^۱ بیان شود.

بنابراین، $10^{-2} \times$ تعداد شمارشها $= A \text{ in}^2$ از آنجایی که ۱۰۰۰ شمارش $= 1 \text{ in}^2$ بنابراین با جایگذاری

A در رابطه ب-۵ می دهد:

$$\mu\text{g S} = \frac{\text{counts} \times 1.99 \times 10^{-2}}{R \times f} \quad (\text{ب-۱۱})$$

پس :

$$\text{ppm S} = \frac{\text{counts} \times 1.99}{R \times \text{volume}, \mu\text{L} \times \text{density}, \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times f} \quad (\text{ب-۱۲})$$

$$\text{ppm S} = \frac{\text{counts} \times 1.99 \times 10^{-2}}{R \times \text{mass}, \text{g} \times f} \quad (\text{ب-۱۳})$$

یادآوری - تعداد دوره‌های کامل رفت و برگشتی $\times 100 =$ تعداد شمارش‌ها

پیوست پ
(اطلاعاتی)
نظارت بر کنترل کیفیت

- پ-۱ عملکرد دستگاه یا روش انجام آزمون را با آنالیز نمونه‌های کنترل کیفیت تایید کنید .
- پ-۲ قبل از پایش فرایند اندازه‌گیری ، کاربر این روش آزمون نیاز دارد مقدار متوسط و حدود کنترلی نمونه QC را تعیین کند. استانداردهای ASTM D6299 و MNL 7 را مشاهده کنید.
- پ-۳ نتایج کنترل کیفیت را نوشته و توسط نمودارهای کنترل یا روش‌های آماری جایگزین دیگر برای تعیین وضعیت کنترل آماری کل فرایند آزمون، آن‌ها را تجزیه و تحلیل کنید. در صورت عدم وجود الزامات صریح و روشن داده شده در روش آزمون، این بند راهنمایی‌هایی روی فراوانی آزمون QC ارائه می‌کند. استانداردهای ASTM D6299 و MNL 7 را مشاهده کنید. هرگونه داده خارج از کنترل را برای ریشه‌یابی علت، بررسی نمایید. نتایج این تحقیقات ممکن است، اما نه لزوماً، منجر به کالیبراسیون مجدد دستگاه شود.
- پ-۴ فراوانی تست کنترل کیفیت بستگی به درجه اهمیت کیفیت اندازه‌گیری، نشان دادن ثابت بودن فرایند آزمون و الزامات مشتری دارد. بطور کلی یک نمونه کنترل کیفیت باید هر روز با نمونه‌های روزمره آزمون گردد. در صورتی که تعداد نمونه‌های روزمره آزمون افزایش یابد فراوانی نمونه‌های کنترل کیفیت باید زیاد شود. با این حال اگر نتایج نشان دهد که آزمون تحت کنترل آماری است فراوانی آزمون‌ها ممکن است، کاهش یابد. برای اطمینان از کیفیت داده‌ها، دقت آزمون نمونه QC باید به صورت دوره‌ای در برابر دقت این روش آزمون بررسی گردد. استانداردهای ASTM D6299 و MNL 7 را مشاهده کنید.
- پ-۵ توصیه می‌شود در صورت امکان، نوع نمونه QC که به صورت منظم آزمون می‌شود نماینده ماده روزمره مورد آزمون باشد. نمونه عرضه شده به‌عنوان نمونه QC برای دوره در نظر گرفته شده باید برای استفاده در دسترس بوده و تحت شرایط ذخیره‌سازی همگن و پایدار باشد.
- پ-۶ استانداردهای ASTM D6299 و MNL 7 را برای اطلاعات بیشتر در تکنیک‌های کنترل نمودار و QC ببینید.