



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۹۳۹

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

19939

1st.Edition

2016

فراورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به روش
لامپ - روش آزمون

**Petroleum products- Determination of
sulfur by lamp method - Test method**

ICS: 75.080

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۱۲۹۴

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران-ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۱-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.org>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.org>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران 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 منصفانه 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 مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (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 کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه 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 یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« فراورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به روش لامپ - روش آزمون »

رئیس:

قدسی نژاد، رضا
(کارشناسی شیمی)

کارشناس - شرکت پالایش نفت تهران

سمت و/یا محل اشتغال:

دبیر:

آسایی اردکانی، آمیتیس
(کارشناسی شیمی کاربردی)

کارشناس - اداره استاندارد کاشان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آرین، ندا
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

دانشگاه کاشان

ابراهیمی، مهرداد
(کارشناسی مهندسی ایمنی)

مدیر پشتیبانی - شرکت مشاوران آزمایش نفت ایرانیان

اصغریان مرزآباد، محیا
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کاردان تحقیق و توسعه - شرکت نفت پارس

حاج ابراهیمی، مجید
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس مسئول فنی - شرکت نفت سپاهان

جمشیدی، پریرسا
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کارشناس پژوهش - اتحادیه صادرکنندگان نفت، گاز و پتروشیمی

حائری، طاهره
(کارشناسی ارشد شیمی دریا)

کارشناس آزمایشگاه - مرکز تحقیقات رنگ امیرکبیر

رادی، پانته آ
(کارشناسی شیمی کاربردی)

کارشناس نظارت بر اجرای استاندارد - سازمان ملی استاندارد

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس پژوهش - شرکت نفت ایرانول

زارع، الهام

(کارشناسی ارشد شیمی)

رئیس آزمایشگاه استاندارد - پژوهشگاه صنعت نفت

شجاع، سید محمد رضا

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

مدیر فنی - شرکت مشاوران آزمایش نفت ایرانیان

سید معصومیان، سلاله

(کارشناسی شیمی کاربردی)

مسئول کیفی - شرکت کاسترول

کرم دوست، ساناز

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس کیفی - شرکت ساپکو

کشوری، عباسعلی

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

رئیس آزمایشگاه - شرکت ملی پخش فرآورده‌های نفتی ایران

مسجدسرایبی، مهدی

(کارشناسی مهندسی شیمی)

کارشناس ارشد پژوهش - شرکت نفت ایرانول

نیک سیرت، نازلی

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

کارشناس تحقیق و توسعه - شرکت نفت پارس

وهاب زاد، سحر

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

ویراستار:

معاون پژوهشگرده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

امینیان، وحید

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۳	۴ اهمیت و کاربرد
۳	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۶ وسایل
۸	۷ آماده‌سازی دستگاه
۹	۸ کنترل احتراق
۱۰	۹ روش احتراق مستقیم نمونه‌های مایع
۱۲	۱۰ روش اختلاط و احتراق نمونه‌های مایع
۱۳	۱۱ تیتراسیون محلول جاذب
۱۳	۱۲ محاسبات
۱۴	۱۳ گزارش آزمون
۱۴	۱۴ کنترل کیفیت
۱۴	۱۵ دقت و اریبی
۱۶	پیوست الف (الزامی) روش آزمون اندازه‌گیری مقادیر ناچیز گوگرد
۲۲	پیوست ب (الزامی) سوزاندن نمونه با هوا به روش وزن‌سنجی
۲۶	پیوست پ (الزامی) جزئیات دستگاه

پیش‌گفتار

استاندارد «فراورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به روش لامپ - روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون - های مربوط تهیه و تدوین شده است، در شصت و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده های نفتی مورخ ۹۴/۱۰/۱۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند 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 ایران استفاده کرد.

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

ASTM D1266: 2013, Standard test method for sulfur in petroleum products(Lamp method)

فراورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به روش لامپ - روش آزمون

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین گوگرد کل در غلظت‌های از ۰/۰۱ درصدجرمی تا ۰/۴ درصدجرمی (یادآوری) در فراورده‌های نفتی مایع می‌باشد. یک روش ویژه برای اندازه‌گیری گوگرد در غلظت‌های پایین تا ۵ mg/kg، در پیوست الف شرح داده شده است.

یادآوری- تعیین گوگرد در گاز نفتی مایع‌شده، در روش آزمون ASTM D2784 شرح داده شده است که با این روش قابل‌مقایسه است. برای تعیین گوگرد در فراورده‌های نفتی سنگین‌تر که قابل سوزاندن در یک لامپ نیستند، روش دستگاه تجزیه در فشار بالا (ASTM D129)، روش لوله کوارتزی (IP 63) یا روش دمای بالا (ASTM D1552) را ببینید.

۲-۱ روش سوزاندن مستقیم (بند ۹) برای آزمون موادی مانند بنزین، نفت سفید، نفتا و دیگر مایعاتی که می‌توانند به‌طور کامل در یک لامپ فتیله‌ای بسوزند، کاربرد دارد. روش اختلاط (بند ۱۰) برای آزمون نفت‌گاز و نفت کوره حاصل از تقطیر، نفتنیک‌اسیدها، آلکیل‌فنل‌ها، فراورده‌های نفتی با مقدار گوگرد بالا و بسیاری از مواد دیگر که نمی‌توانند با روش سوزاندن مستقیم، به‌طور رضایت‌بخشی بسوزند، به کار می‌رود.

۳-۱ ترکیبات فسفردار موجود در بنزین تجاری، معمولاً مزاحمتی ایجاد نمی‌کنند. برای مقادیر کم اسید حاصل از احتراق مواد ضدکوبش سرب‌دار در بنزین، عملیات تصحیح انجام می‌شود. در صورت استفاده از روش تیتراسیون، غلظت‌های قابل‌ملاحظه عناصر تشکیل‌دهنده اسید یا باز از منابع دیگر، ایجاد مزاحمت می‌کنند چون هیچ تصحیحی برای این موارد، در نظر گرفته نشده است.

۲ مراجع الزامی^۱

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۹۳۸ : سال ۱۳۹۴، فرآورده‌های نفتی - تعیین گوگرد - روش آزمون (روش احتراق در دمای بالا و آشکارسازی با اشعه مادون قرمز)

2-2 ASTM D129:2013 Test method for sulfur in petroleum products (General high pressure decomposition device method)

2-3 ASTM D1193:2011 Specification for reagent water

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱، آب - آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 3696:1987 تدوین شده است.

2-4 ASTM D2784:2011 Test method for sulfur in liquefied petroleum gases (Oxy- hydrogen burner or lamp)

2-5 ASTM D6299:2013 Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance

2-6 ASTM D6300:2015 Practice for determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products and lubricants

2-7 ASTM D6792:2013 Practice for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories

2-8 ASTM E11: 2015 Specification for woven wire test sieve cloth and test sieves

2-9 IP 63 Sulfur content - The quarts tube method

۳ اصول کلی

۱-۳ نمونه در یک سیستم بسته سوزانده می‌شود. برای این منظور از یک لامپ مناسب (شکل ۱) و یک اتمسفر مصنوعی شامل ۷۰ درصد کربن دی‌اکساید و ۳۰ درصد اکسیژن استفاده می‌گردد تا از تشکیل نیتروژن‌اکساید جلوگیری شود. اکسیدهای گوگرد ایجاد شده جذب می‌شوند و سپس توسط محلول هیدروژن‌پراکساید و عبور جریان هوا (برای حذف کربن دی‌اکساید محلول)، به سولفوریک‌اسید، اکسید می‌شوند. مقدار گوگرد به روش اسیدسنجی توسط تیتراسیون با محلول سدیم‌هیدروکساید استاندارد یا به روش وزن‌سنجی توسط رسوب‌دادن باریم‌سولفات، به صورت سولفات در جاذب تعیین می‌شود (پیوست ب را ببینید).

۲-۳ در یک روش جایگزین، نمونه می‌تواند در هوا سوزانده شود که در این صورت با توزین رسوب باریم‌سولفات، مقدار گوگرد به صورت سولفات در جاذب تعیین می‌گردد (پیوست ب را ببینید).

یادآوری - در صورتی که به جز گوگرد، عناصر تشکیل دهنده اسید یا باز حضور نداشته باشند، دقت نتایج حاصل از روش‌های حجمی و وزنی شرح داده شده، معادل دقت روش آزمون خواهد بود.

۳-۳ برای مشخص کردن مقادیر گوگرد کمتر از ۰/۰۱ درصد جرمی، لازم است که مقدار سولفات در محلول جاذب را به روش کدرسنجی به صورت باریم سولفات تعیین کنید (پیوست الف را ببینید).

۴ اهمیت و کاربرد

۱-۴ این روش آزمون، روش پایش مقدار گوگرد در فراورده‌های نفتی و افزودنی‌های مختلف را ارائه می‌دهد. این اطلاعات می‌تواند برای پیش‌بینی خواص کارایی، جابجایی یا فرآیندی به کار رود. در برخی موارد، حضور ترکیبات گوگرد برای فراورده مفید است و پایش کاهش ترکیبات گوگرد، اطلاعات مفیدی را ارائه می‌دهد. در سایر حالات، حضور ترکیبات گوگرد برای فرایند یا کاربرد فراورده، زیان‌آور است.

۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۵ خلوص واکنشگرها

در همه آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با خلوص آزمایشگاهی استفاده شود، مگر این که به صورت دیگری مشخص شده باشد. درجات خلوص دیگر به شرط عدم کاهش صحت اندازه‌گیری نیز می‌توانند استفاده شوند.

۲-۵ خلوص آب

نوع آب مصرفی باید مشخص باشد و آب آزمایشگاهی مطابق نوع II یا نوع III ویژگی‌های ASTM D1143 استفاده شود، مگر این که به صورت دیگری مشخص شده باشد.

۳-۵ کربن دی‌اکساید و اکسیژن، کربن دی‌اکساید (CO_2) و اکسیژن (O_2) باید هر کدام دارای خلوص حداقل ۹۹/۵ درصد و منطبق با الزامات بند ۹-۵ باشند.

۴-۵ رقیق‌کننده، رقیق‌کننده مورد استفاده باید دارای مقدار گوگرد کمتر از ۰/۰۰۱ درصد جرمی باشد؛ به صورت کامل با نمونه مورد آزمون، قابل اختلاط باشد و بتواند به آرامی و بدون دود کردن بسوزد. برای این منظور نرمال هپتان، ایزواکتان و اتیل‌الکل خالص مناسب می‌باشند (یادآوری بند ۱۰-۱).

۵-۵ هیدروکلریک اسید (۱:۱۰)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl با چگالی نسبی ۱/۱۹) را با ۱۰ حجم آب مخلوط کنید.

۵-۶ محلول هیدروژن پراکساید (۱:۱۹)، یک حجم هیدروژن پراکساید غلیظ (H_2O_2 , ۳۰ درصد) را با ۱۹ حجم آب مخلوط و آن را در یک بطری تیره رنگ با در شیشه‌ای نگهداری کنید.

۵-۷ شناساگر ارغوانی متیل^۱، محلول آبی حاوی تقریباً ۰٫۱ درصد جزء اصلی فعال (بنفش متیل نباشد).

۵-۸ محلول سدیم هیدروکساید (۱۰۰ g/L)، ۱۰۰ g سدیم هیدروکساید (NaOH) را در آب حل و تا حجم ۱ L، رقیق کنید.

