

INSO

8721

1st. Revision

2016



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۸۷۲۱

تجددنظر اول

۱۳۹۴

فرآوردهای نفتی - گازهای نفتی مایع شده  
- تعیین گوگرد به روش مشعل اکسی  
هیدروژن یا لامپ - روش آزمون

Petroleum products - Liquefied petroleum  
gases - Determination of Sulfur by  
Oxy-Hydrogen burner or lamp method -  
Test method

ICS: 75.160.30

## بهنام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و 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 میدهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup> کمیسیون بین المللی الکترونیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/ یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاهای کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International organization for Standardization

2- International Electro technical Commission

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

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

## **کمیسیون فنی تدوین استاندارد**

**«فرآورده‌های نفتی- گازهای نفتی مایع شده- تعیین گوگرد به روش مشعل اکسی هیدروژن یا لامپ - روش آزمون»**  
**(تجدید نظر اول)**

### **سمت و / یا نمایندگی**

دانشگاه بوعلی سینا همدان

**رئیس:**

هاشمی، مهدی  
(دکتری شیمی تجزیه)

### **دبیر:**

شرکت رویان پژوهان سینا

افتخاری دافچاهی، سمیه  
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

### **اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)**

آزمایشگاه پیرایه زیست قزوین

بیگدلی، داوود  
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

بیگلری، حسن  
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

شرکت بندر آبادان ده هزار

حسینی، مجتبی  
(کارشناس ارشد شیمی آلی)

اداره کل استاندارد استان همدان

ردانی، احسان  
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پالایشگاه نفت پارس

شیخ علیزاده، کاملیا  
(کارشناس شیمی)

شرکت پالایش الموت آبادان

صیافی، سید مهدی  
(کارشناس شیمی)

شرکت رویان پژوهان سینا

صنعتگر دلشاد، الهام  
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت پتروپالایش کاسیان

قصابانی، مژگان  
(کارشناس شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ وسائل
۵	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۶	۶ نمونه‌برداری آزمونهای واحدهای آزمون
۶	۷ روشی برای احتراق نمونه
۱۴	۸ محاسبات
۱۵	۹ کنترل کیفیت
۱۵	۱۰ دقیق و اریبی

## پیش‌گفتار

استاندارد «فرآورده‌های نفتی- گازهای نفتی مایع شده- تعیین گوگرد به روش مشعل اکسی هیدروژن یا لامپ - روش آزمون» نخستین بار در سال ۱۳۸۵ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت رویان پژوهان سینا و تایید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در شصت و پنجمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۱۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در موقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۸۷۲۱ سال ۱۳۸۵ است.

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

ASTM D2784: 2011, Standard test method for sulfur in liquefied petroleum gases (oxy-hydrogen burner or lamp)

# فرآوردهای نفتی - گازهای نفتی مایع شده - تعیین گوگرد به روش مشعل اکسی هیدروژن یا لامپ - روش آزمون

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری اقدامات ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

## ۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری کل گوگرد در گازهای نفتی مایع شده که دارای بیش از  $\mu\text{g/g}$  ۱ گوگرد است، می‌باشد. آزمونهای نباید حاوی بیش از  $\mu\text{g/g}$  ۱۰۰ هالوژن باشند.

۲-۱ به منظور دستیابی به قابلیت بررسی کمی این روش آزمون باید شیوه‌های دقیقی به کار برد و همه منابع احتمالی آلودگی گوگرد را حذف نمود. به ویژه باید از عوامل پاک‌کننده از قبیل شویندهای خانگی حاوی سولفات اجتناب گردد.

یادآوری- مقدار بسیار کم گوگرد در گازهای نفتی مایع شده موجب خوردگی سطوح فلزی شده و برای کاتالیست‌ها در فرآوری‌های بعدی به صورت سم ایجاد اشکال می‌نماید.

## ۲ مراجع الزامی

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

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

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۲، فرآوردهای نفتی - اندازه‌گیری رنگ به روش سیبلت - روش آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۴۷، گازهای نفتی مایع- نمونه‌برداری به روش دستی

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۲۶۶، گاز مایع فشرده شده و هیدروکربن‌های سبک- تعیین چگالی و چگالی نسبی- به روش هیدرومتری تحت فشار

۲-۵ ASTM D1266, Test Method for Sulfur in Petroleum Products (Lamp Method)

۲-۶ ASTM E11, Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves

### ۳ اصول آزمون

۱-۳ نمونه در مشعل اکسی هیدروژن یا لامپ موجود در یک سامانه بسته با محیط کربن دی اکسید و اکسیژن سوزانده می شود. روش دوم به دلیل نیاز به احتراق بیش از حد طولانی، برای مقادیر جزئی گوگرد توصیه نمی شود. اکسیدهای گوگرد در محلول هیدروژن پراکسید جذب شده و به سولفوریک اسید اکسید می شوند. سپس یون های سولفات توسط یکی از مراحل نهایی زیر تعیین می شوند.