۵-۹ محلول استاندارد سدیم هیدروکساید (۰٫۰۵ M)، ۲٫۸ mL محلول اشباع NaOH را تا حجم ۱ L (یادآوری)، رقیق کنید. برای این منظور، محلول اشباع شفاف را که به مدت کافی، ساکن بوده و رسوب آن ته نشین شده است را سرریز و با استفاده از اسید استاندارد در حضور شناساگر ارغوانی متیل، به روش تیتراسیون، استاندارد کنید. محلول را در یک بطری شیشه‌ای مقاوم در برابر قلیا نگهداری و به منظور به حداقل رساندن آلودگی آن با CO_2 موجود در هوا، محافظت کنید. فقط از لوله‌های لاستیکی خالص و مقاوم برای اتصالات بین بطری‌های ذخیره‌سازی و بورت‌ها استفاده کنید.

یادآوری- با تنظیم مولاریته محلول NaOH، به مقدار 0.0001 ± 0.0024 ، محاسبه نتایج، ساده می‌شود. در این صورت ۱ mL محلول NaOH، معادل ۰٫۰۰۱۰ g گوگرد خواهد بود و ضریب ۱۶٫۰۳ M در محاسبه (بند ۱۲-۱ را ببینید)، به ۱٫۰۰۰ تبدیل خواهد شد.

۵-۱۰ نمونه(های) کنترل کیفیت (QC)^۲، ترجیحاً اجزائی از یک یا چند ماده نفتی مایع یا فراورده‌های استاندارد با مقدار معلوم گوگرد هستند که در رسم منحنی کالیبراسیون دستگاه به کار نمی‌روند. این نمونه‌ها (QC) برای بررسی مراحل آزمون طبق بند ۱۲، استفاده می‌شوند. در فاصله زمانی کاربرد مورد نظر، مقدار زیادی نمونه QC باید در دسترس و در شرایط ذخیره‌سازی پیش‌بینی شده، یکنواخت و پایدار باشد.

۶ وسایل

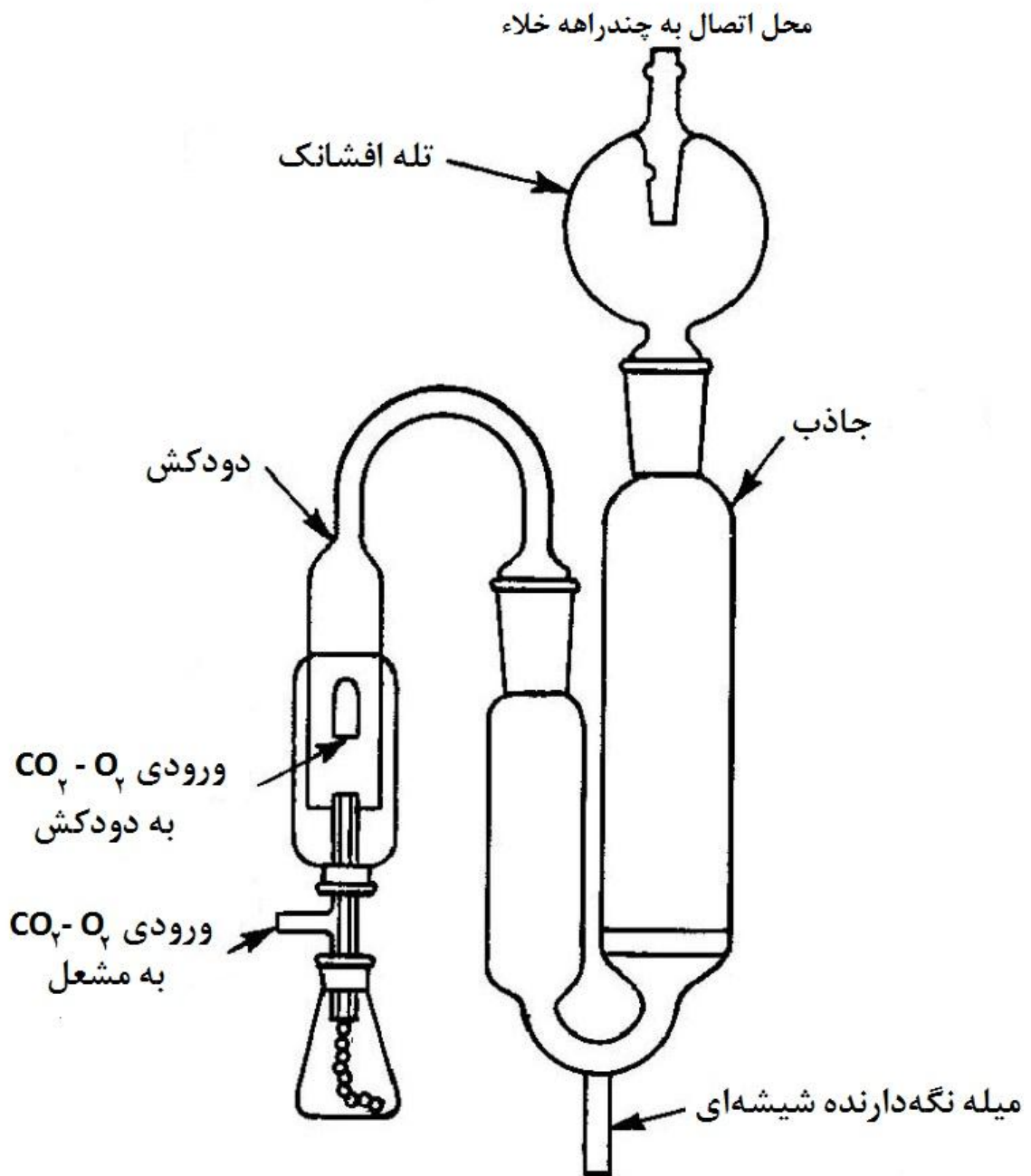
۶-۱ جاذب‌ها، دودکش‌ها، لامپ‌ها و تله‌های افشانک^۳، مطابق شکل ۱ که به طور مفصل در پیوست پ شرح داده می‌شوند. بالن و مشعل استاندارد (شکل پ-۱) بدون اختلاط برای سوزاندن مخلوط‌های آروماتیک با آروماتیسیته بالا مناسب نیستند اما بالن و مشعل معمولی برای سوزاندن مستقیم نمونه‌های آروماتیک (شکل پ-۱)، بدون اختلاط، مناسب هستند و ممکن است برای سوزاندن نمونه‌های غیرآروماتیک نیز به کار روند، با این لامپ، دریچه دوم^۴ با شیر کنترل در چندراهه مشعل مورد نیاز است.

1- Methyl purple indicator
2- Quality control
3- Spray trap
4- Port

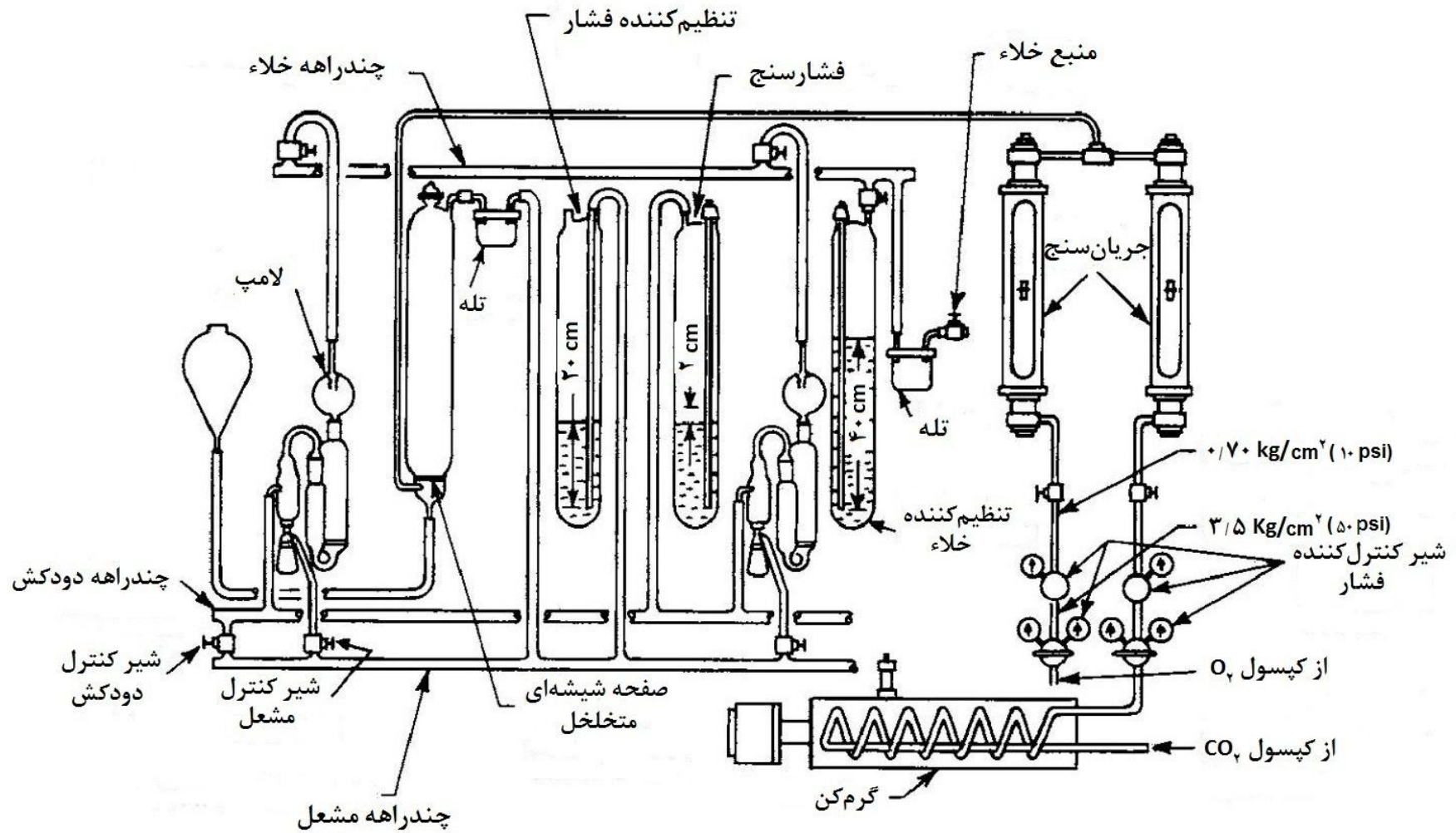
۲-۶ فتيله كتانى، الياف كتانى سفيد، تميز، استفاده نشده، يکنواخت و تابيده شده با کيفيت خوب. برای سوزاندن نمونه‌های آروماتیک، در مشعل، از فتيله دراز خوب فشرده شده با درجه تجاری عالی استفاده کنید.

۳-۶ سيستم چندراهه، شامل یک چندراهه خلاء با وسیله تنظیم‌کننده، شیرها و غیره (شکل ۲) و یک دوراهی (مشعل و دودکش) تأمین‌کننده مخلوط گاز تقریباً ۷۰ درصد کربن‌دی‌اکساید (CO_2) و ۳۰ درصد اکسیژن (O_2) در فشار تنظیم‌شده.

چندراهه خلاء باید به یک پمپ با ظرفیت کافی متصل شده باشد تا بتواند جریان ثابت گاز حدود ۳ L/min را از هر جاذب عبور دهد و فشار ثابت تقریباً ۴۰ cm آب زیر فشار اتمسفر را در چندراهه حفظ کند. مخلوط گاز در چندراهه دودکش باید تقریباً در فشار ثابت ۱ cm تا ۲ cm آب و در چندراهه مشعل، تقریباً ۲۰ cm آب حفظ شود. طرح مناسب در شکل ۲ نشان و در پیوست ب شرح داده می‌شود، اما هر سیستم مشابه دیگری نیز می‌تواند استفاده شود. اشکال دیگر چندراهه و تجهیزات مربوط برای سوزاندن نمونه‌ها در هوا، در شکل ب-۱ نشان و در پیوست ب شرح داده می‌شوند.



شکل ۱- طرح توصیفی دستگاه لامپ سوارشده



شکل ۲- طرح کلی سیستم چندراهه منبع CO_2 - O_2 و لامپ

۷ آماده‌سازی دستگاه

۷-۱ هنگامی که دستگاه سوار شد، جاذب را با $2 \text{ mL} \pm 30 \text{ mL}$ آب، پر کنید. شیرهای اختصاصی بین چندراهه خلاء و تله‌های افشانک را به گونه‌ای تنظیم کنید که در زمان بازبودن خروجی‌های دودکش به اتمسفر، تقریباً در هر دقیقه، 3 L هوا به درون هر جاذب کشیده شود، ضمن این که فشار در چندراهه خلاء، تقریباً $40 \text{ cm H}_2\text{O}$ کمتر از اتمسفر نگه‌داشته شود. پس از انجام همه تنظیمات، آب داخل جاذب‌ها را خالی کنید. ارتفاع مایعات در تنظیم‌کننده‌های فشار و خلاء در شکل ۲ نشان داده شده است و در زمان آزمون، نشت ملایمی از گاز باید در آن‌ها وجود داشته باشد.

یادآوری- در عمل، 300 mL تا 400 mL محلول H_2O_2 (۱:۱۹) را در گازشوی بریزید. چون فشارسنج چندراهه به عنوان گازشوی نیز به کار می‌رود، در پایان آزمون برای حذف CO_2 از جاذب، از محلول H_2O_2 (۱:۱۹) به عنوان مایع فشارسنجی استفاده کنید. آن را هفتگی یا هر زمان که حجم آن به طور قابل‌ملاحظه‌ای کمتر از مقدار اولیه شد، تعویض کنید.

۷-۲ محلول H_2O_2 (۱:۱۹) را فوراً قبل از استفاده، خنثی کنید. چون 30 mL محلول برای هر جاذب مورد نیاز است، مقدار مناسبی از محلول را درون بشری با ظرفیت کافی (متناسب با تعداد جاذب‌هایی که هم‌زمان استفاده می‌شوند) بریزید. یک قطره محلول شناساگر ارغوانی متیل را به هر 100 mL محلول H_2O_2 اضافه کنید و سپس محلول 0.5 N NaOH را قطره قطره بیفزایید تا رنگ محلول از ارغوانی به سبز روشن تغییر کند.

۷-۳ $(2 \pm 3) \text{ mL}$ محلول H_2O_2 (۱:۱۹) تازه خنثی‌شده را به حباب بزرگتر هر جاذب بریزید. به علاوه برای هر سری نمونه سوخته شده، یک جاذب دیگر را برای استفاده به عنوان شاهد کنترل، آماده کنید. تله‌های افشانک و دودکش‌ها را متصل و آن‌ها را توسط لوله لاستیکی عاری از گوگرد به چندراهه‌های مربوط به خود وصل کنید. ورودی‌های دودکش را با استفاده از چوب‌پنبه، ببندید.

هشدار- ضمن سوختن نمونه‌ها، در صورت قطع شدن جریان CO_2 و ادامه جریان O_2 ، خطر انفجار وجود دارد. نصب هشدار مناسب یا تجهیز کنترل توصیه می‌شود.

۷-۴ درحالی که شیرهای کنترل مشعل بسته هستند، شیر تنظیم‌کننده خلاء را کاملاً باز کنید و فشار در چندراهه خلاء را در تقریباً 40 cm آب زیر فشار اتمسفر تنظیم کنید، منابع CO_2 و O_2 را باز کنید. شیر کنترل چندراهه دودکش را به گونه‌ای تنظیم کنید که فقط جریان کمی از گاز CO_2 - O_2 از تنظیم‌کننده فشار خارج شود، جریان کمی از هوا نیز به تنظیم‌کننده خلاء وارد شود و فشار هوا در چندراهه دودکش معادل $1-2 \text{ cm}$ آب باشد. برای دستیابی به این شرایط، ممکن است تنظیم مختصر تنظیم‌کننده خلاء و شیر کنترل خلاء لازم باشد (یادآوری).

یادآوری- مطلوب است که سیستم جریان گاز با تنظیم فشار در چند راهه خلاء، تعدیل شود. این امر با بالا و پایین بردن لوله ورودی هوا در تنظیم‌کننده خلاء و با استفاده از حرکت آن در یک درپوش لاستیکی انجام می‌شود.

۷-۵ فتیله را به درازای ۳۰ cm ببرید. تعداد قطعات به نمونه بستگی دارد (بند ۸ را ببینید)؛ یک بار فتیله را تاکنید تا یک دسته ۱۵ cm، برای عبور دادن از مشعل‌ها، به دست آید. با قراردادن انتهای حلقه شده فتیله در بالای لوله داخلی مشعل، تعداد مشعل‌های موردنیاز را آماده کنید. با استفاده از یک قلاب فلزی، فتیله را بیرون بکشید. با یک قیچی تیز، فتیله را تا حد امکان نزدیک به بالای مشعل ببرید. لازم است که در هر آزمون، مشعل‌های کاملاً تمیز و فتیله جدید استفاده شوند.

۸ کنترل احتراق

۸-۱ بیشتر انواع نمونه‌های مایع، با شعله زرد درخشانی می‌سوزند، اندازه و شکل شعله به جریان گاز در مشعل، فراریت ماده، بسته شدن محکم فتیله در لوله مشعل و وضعیت نوک فتیله نسبت به بالای مشعل بستگی دارد. ترجیح داده می‌شود قبل از شروع سوزاندن، دو متغیر آخر نسبت به دو متغیر اول تثبیت شوند تا شعله بتواند با تغییر نرخ جریان $O_2 - CO_2$ ، کنترل گردد.

۸-۲ نمونه‌های بسیار فرار، نیازمند فتیله محکم هستند، نوک فتیله باید چند میلی‌متر پایین‌تر از نوک مشعل قرار گیرد و درحالاتی که فراریت نمونه در بالاترین حد می‌باشد، ممکن است ضمن سوزاندن نمونه، نیاز به سردکردن آن در یخ باشد. موادی با فراریت کمتر نیازمند اتصال شل‌تر فتیله هستند و ممکن است نیاز به گرم کردن نمونه باشد.

۸-۳ پس از قیچی کردن فتیله، آن را پایین بکشید تا لبه قیچی شده، هم‌سطح یا کمی پایین‌تر از قسمت بالای مشعل قرار گیرد. برای نمونه‌های آروماتیک، فاصله بالای مشعل از بالای فتیله باید برای بنزن ۸ mm یا بیشتر و برای تولوئن ۴ mm باشد؛ در شروع تبخیر مواد سنگین‌تر، گرم کردن مختصر انتهای بالایی مشعل سودمند است.

۸-۴ برای استفاده از لامپ استاندارد، فتیله را روشن کنید و سپس به آرامی اتمسفر احتراق (جریان $O_2 - CO_2$) را به مشعل اعمال کنید تا شعله‌ای عاری از دود به دست آورید. در صورت استفاده از مشعل برای نمونه‌های آروماتیک، مقدار کمی اتمسفر احتراق را به بالن وارد کنید تا بخار کافی برای روشن شدن مشعل فراهم شود. پس از روشن شدن مشعل، اتمسفر احتراق را به طور مستقیم به مشعل وارد کنید تا از دودکردن جلوگیری و اندازه شعله را تنظیم کند. اگر شعله به طور تصادفی خاموش شد، آن را دوباره روشن کنید.

۸-۵ فاصله زمانی کوتاهی برای سوختن شعله (۱ تا ۲ دقیقه معمولاً کافی است) با ارتفاع کم نیاز است تا قبل از افزایش اندازه شعله، بدون ایجاد دود، اجازه دهد احتراق به حالت تعادل برسد. در تنظیم لامپ استاندارد، کنترل کامل بر روی مشعل انجام می‌شود. در مورد مشعل برای نمونه‌های آروماتیک، ابتدا جریان گاز به بالن را تنظیم کنید و سپس جریان گاز به مشعل را به اندازه موردنیاز کاهش دهید. در هر حالت، لازم

است که شعله به آرامی و متقارن و بدون کشیده شدن در مخروط داخلی یا دودکردن در حاشیه‌های خارجی بسوزد.

جدول ۱- اندازه نمونه برای احتراق مستقیم نمونه‌های مایع

اندازه نمونه		مقدار گوگرد (درصد جرمی)
mL	g	
۲۰	۱۰-۱۵	کمتر از ۰٫۰۵
۱۰	۵-۱۰	۰٫۰۴-۰٫۰۵

۶-۸ در مورد موادی که سوزاندن آن‌ها دشوار است، گاهی اوقات افزایش درصد O_2 اتمسفر احتراق، می‌تواند احتراق رضایتبخشی حاصل کند. هرگز مقدار O_2 اتمسفر احتراق را بیش از ۴۰ درصد، افزایش ندهید.

۷-۸ قبل از خاموش کردن شعله‌ها، اجازه دهید نمونه بسوزد تا بالن و فتیله خشک‌شوند و اندازه شعله به طور قابل ملاحظه‌ای کاهش یابد، به دلیل موجود بودن نمونه در فتیله، اغلب سوختن شعله مدت کوتاهی پس از خشک شدن بالن، ادامه می‌یابد. به عنوان مثال برای نمونه‌های بنزین که با شعله بلندی می‌سوزند، شعله باید زمانی که فقط ۳ mm تا ۴ mm بلندی دارد، خاموش شود. اگر اجازه دهید شعله به قدری بسوزد تا خاموش گردد، مواد اکسیدشده جزئی (احتمالاً اسیدهای آلی) تولید می‌شوند و در محدوده نتایج، نقاط پایانی نامعلومی به دست می‌آیند. اگر نمونه‌ها تا خشک شدن واضح بالن، نسوزند، ممکن است نتایج نامعقولی حاصل شود. در زمان توزین نمونه‌های فرار، هر نمونه سوزانده نشده از مشعل خارج می‌شود. در صورت وجود گوگرد عنصری، به طور خاص مهم است که نمونه تا خشک شدن آشکار بسوزد و فتیله با بالای مشعل، تراز نگه‌داشته شود تا از کامل شدن احتراق، مطمئن شوید. در مورد مخلوط‌های حاوی هیدروکربن‌های سبک و سنگین، به نظر می‌رسد ابتدا مواد فرارتر بسوزند و در انتها احتمالاً ترکیبات گوگرددار تغلیظ‌شده در ماده، باقی بمانند.

۹ روش احتراق مستقیم نمونه‌های مایع (پیوست ب را نیز ببینید)

۹-۱ با استفاده از یک پیپت مناسب، طبق جدول ۱، مقدار تقریبی نمونه را درون بالن هر لامپ بریزید. بالن‌ها را با چوب‌پنبه‌های تمیز و شماره‌گذاری شده، ببندید. هر بالن و مشعل آن را با تقریب g ۰٫۰۰۵ وزن کنید.

یادآوری - با این‌که بالن‌های چوب‌پنبه‌گذاری شده و مشعل‌های آماده می‌توانند همگی جداگانه وزن شوند معمولاً مناسب‌تر است که هر بالن و مشعل مربوط به آن را بر روی کفه ترازو قرار دهید و با یک‌بار توزین، وزن هر دو را به دست آورید.

۲-۹ هر لامپ را جداگانه بردارید و مشعل را در بالن بگذارید. به محض این که نمونه به علت خاصیت مویبستگی^۱ از فتیله بالا آمد، لوله کناری مشعل را توسط لوله لاستیکی عاری از گوگرد به چندراهه مشعل متصل کنید. مشعل را با یک شعله عاری از گوگرد (نظیر یک لامپ الکلی) روشن کنید و آن را درون دودکش قرار دهید. ضمن ورود مشعل، در صورت تمایل شعله به خاموش شدن، اتصال بین دودکش و چندراهه دودکش را باز کنید. در همان زمان، جریان گاز به مشعل را طوری تنظیم کنید که شعله در نقطه‌ای درست زیر نقطه دودکردن حفظ شود و ظاهری متقارن و پایدار داشته باشد. به همین روش ادامه دهید تا همه لامپ‌ها در دودکش‌ها قرار گیرند. هرگونه تنظیم مختصر در مورد شیر کنترل چندراهه دودکش که برای حفظ فشار موردنیاز، لازم است را انجام دهید (بند ۷ را ببینید). هنگام سوختن و به ویژه در مراحل آخر که شعله کوچک می‌شود، ورودی جریان $O_2 - CO_2$ به مشعل‌ها را کاهش دهید تا از خاموش شدن شعله‌ها جلوگیری شود.

یادآوری - در صورت احتراق ناقص، مایع جاذب به شدت کف می‌کند.

جدول ۲- اندازه نمونه برای آزمون نمونه‌های مایع مخلوط شده

اندازه نمونه		مقدار گوگرد (درصد جرمی)
MI	g	
۵	۳-۴	۰٫۴ و کمتر از آن

۳-۹ بر اثر سوختن نمونه، شعله کوچک می‌شود یعنی سوختن کامل شده است. مشعل و بالن را از دودکش بردارید و شعله را خاموش کنید. ورودی جریان $O_2 - CO_2$ به مشعل را قطع کنید و ورودی دودکش را با چوب‌پنبه ببندید. به سرعت، بالن، مشعل و چوب‌پنبه شماره‌گذاری شده را دوباره وزن کنید. پس از تکمیل همه احتراق‌ها، جریان O_2 و CO_2 را قطع کنید، شیر کنترل دودکش و اتصال به تنظیم‌کننده خلاء را ببندید؛ این امر باعث می‌شود هوا از فشارسنج به داخل چندراهه دودکش، کشیده شود. اجازه دهید هوا به این روش به مدت ۵ min از جاذب‌ها عبور کند تا CO_2 محلول از جاذب خارج شود؛ سپس شیر کنترل خلاء را ببندید.

یادآوری - در صورتی که نگاه‌داشتن اتمسفر احتراق موردنظر باشد، جریان گاز در هر جاذب جداگانه را می‌توان با کامل شدن دوره سوختن، قطع کرد. برای انجام این کار، لوله لاستیکی متصل‌کننده تله افشانک به چندراهه خلاء را بردارید، به طور مناسب، جریان گازهای مخلوط شده را در روتامتر^۲ (دستگاه اندازه‌گیری جریان آب) کاهش دهید و شیر کنترل خلاء و شیر کنترل دودکش را دوباره تنظیم کنید. پس از سوختن کامل همه نمونه‌ها، لازم است که گیره‌های فشاری را بردارید و شیر کنترل خلاء را به منظور عبور هوا با نرخ مناسب از جاذب‌ها، دوباره تنظیم کنید تا CO_2 محلول، حذف شود.

1- Capillary action

2- Rotameter

۴-۹ دودکش‌ها و تله‌های افشانک را سه بار، هر بار با استفاده از حدوداً ۱۰ mL آب شستشو دهید. در صورتی که نمونه حاوی مواد ضدکوبش سرب‌دار باشد، برای شستشوی دودکش‌ها از آب داغ استفاده کنید. پس‌مانده آب‌کشی را به جاذب‌ها اضافه و طبق بند ۱۱، آن را تیترا کنید.

۵-۹ شاهد

دودکش جاذب شاهد (بند ۷-۳ را ببینید) چوب‌پنبه‌گذاری شده را کنار بگذارید و اجازه دهید جریان $O_2 - CO_2$ از جاذب عبور کند تا سوختن همه نمونه‌ها در یک زمان، پایان یابد. جریان O_2 و CO_2 را قطع کنید و جاذب شاهد را به همان روش جاذب‌های نمونه، هوادهی کنید (بند ۹-۳ را ببینید). مایع جاذب را طبق بند ۱۱ تیترا کنید. مقدار شاهد اتمسفر احتراق معمولاً ناچیز است اما اگر تیتراسیون نیازمند بیش از ۰.۱ mL محلول NaOH، ۰.۰۵ N باشد، اندازه‌گیری را متوقف و کپسول CO_2 را تعویض کنید.

۱۰ روش اختلاط و احتراق نمونه‌های مایع

۱-۱۰ ۶ mL رقیق‌کننده عاری از گوگرد را به هر بالن اضافه کنید. در بالن‌ها را با چوب‌پنبه‌های شماره‌گذاری شده، ببندید و با تقریب ۰.۰۰۵ g وزن کنید. با استفاده از یک پیپت، مقدار تقریبی نمونه (طبق جدول ۲) را به بالن هر مشعل وارد کنید؛ آن را بچرخانید تا کاملاً مخلوط شود و دوباره وزن کنید.

یادآوری- در یک روش جایگزین، مخلوط ۴۰ درصد از نمونه در رقیق‌کننده عاری از گوگرد را به صورت کمی تهیه و طبق بند ۹ عمل کنید.

۲-۱۰ مشعل را وارد کنید و نمونه را طبق بند ۹-۲ بسوزانید. هنگامی که شعله نزدیک خاموش شدن است، هر لامپ را از دودکش خودش بردارید و شعله را خاموش کنید. ۲ mL رقیق‌کننده را طوری اضافه کنید که دیواره‌های بالن را شستشو دهد. رقیق‌کننده اضافی را بسوزانید و افزودن رقیق‌کننده و سوزاندن را یک بار دیگر تکرار کنید تا جمعاً، ۱۰ mL رقیق‌کننده سوزانده شود.

یادآوری- در این حالت، مطلوب است که ۱۰ mL شاهد رقیق‌کننده نیز آزمون شود؛ در تیتراسیون محلول شاهد نباید بیش از ۰.۱ mL محلول NaOH، ۰.۰۵ N مصرف شود.

۳-۱۰ پس از این که سوختن در همه لامپ‌ها کامل شد، جریان O_2 و CO_2 را قطع کنید، اتصال مربوط به تنظیم‌کننده خلاء را ببندید، به مدت ۵ min هوا را از میان جاذب‌ها بگذرانید و در آخر شیر کنترل خلاء را ببندید. دودکش‌ها و تله‌های افشانک را سه بار، هر بار با استفاده از حدوداً ۱۰ mL آب شستشو دهید. پس‌مانده آب‌کشی را به جاذب‌ها اضافه و طبق بند ۱۱، تیترا کنید.

۱۱ تیتراسیون محلول جاذب

۱-۱۱ سه تا چهار قطره محلول شناساگر ارغوانی متیل را به مایع هر جاذب اضافه کنید. با استفاده از یک بورت، محلول NaOH، ۰٫۰۵ N را به حباب کوچک‌تر جاذب وارد و محلول جاذب را تیترا کنید. اگر گوگرد موردانتظار موجود در جاذب کمتر از ۱۰ mg باشد، از یک میکروبورت ۱۰ mL استفاده کنید. در هنگام تیتراسیون با ایجاد متناوب مکش (خلأ) در بالای حباب بزرگ‌تر جاذب موجب هم‌زدن آن شوید.

یادآوری - در صورت احتراق ناقص نمونه، هوای گذرانده‌شده از جاذب در هنگام تیتراسیون، همراه با طعم و بوی ویژه‌ای خواهد بود و تشخیص نقطه پایانی به سختی انجام می‌شود. در این حالات، اندازه‌گیری را متوقف کنید.

۱۲ محاسبات

۱-۱۲ مقدار گوگرد نمونه‌های مایع را برحسب درصد جرمی، طبق معادله (۱) محاسبه کنید:

$$\text{مقدار گوگرد} = ۱۶۱۰۳ M \times \frac{A}{۱۰W} \quad (۱)$$

که در آن:

A حجم مصرفی محلول NaOH برای تیترا اسید در محلول جاذب از نمونه سوزانده‌شده برحسب میلی‌لیتر؛
M مولاریته محلول NaOH (یادآوری بند ۵-۹ را ببینید)؛
W جرم نمونه سوزانده‌شده برحسب گرم.

۲-۱۲ در صورت لزوم برای محاسبه مقدار گوگرد تصحیح‌شده مواد ضدکوبش سرب‌دار (یادآوری ۱ را ببینید)، برحسب درصد جرمی، از معادله (۲) استفاده کنید:

$$\text{مقدار گوگرد تصحیح شده} = S - LF \quad (۲)$$

F اگر نمونه، سوخت هوایی حاوی مواد ضدکوبش سرب‌دار باشد، معادل ۰٫۰۰۱۵ و اگر نمونه حاوی تترا اتیل‌سرب یا تترا متیل‌سرب یا ماده ضدکوبش حاوی مخلوط سرب‌آلکیل باشد، معادل ۰٫۰۰۳۵؛
L مقدار سرب (گرم در گالن امریکایی)؛
S مقدار گوگرد (درصد جرمی).

یادآوری ۱- این تصحیحات براساس تجربیات سوزاندن سوخت‌های مخلوط‌شده با ماده ضدکوبش حاوی تترا اتیل‌سرب و اتیلن‌هالید که به طور معمول در این فراورده‌ها استفاده می‌شوند، می‌باشد. تترا متیل‌سرب و مواد ضدکوبش مخلوط‌شده با سرب‌آلکیل، حاوی ترکیب اتیلن‌هالید همانند تترا اتیل‌سرب هستند.

یادآوری ۲- برای تبدیل مقدار سرب از واحد گرم در گالن انگلیسی، به واحد گرم در گالن امریکایی، جرم را در ۰٫۸۳۲۶ ضرب کنید. برای تبدیل مقدار سرب از واحد گرم در لیتر به واحد گرم در گالن امریکایی، جرم را در ۳/۷۸۵۳ ضرب کنید.

۱۳ گزارش آزمون

۱-۱۳ نتایج آزمون را با تقریب ۰/۰۱ درصد برای نمونه‌های حاوی مقدار گوگرد ۰/۰۵ درصد و بیشتر گزارش کنید و روش آزمون به کار رفته را مشخص نمایید.

۱۴ کنترل کیفیت

۱-۱۴ با آزمون نمونه QC (بند ۵-۱۰) (که نماینده نمونه‌های معمول آزمون شده است)، در هر روز کارایی دستگاه، روش آزمون و یا هر دو را تأیید کنید. اگر تعداد زیادی نمونه آزمون می‌شوند، دفعات آزمون نمونه QC را افزایش دهید. تحلیل نتایج نمونه(های) QC می‌تواند با استفاده از نمودارهای کنترلی یا دیگر روش‌های آماری معادل برای تعیین وضعیت کل مراحل آزمون انجام شود. هر داده خارج از محدوده کنترلی باید علت‌یابی شود. برای اطمینان از کیفیت داده، دقت نمونه QC باید در برابر دقت این روش آزمون بررسی شود. برای راهنمایی بیشتر در مورد روش‌های کنترل کیفیت، ASTM D6299 و ASTM D6792 را ببینید.

۱۵ دقت واریابی^۱

۱-۱۵ دقت این روش آزمون براساس راهنماهای پذیرفته شده از جمله ASTM D6300 هنوز مشخص نشده است.

۱-۱-۱۵ تکرارپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون به‌دست آمده از یک آزمایشگر با همان وسایل و در شرایط ثابت بر روی مواد آزمون یکسان در مدت زمان طولانی و اجرای صحیح و معمول طبق این روش آزمون، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد (با سطح اطمینان ۹۵ درصد) می‌تواند از مقدار زیر بیشتر شود:

$$\text{تکرارپذیری} = ۰/۰۰۵$$

۳-۱-۱۲ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل به‌دست آمده از آزمایشگرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف بر روی مواد آزمون یکسان در مدت زمان طولانی و اجرای صحیح و معمول طبق این روش آزمون، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد (با سطح اطمینان ۹۵ درصد) می‌تواند از مقادیر زیر بیشتر شود:

$$\text{تکرارپذیری} = ۰/۰۱۰ + ۰/۰۲۵S$$

که در آن:

S مقدار کل گوگرد نمونه برحسب درصد جرمی

۲-۱۵ اریبی

اریبی این روش آزمون برای اندازه‌گیری گوگرد مشخص نیست.

پیوست الف

(الزامی)

روش آزمون اندازه‌گیری مقادیر ناچیز گوگرد

الف-۱ مقدمه

الف-۱-۱ در این پیوست، روشی برای تکمیل روش لامپ به منظور اندازه‌گیری گوگرد نمونه‌های دارای گوگرد تا ۵ ppm (یادآوری بند الف-۳-۲) شرح داده می‌شود؛ این روش برای تعیین مقادیر کمتر از ۳۰۰ mg/kg گوگرد در مایعات حاوی ترکیبات ضدکوبش سرب‌دار، قابل اجرا نیست.

الف-۱-۱-۱ در این روش، فقط با بیشترین احتیاط و توجه به جزئیات می‌توان به نتایج معتبر دست یافت. قبل از استفاده از ظروف شیشه‌ای جدید و در صورت نیاز پس از آن، آن‌ها را با نیتریک اسید غلیظ بشوید، سه بار با آب شیر و سپس سه بار با آب مقطر بدون یون، آب‌کشی کنید. قطعات ظروف شیشه‌ای را برای استفاده در این روش، جداگانه نگهداری کنید.

الف-۲ خلاصه روش آزمون

الف-۲-۱ اندازه مناسبی از نمونه، طبق بند ۹، سوزانده می‌شود. با رسوب‌دادن باریم‌سولفات و اندازه‌گیری مقدار کدری سوسپانسیون رسوب، غلظت یون سولفات در محلول جاذب تعیین می‌شود. سوسپانسیون با افزودن الکل و گلیسرین، تثبیت و مقدار کدری آن با استفاده از یک اسپکتروفتومتر یا فیلتر فتومتر اندازه‌گیری می‌گردد.

الف-۳ وسایل اضافی

الف-۳-۱ فتومتر، ترجیحاً یک اسپکتروفتومتر دارای پهنای نوار مؤثر در طول موج حدود ۵۰ nm و مجهز به یک فتوتیوب حساس در منطقه آبی برای استفاده در طول موج ۴۵۰ nm یا جایگزین آن، یک فیلتر فتومتر مجهز به یک فیلتر رنگی دارای حداکثر عبور در طول موج تقریباً ۴۵۰ nm

الف-۳-۲ سل‌های جذب دارای طول مسیر نوری ۵ cm ترجیح داده می‌شوند. هنگام استفاده از این سل‌ها، ممکن است فیلمی بر روی آن‌ها ایجاد شود. برای برداشتن این فیلم، با استفاده از یک برس نرم، سل‌ها را با پاک‌کننده شستشو دهید و پس از تمیز کردن، با آب بدون یون کاملاً آب‌کشی کنید.

یادآوری- در این روش، فرض می‌شود به ازای هر ۰٫۱ mg گوگرد در ۵۰ mL محلول اندازه‌گیری شده در یک سل ۵ cm، جذب حدود ۰٫۱۰۰ تغییر می‌کند. فتومترهایی با سل‌هایی با مسیر نوری کوتاه‌تر، دقت نسبتاً کمتری را حاصل می‌کنند.

الف-۳-۳ قاشقک^۱، قادر به توزیع $g (0.1 \pm 0.3)$ باریم کلراید دی‌هیدرات طبق بند الف-۴-۲

الف-۳-۴ همزن مغناطیسی، مجهز به میله‌های همزن با درازای حدود ۳۲ mm با پوشش تترافلوئورو اتیلن

الف-۳-۵ مجموعه لامپ، طبق پیوست پ. قطعات کامل شامل بالن، مشعل، دودکش، جاذب و تله افشانک را برای استفاده در این روش، جداگانه نگه‌داری کنید.

الف-۴ مواد و واکنشگرهای اضافی

الف-۴-۱ مخلوط الکل-گلیسرین، دو حجم اتیل‌الکل تقلیب‌شده یا اتیل‌الکل (۹۵ درصد حجمی) را با یک حجم گلیسرین مخلوط کنید.

الف-۴-۲ باریم کلراید دی‌هیدرات ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)، بلورهای عبورکننده از الک با مش ۲۰ (طبق ASTM E11) یا الک با مش ۱۸ (طبق BS) و باقی‌مانده در الک با مش ۳۰ (طبق ASTM E11) یا مش ۳۰ (طبق BS) (ویژگی‌های ASTM E11 را ببینید).

یادآوری - اندازه بلور $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ ، متغیر مهمی است که بر افزایش کدري تأثیر می‌گذارد.

الف-۴-۳ هیدروکلریک اسید (۱:۱۲)، ۷۷ mL هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl) با وزن مخصوص ۱٫۱۹ را به بالن حجم‌سنجی ۱ L منتقل و با آب بدون یون، تا خط نشانه رقیق کنید.

الف-۴-۴ هیدروکلریک اسید (۱:۲۱۵)، ۶۰ mL، HCl (۱:۱۲) را به بالن حجم‌سنجی ۱ L اضافه و با آب بدون یون تا خط نشانه رقیق کنید.

الف-۴-۵ سولفوریک اسید ($1 \text{ mL} = 0.100 \text{ mg S}$)، $mL (0.1 \pm 0.24)$ سولفوریک اسید (H_2SO_4)، ۱ N را با آب بدون یون تا دقیقاً ۱ L، رقیق کنید. در صورت لزوم، رقیق‌سازی را با تیتراسیون در حضور محلول NaOH استاندارد، با حدوداً همان نرمالیتیه بررسی و غلظت را تنظیم کنید. بنابراین، هر میلی‌لیتر از این محلول، معادل ۰٫۱۰۰ mg S است.

الف-۴-۶ آب مقطر بدون یون، آب را از میان ستونی دارای رزین‌های تبادل آنیونی و کاتیونی عبور دهید.

یادآوری ۱- برای تعیین زمان تعویض رزین‌های تبدالی، وسیله‌ای باید به کار رود. برای این منظور، استفاده از یک هدایت‌سنج الکتریکی ساده، رضایت‌بخش است.

یادآوری ۲- در مورد خلوص واکنشگرها، بند ۶-۱ را ببینید.

الف-۵ کالیبراسیون

الف-۵-۱ با استفاده از یک بورت، حجم‌های mL (۰٫۲۵، ۰٫۵۰، ۰٫۷۵، ۱٫۰۰، ۱٫۵۰، ۲٫۰۰، ۳٫۰۰ و ۵٫۰۰) از H_2SO_4 (۱ mL = ۰٫۱۰۰ mg S) را به بالن‌های حجم‌سنجی ۵۰ mL بریزید. به هر بالن، ۳٫۰ mL HCl (۱:۱۲) اضافه کنید، تا خط نشانه با آب رقیق و کاملاً مخلوط کنید. یک محلول شاهد استاندارد را به همین روش بدون حضور H_2SO_4 ، تهیه کنید.

الف-۵-۲ محتویات کامل هر بالن را درون یک بشر ۱۰۰ mL بریزید و با استفاده از یک پیپت mL (۰٫۱ ± ۱۰)، مخلوط الکل - گلیسرین را اضافه و به مدت ۳ min بر روی هم‌زن مغناطیسی مخلوط کنید. سرعت هم‌زدن را به گونه‌ای انتخاب کنید که نمونه در اثر پاشش بیرون نریزد. این سرعت را در تمام مدت انجام کامل روش، حفظ کنید.

الف-۵-۳ اجازه دهید تا محلول به مدت ۴ min ساکن بماند. آن را به یک سل جذب، منتقل و جذب اولیه را اندازه‌گیری کنید. از آب به عنوان مرجع، استفاده کنید.

الف-۵-۴ محلول را به بشر برگردانید و مقدار g (۰٫۱ ± ۰٫۳۰) از بلورهای $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ را توزین یا با استفاده از قاشقک، اضافه کنید. به مدت دقیقاً ۳ min، با هم‌زن مغناطیسی به هم بزنید. اجازه دهید تا به مدت ۴ min دیگر، ساکن بماند، آن را به سل منتقل کنید و دوباره جذب را نسبت به آب اندازه بگیرید.

الف-۵-۵ با انجام مراحل شرح داده شده در بندهای الف-۵-۲ تا الف-۵-۴، جذب محلول شاهد را با کسر جذب اولیه محلول شاهد استاندارد از جذب به دست آمده پس از افزودن $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ به دست آورید. این مقدار نباید بیش از ۰٫۰۰۵ باشد.

الف-۵-۶ جذب خالص هر استاندارد را با کسر جذب اولیه و جذب محلول شاهد از جذب به دست آمده طبق بند الف-۵-۴، به دست آورید. جذب خالص هر استاندارد را به ازای میلی‌گرم گوگرد موجود در ۵۰ mL محلول، رسم کنید و بهترین خط راست را از میان نقاط بکشید.

الف-۵-۷ به منظور تشخیص تغییرات احتمالی، با انجام آزمون‌های جداگانه، منحنی کالیبراسیون را روزانه بررسی کنید.

الف-۶ روش احتراق نمونه‌ها

الف-۶-۱ دستگاه احتراق را آماده کنید و بین ۵ g تا ۳۰ g نمونه را با توجه به مقدار گوگرد مورد انتظار (یادآوری بند الف-۹-۱-۲) بسوزانید. روش‌های عمومی شرح داده شده در بندهای ۷ تا ۹ روش آزمون اصلی را دنبال کنید. الزامات خنثی‌سازی اولیه محلول H_2O_2 (بند ۷-۲ را ببینید) و حذف نهایی CO_2 حل‌شده از این محلول (بند ۹-۳ و ۱۰-۳ را ببینید) می‌تواند حذف گردد. اتمسفر احتراق را از میان یک جاذب از سری جاذب‌ها عبور دهید تا براساس خلوص این اتمسفر، به عنوان شاهد به کار رود. همه ظروف شیشه‌ای را برای استفاده در این روش (برای مقادیر کم گوگرد)، جداگانه نگه‌داری کنید تا از آلودگی احتمالی ناشی از دیگر منابع، جلوگیری شود. محلول جاذب شامل محتویات باقی‌مانده‌های تله افشانک و دودکش (بند ۹-۴ را ببینید) را به یک بشر ۲۵۰ mL منتقل کنید، جاذب را دو یا سه بار، هر بار با ۱۰ mL آب شستشو دهید و باقی‌مانده را به محلول درون بشر اضافه کنید.

الف-۶-۱-۱ اندازه‌ای از نمونه را انتخاب کنید که مقدار گوگرد بین ۰٫۱۵ mg و ۲٫۵ mg را در جاذب حاصل کند. این امر، کاربرد مستقیم روش‌های شرح داده شده در بندهای الف-۶-۳ و الف-۷ را میسر می‌سازد و موجب کاهش مصرف محلول جاذب در آزمون، به مقدار یک‌پنجم، خواهد شد. زمانی که مقدار گوگرد نمونه حدود ۱۵ mg/kg یا کمتر باشد، حداقل ۳۰ g نمونه باید سوزانده شود. در صورت آزمون نمونه‌هایی با مقادیر زیاد، یک بالن مشعل با اندازه مناسب باید به جای بالن استاندارد ۲۵ mL استفاده گردد. در مورد بالن با اندازه بزرگ‌تر، بهتر است به جای فتیه ۱۵ cm مشخص‌شده در بند ۷-۵، از فتیه ۱۸ cm استفاده شود. در مورد نمونه‌هایی با مقادیر بیشتر، به منظور جلوگیری از کاهش زیاد مایع جاذب در اثر طولانی‌تر شدن زمان سوزاندن، بهتر است که جاذب‌ها را به جای ۳۰ mL مشخص‌شده در بند ۷-۲، با ۵۰ mL محلول هیدروژن پراکساید پر کنید.

الف-۶-۲ با تبخیر محلول جاذب بر روی یک اجاق برقی، حجم آن را به حدود ۲۰ mL کاهش دهید. محلول حاصل را به طور کمی به بالن حجم‌سنجی ۵۰ mL انتقال دهید، بشر را چندین بار با مقادیر کم آب، آب‌کشی کنید. ۳ mL HCl (۱:۱۲) به بالن اضافه و با آب به حجم برسانید و کاملاً مخلوط کنید.

الف-۶-۳ اگر معلوم شد مقدار گوگرد محلول جاذب کمتر از ۰٫۵ mg است، از همه محتویات بالن حجم‌سنجی برای آزمون استفاده کنید. اگر مقدار تقریبی گوگرد، نامعلوم است یا انتظار می‌رود که بیش از ۰٫۵ mg باشد، ۱۰ mL محلول را به دومین بالن حجم‌سنجی ۵۰ mL منتقل و محلول هر دو بالن را تا خط نشانه با HCl (۱:۲۱۵) رقیق کنید. ابتدا از محلول رقیق‌تر استفاده کنید و اگر کمتر از ۰٫۰۵ mg گوگرد موجود است، از محلول غلیظ‌تر استفاده کنید. شاهد اتمسفر احتراق را مشابه محلول مورد استفاده برای آزمون، رقیق و محلول‌ها را طبق بند الف-۷ آزمون کنید.

الف - ۷ روش آزمون محلول‌ها

الف-۷-۱ محتویات کامل بالن حجم‌سنجی ۵۰ mL حاوی محلول مورد آزمون را داخل یک بشر ۱۰۰ mL بریزید و مراحل بندهای الف-۵-۲ تا الف-۵-۴ را انجام دهید. با شاهد اتمسفر احتراق نیز به صورت مشابه رفتار کنید و جذب محلول شاهد اتمسفر احتراق را با کسر جذب اولیه آن از جذب به دست آمده پس از افزودن $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ به دست آورید.

یادآوری- در صورتی که جذب شاهد بیش از ۰/۰۲۰ باشد، دقت به دست آمده دارای خطا است. در این صورت، آزمون را با اتمسفر یا محلول‌های تنها انجام دهید تا معین شود خطا مربوط به کدام عامل است. ۳۰ mL H_2O_2 (۱،۵ درصد) را داخل بالن حجم‌سنجی ۵۰ mL بریزید و با (۱:۲۱۵) HCl تا خط نشانه رقیق و طبق بند الف-۵-۵ عمل کنید. اگر جذب محلول شاهد بیش از ۰/۰۱۰ باشد، نتایج به طور قابل توجهی، معتبر نیستند.

الف-۷-۲ جذب خالص محلول آزمون را با کسر جذب اولیه و جذب محلول شاهد اتمسفر احتراق از جذب به دست آمده پس از افزودن $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ به دست آورید.

الف-۷-۳ با استفاده از منحنی کالیبراسیون، جذب خالص را به میلی گرم گوگرد تبدیل کنید.

الف-۸ محاسبه

الف-۸-۱ مقدار گوگرد نمونه را طبق معادله زیر محاسبه کنید :

$$\text{مقدار گوگرد (mg/kg)} = \left(\frac{A}{W \times F} \right) \times 1000 \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن:

A جرم گوگرد خوانده شده از منحنی کالیبراسیون برحسب میلی گرم؛

W جرم نمونه سوخته شده برحسب گرم؛

F بخشی از محلول نمونه مورد مصرف برای آزمون.

الف-۹ دقت و اریبی

الف-۹-۱ برای داوری در مورد قابل پذیرش بودن نتایج، معیارهای زیر باید استفاده شوند (با اطمینان ۹۵ درصد):

الف-۹-۱-۱ تکرارپذیری

اگر نتایج دو آزمون انجام شده توسط یک آزمایشگر، بیش از مقادیر جدول الف-۱ اختلاف داشته باشند، نتایج باید مشکوک در نظر گرفته شود.

جدول الف-۱- مقادیر تکرارپذیری

تکرارپذیری	مقدار گوگرد (mg/kg)
۰٫۱۱۶ S (mg/kg)	۵ تا ۸۰
۰٫۰۱ S (mg/kg) + ۸/۵	بیش از ۸۰ تا ۲۸۰

الف-۱-۹-۲ تجدیدپذیری

اگر دو نتیجه به دست آمده از دو آزمایشگاه، بیش از مقادیر جدول الف-۲ اختلاف داشته باشند، نتایج باید مشکوک در نظر گرفته شود.

جدول الف-۲- مقادیر تجدیدپذیری

تجدیدپذیری	مقدار گوگرد (mg/kg)
۰٫۱۴۵ S (mg/kg)	۵ تا ۱۲۵
۰٫۵۰۸ S (mg/kg) - ۴۵٫۴	بیش از ۱۲۵ تا ۲۸۰

یادآوری- برای تعیین مقادیر ناچیز گوگرد با یک روش سوزاندن سریع، روش آزمون ASTM D2785 را ببینید.

الف-۱-۹-۲ اریبی

اریبی روش شرح داده شده در این پیوست برای اندازه‌گیری مقادیر ناچیز گوگرد، قابل تعیین نمی‌باشد.

پیوست ب

(الزامی)

سوزاندن نمونه با هوا به روش وزن سنجی

ب-۱ مقدمه

ب-۱-۱ این روش فقط برای آزمون نمونه‌های نفتی مایع که می‌توانند با یک لامپ فتیله‌ای بسوزند، توصیه می‌شود.

ب-۲ واکنشگرهای اضافی

ب-۲-۱ محلول باریوم کلراید (100 g/L)، 100 g باریوم کلراید دی‌هیدرات ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل و تا حجم 1 L ، رقیق کنید.

ب-۲-۲ هیدروکلریک اسید (چگالی نسبی $1/19$)، هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl).

ب-۲-۳ محلول هیدروژن پراکساید (30%)، هیدروژن پراکساید غلیظ (H_2O_2).

ب-۲-۴ محلول سدیم هیدروکساید (100 g/L)، 100 g سدیم هیدروکساید (NaOH) حبه‌ای با درجه صنعتی را در آب حل و تا حجم 1 L رقیق کنید.

ب-۲-۵ سولفوریک اسید ($1:16$)، 60 mL سولفوریک اسید غلیظ (H_2OS_4) با وزن مخصوص $1/84$ را با 960 mL آب مخلوط کنید.

ب-۳ وسایل

ب-۳-۱ سیستم چندراهه شرح داده شده در بند ۳-۵، فقط با کمی تغییر و تبدیل می‌تواند به کار رود. هوای فیلترشده را جایگزین منبع $\text{O}_2 - \text{CO}_2$ کنید و طبق شکل ب-۱، دومین دستگاه گازشوی با صفحه متخلخل را به خط ورودی هوا بیفزایید.

ب-۴ آماده سازی دستگاه

ب-۴-۱ ۳۰۰ mL تا ۴۰۰ mL محلول NaOH را در اولین گازشوی (شکل ب-۱) و همان مقدار محلول $H_2O_2 - H_2OS_4$ (حاوی ۳۰۰ mL آب، ۳۰ mL سولفوریک اسید (۱:۱۶)) و ۳۰ mL هیدروژن پراکساید ۳۰ درصد) را در دومین گازشوی بریزید. برای دستگاه‌هایی که هر روز استفاده می‌شوند، این محلول‌ها را دو بار در هفته یا زمانی که حجم آن کمتر از دو سوم مقدار اولیه شد، تعویض کنید.

ب-۴-۲ دیگر آماده‌سازی‌ها را طبق بند ۷ انجام دهید، به جز محلول H_2O_2 (۱/۵ درصد) که نیازی به خنثی‌سازی ندارد.

ب-۵ روش احتراق

ب-۵-۱ ضمن کنترل احتراق طبق بند ۸، نمونه‌ها را طبق بند ۹ بسوزانید. اندازه نمونه را طبق جدول ب-۱ به کار برید. نمونه‌ها و شاهد محلول‌های جاذب را طبق بند ب-۶-۱ آزمون کنید.

ب-۶ روش آزمون محلول جاذب

ب-۶-۱ مایع داخل جاذب را به یک بشر ۴۰۰ mL انتقال دهید. جاذب و دودکش را با آب، کاملاً آب‌کشی و باقی‌مانده‌ها را به بشر اضافه کنید. محلول را صاف کنید تا هرگونه ماده خارجی جداسازی شود، محلول صاف‌شده را در یک بشر ۴۰۰ mL دارای نشانه ۷۵ mL جمع‌آوری کنید. ۲ mL HCl اضافه کنید، آن را گرم کنید تا بجوشد، ۱۰ mL محلول $BaCl_2$ را یا به آرامی یا به صورت قطره‌ای اضافه کنید. محلول را در هنگام افزودن و به مدت ۲ min پس از آن، به هم بزنید.

ب-۶-۲ بشر را با یک شیشه ساعت^۱ به گونه‌ای بپوشانید که امکان خروج بخارات از بشر وجود داشته باشد. جوشاندن را به آرامی ادامه دهید تا محلول تا حجم حدود ۷۵ mL (که با خط نشانه روی بشر مشخص می‌شود) تبخیر گردد. بشر را از اجاق برقی (یا هر منبع گرمایی دیگر) بردارید و اجازه دهید ۱ h قبل از صاف‌شدن، سرد شود.

ب-۶-۳ مایع شناور روی سطح را با یک کاغذ صافی بدون خاکستر با بافت ریز، صاف کنید. رسوب را ابتدا با سرریز کردن و سپس بر روی یک کاغذ صافی با آب شستشو دهید، تا عاری از یون کلراید شود. کاغذ و رسوب را به یک بوتله مناسب وزن‌شده، انتقال دهید و در گرمای ملایم خشک کنید تا رطوبت آن، تبخیر شود. بدون آتش‌زدن، کاغذ را به طور کامل، به زغال تبدیل کنید و در پایان، در یک کوره مناسب بسوزانید تا رسوب، سفید شود (یادآوری). پس از تکمیل سوزاندن، بوتله را در دمای محیط خنک و آن را وزن کنید.

1- Fluted watch glass

یادآوری - یک وسیله مناسب برای انجام این عملیات این است که بوته بدون سرپوش حاوی کاغذ صافی مرطوب را در یک کوره الکتریکی سرد قرار دهید و کوره را روشن کنید. خشک کردن، زغال کردن و سوزاندن معمولاً با نرخ دلخواه انجام می‌شود.

ب-۷ محاسبه

ب-۷-۱ مقدار گوگرد نمونه را برحسب درصد جرمی طبق معادله (ب-۱) محاسبه کنید:

$$\text{مقدار گوگرد} = \frac{(w-b) \times ۱۳/۷۳}{w} \quad (\text{ب-۱})$$

که در آن:

w جرم رسوب باریوم سولفات (BaSO_4) در محلول جاذب از نمونه سوخته شده برحسب گرم؛

b جرم رسوب BaSO_4 از محلول جاذب شاهد مربوطه (یادآوری) برحسب گرم؛

W جرم نمونه سوخته شده برحسب گرم.

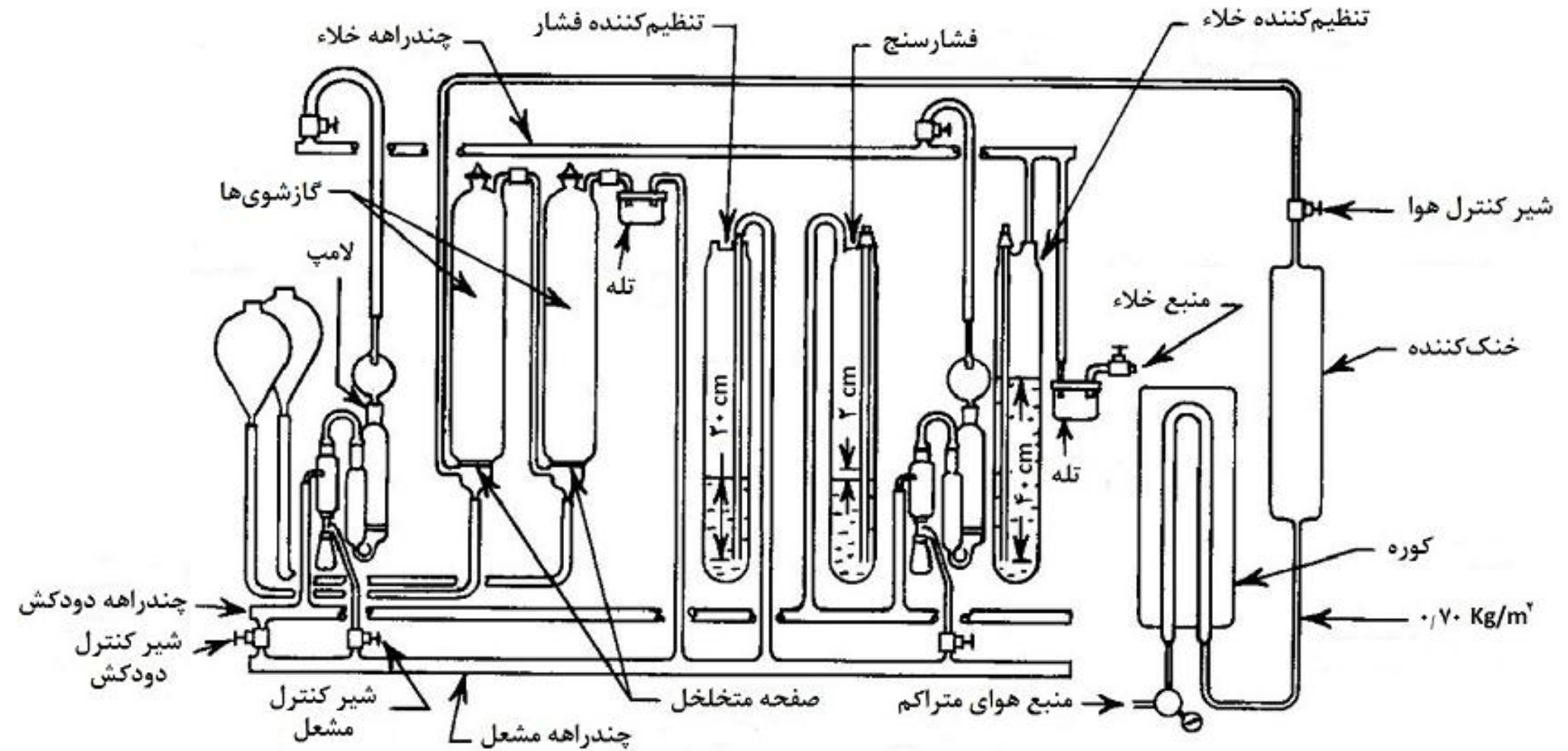
یادآوری - اگر تصحیح شاهد مورد استفاده در محاسبه بیش از $۱/۵ \text{ mg BaSO}_4$ باشد، آزمون را رها کنید. اغلب ناخالص بودن واکنشگرها، موجب این مشکل می‌گردند.

ب-۸ دقت

ب-۸-۱ برای داده‌های توصیه شده، بند ۱۵ را ببینید.

جدول ب-۱- اندازه نمونه‌های مایع سوخته شده با هوا

اندازه نمونه		مقدار گوگرد (درصد جرمی)
ml	g	
۵ - ۱۰	۱۰	۰/۵ و کمتر
۳ - ۵	۵	بیش از ۰/۵



شکل ب-۱- طرح کلی سیستم چندراهه تأمین هوای خالص شده و سیستم لامپ

پیوست پ

(الزامی)

جزئیات دستگاه

پ-۱ بالن و مشعل برای نمونه‌های غیر آروماتیک

پ-۱-۱ لامپ شیشه‌ای مقاوم در برابر مواد شیمیایی، شامل یک بالن ارلن مایر ۲۵ mL و یک مشعل مطابق با ابعاد نشان داده شده در شکل پ-۱ باید استفاده شود. مشعل شامل دو لوله شیشه‌ای هم‌مرکز، لوله خارجی دارای یک بازوی جانبی و اتصالات شیشه‌ای مخروطی استاندارد^۱ برای اتصال به بالن و دودکش می‌باشد. انتهای بالایی دو لوله مشعل باید صیقلی و دارای سطوح صاف که با یکدیگر در تراز هستند، باشد. مشعل باید دارای یک دهانه ۱ mm نزدیک پایه‌اش باشد تا فشار بین دودکش و بالن را یکسان کند. زمان اتصال به دودکش، لامپ باید توسط نوارهای لاستیکی یا فنرهای فلزی امتدادیافته بین قلاب‌های شیشه‌ای بر روی بالن و دودکش در جای خود نگه‌داشته شود.

پ-۲ بالن و مشعل برای نمونه‌های آروماتیک

پ-۲-۱ لامپ شیشه‌ای مقاوم در برابر مواد شیمیایی، شامل یک بالن ارلن مایر ۲۵ mL با یک بازوی جانبی و یک مشعل مطابق با ابعاد نشان داده شده در شکل پ-۲ باید استفاده شود. مشعل شامل دو لوله شیشه‌ای هم‌مرکز، لوله خارجی دارای یک بازوی جانبی و اتصالات شیشه‌ای مخروطی استاندارد برای اتصال مشعل به بالن و دودکش می‌باشد. انتهای بالایی هر دو لوله مشعل باید صیقلی و دارای سطوح صاف که با یکدیگر در تراز هستند، باشد. زمان اتصال به دودکش، لامپ‌ها باید توسط نوارهای لاستیکی یا فنرهای فلزی امتداد یافته بین قلاب‌های شیشه‌ای بر روی بالن و دودکش در جای خود نگه‌داشته شوند.

پ-۳ دودکش

پ-۳-۱ یک دودکش شیشه‌ای مقاوم در برابر مواد شیمیایی (مطابق با ابعاد نشان داده شده در شکل پ-۳) و مجهز به اتصالات شیشه‌ای مخروطی استاندارد برای اتصال به مشعل و جاذب باید استفاده شود.

۱- مخروطی‌های استاندارد ۱۴/۱۰، ۲۴/۴۰ یا معادل

پ-۴ جاذب

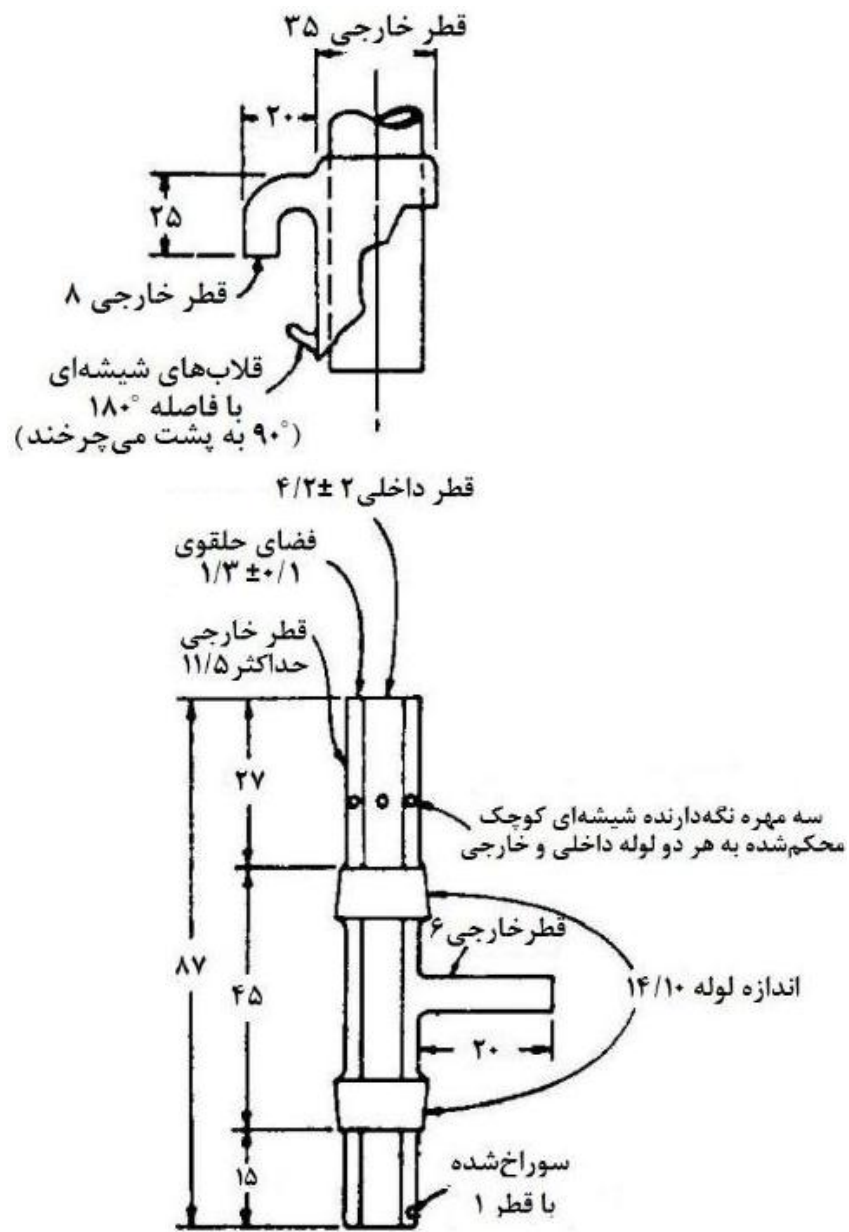
یک جاذب شیشه‌ای مقاوم در برابر مواد شیمیایی مطابق با ابعاد نشان داده شده در شکل پ-۵ و مجهز به اتصالات شیشه‌ای مخروطی استاندارد برای اتصال به دودکش و تله افشانک باید استفاده شود. یک صفحه لعابدار دارای سوراخی با قطر میانگین از $150 \mu\text{m}$ تا $200 \mu\text{m}$ باید در حباب بزرگ‌تر جاذب قرار گیرد. صفحه لعابدار باید دارای تخلخل باشد تا زمانی که 50 mL آب در جاذب قرار می‌گیرد و هوا با نرخ 3.0 L/min از آن عبور داده می‌شود، اختلاف فشار بین دو طرف جاذب بین 15 cm و 23 cm آب باشد و هوا به طور یکنواخت پراکنده شود.

پ-۵ تله افشانک

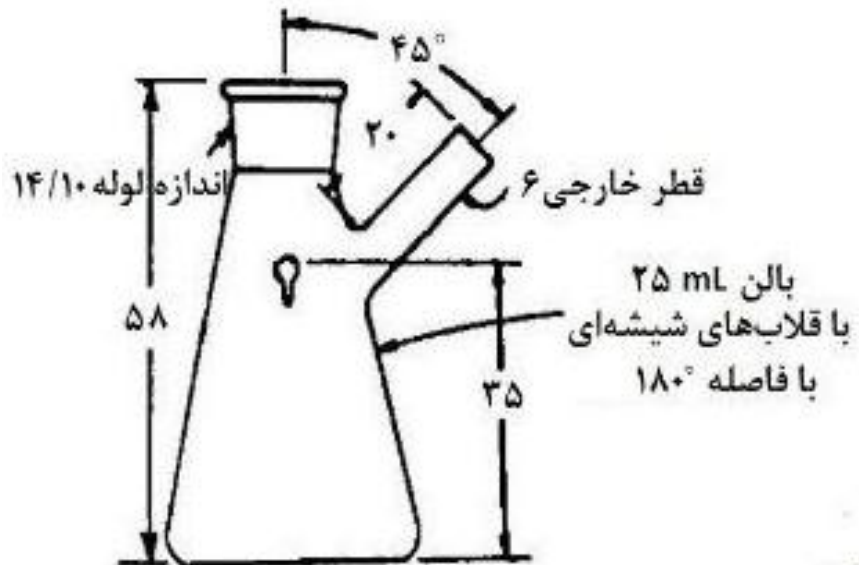
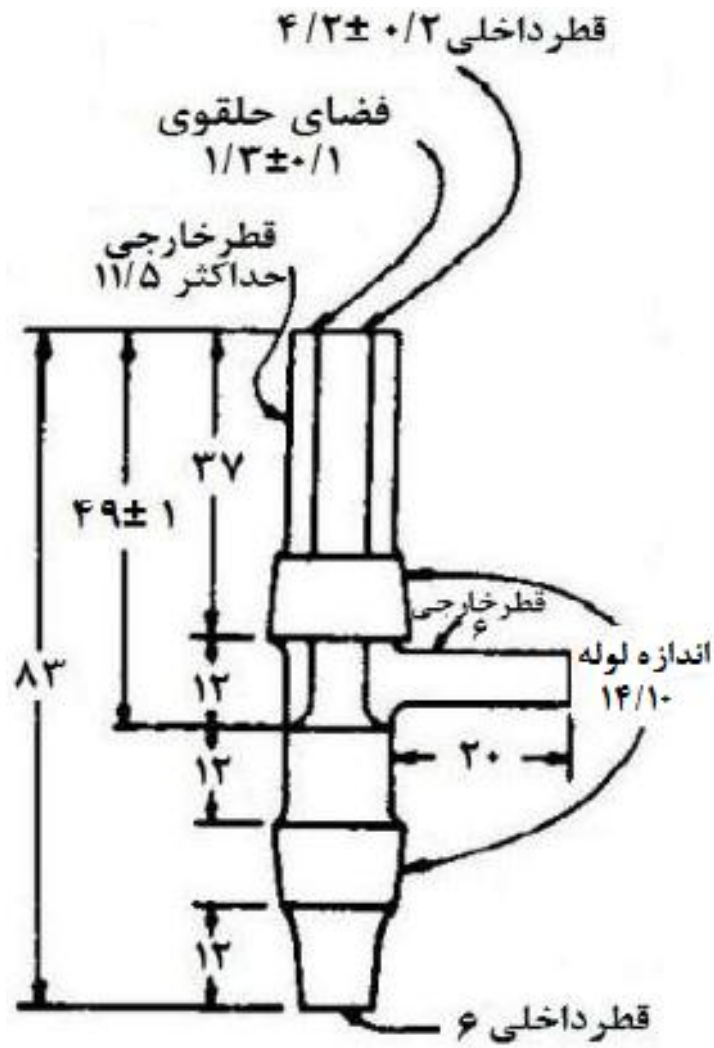
پ-۵-۱ یک تله افشانک شیشه‌ای مقاوم در برابر مواد شیمیایی مطابق با ابعاد نشان داده شده در شکل پ-۴ و مجهز به اتصالات شیشه‌ای مخروطی استاندارد برای اتصال به جاذب باید استفاده شود.

پ-۶ سیستم چندراهه

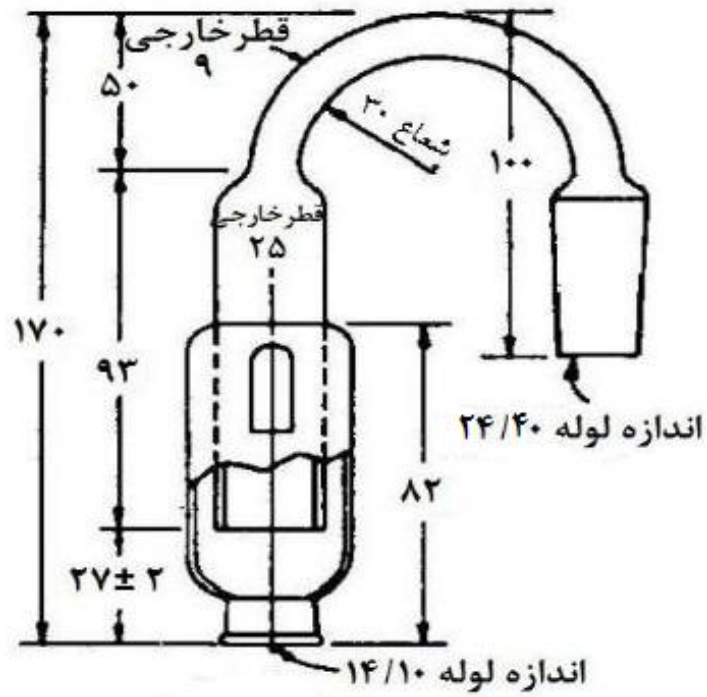
پ-۶-۱ یک چندراهه اتمسفر احتراق و خلاء مناسب و سیستم تأمین مخلوط موردنیاز $\text{CO}_2 - \text{O}_2$ برای مجموعه لامپ، به صورت نمودار در شکل ۲ نشان داده شده است. گازها از کیسول‌های تجارتي تأمین می‌شوند. فشار هر گاز توسط دو شیر تنظیم‌کننده یک مرحله‌ای تا $(2 \pm 10) \text{ psig}$ یا $(0.14 \pm 0.17) \text{ Kg/m}^2$ تنظیم می‌شود تا از فشار ثابت در شیرهای سوزنی تنظیم‌کننده جریان، مطمئن شوید. لازم است که CO_2 را از میان یک مبدل حرارتی نصب‌شده در جلوی شیرهای تنظیم‌کننده عبور دهید تا از انجماد شیرها جلوگیری کند. گازها از میان یک سیستم اندازه‌گیری شامل دو جریان‌سنج روتامتر کالیبره شده عبور داده می‌شوند تا نسبت دو گاز مخلوط‌شده در مخزن ذخیره را نشان دهند. هر مجموعه لامپ می‌تواند به صورت یک واحد عمل کند و بر این اساس، توان عملیاتی جریان‌سنج‌ها مطابق آن انتخاب می‌شوند. به منظور جلوگیری از محدودیت (ممانعت) غیرضروری در جریان گاز، قطر داخلی لوله‌ای که چندراهه دودکش را به دودکش‌ها متصل می‌کند، باید 6.4 mm یا بیشتر باشد. ظرفیت گازشوی نیز باید حدود 1 L باشد.



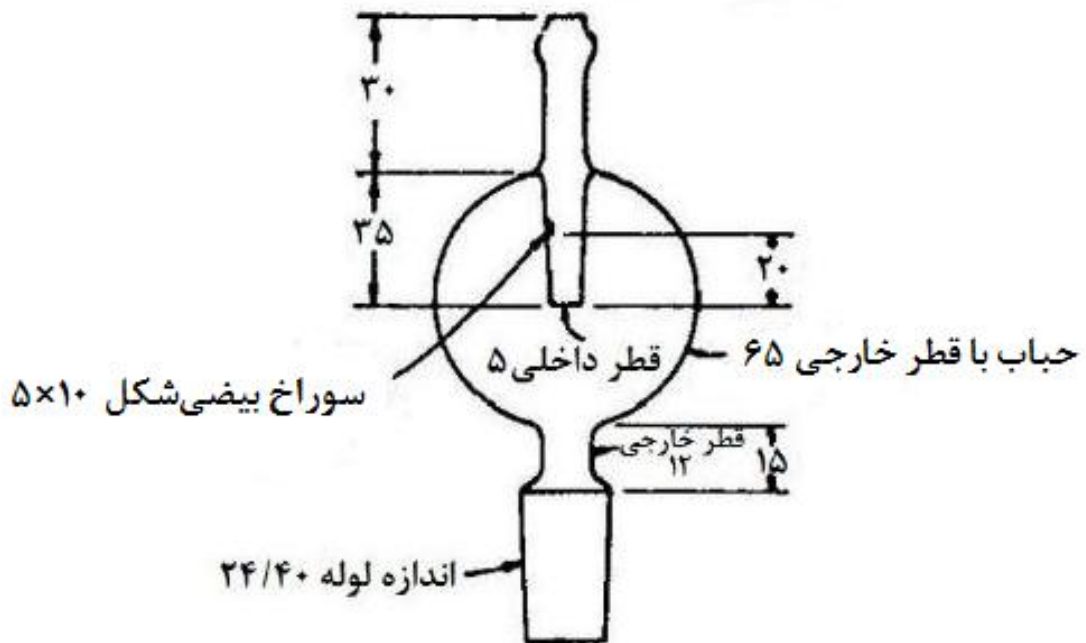
شکل پ-۱- بالن و مشعل استاندارد



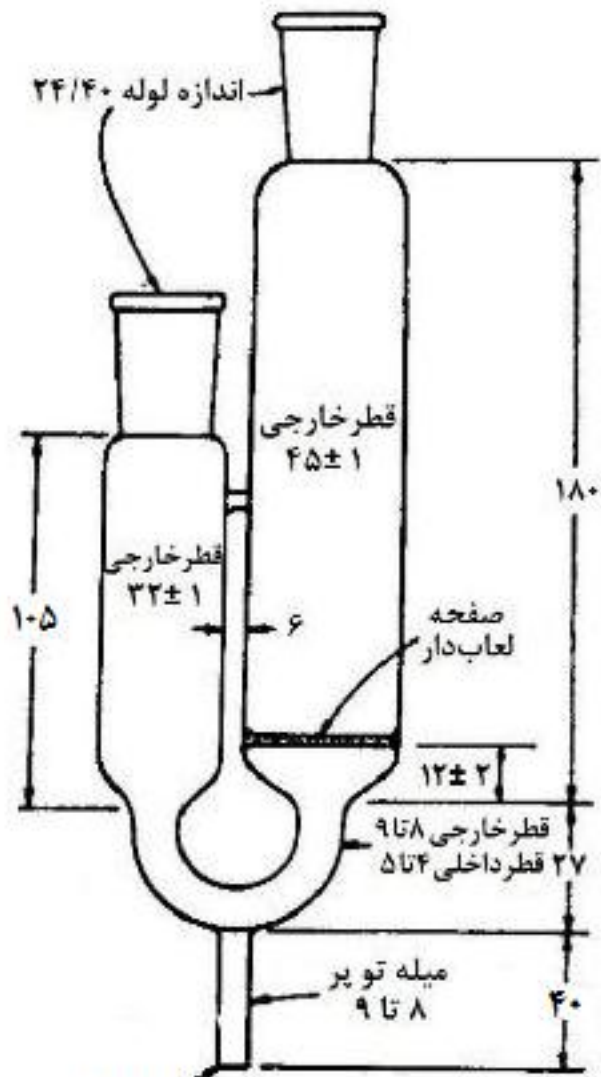
شکل پ-۲ - بالن و مشعل برای نمونه‌های آروماتیک



شکل پ-۳- دودکش



شکل پ-۴- تله افشانک



نگه داشته شده در وضعیت
یا هر نگه دارنده مناسب

یادآوری - صفحه لعاب دار نشان داده شده در جاذب باید دارای تخلخل باشد تا زمانی که ۵۰ mL آب در جاذب قرار می گیرد و هوا با نرخ ۳٫۰ L/min از آن عبور داده می شود، اختلاف فشار بین دو طرف جاذب بین ۱۵ cm و ۲۳ cm آب باشد و هوا به طور یکنواخت پراکنده شود

شکل پ-۵- جاذب