۲-۱-۳ تیتراسیون باریم پرکلرات، سولفات حاصل توسط باریم پرکلرات در حضور شناساگر مخلوط تورین - متیلن بلو<sup>۱</sup> تیتر می شود.

۲-۱-۳ کدورت سنجی، سولفات حاصل به صورت باریم سولفات رسوب می دهد و میزان کدورت سوسپانسیون در اثر رسوب با یک فتومنتر اندازه گیری می شود.

### ۴ وسایل

#### ۱-۴ مجموعه احتراق اکسی هیدروژن

دو نوع دستگاه مطابق با بندهای ۱-۴ و ۲-۱-۴ توصیه می شود. استفاده از وسایل احتراق دیگری که نتایج مشابهی را حاصل کنند نیز رضایت بخش می باشد.

۱-۱-۴ دستگاه احتراق نوع ویکبولد<sup>۲</sup>، این دستگاه در شکل ۱ نشان داده شده است.

۲-۱-۴ دستگاه مشعل بکمن<sup>۳</sup> پیشرفت، این دستگاه در شکل ۲ نشان داده شده است.

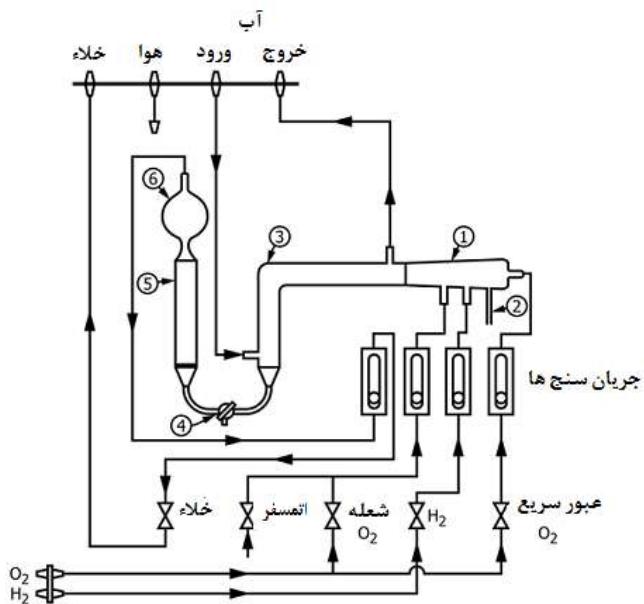
هر یک از دستگاه های فوق باید شامل سه قسمت باشند: مشعل اتمساز، محفظه احتراق و جاذب با تله پاششی. وجود یک دریچه اطمینان خروجی در محفظه احتراق مطلوب است. سایر اجزای دستگاه باید شامل یک حفاظ مناسب با شیرهای سوزنی و جریان سنج برای کنترل دقیق اکسیژن، هیدروژن و خلاء باشند.

۳-۱-۴ حفاظ ایمنی، در صورت تشکیل مخلوط قابل انفجار در محفظه احتراق باید یک حفاظ شفاف برای محافظت کاربر وجود داشته باشد.

1- Thorin-methylene blue

2- Wickbold

3- Beckman

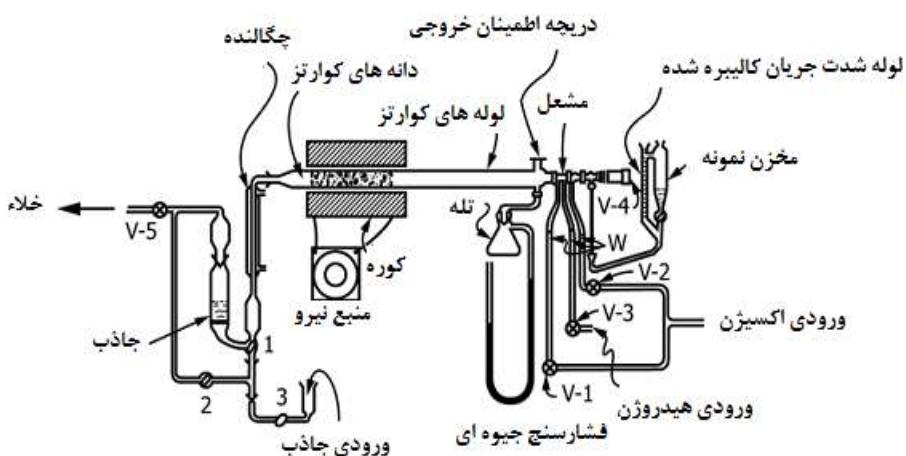


راهنمای:

- ۱ شیر سه راهه
- ۲ دریافت کننده
- ۳ تله پاششی

- ۱ مشعل اتمساز
- ۲ لوله نمونه
- ۳ محفظه احتراق

شکل ۱- نمودار جریان یک دستگاه احتراق اکسی هیدروژن



شکل ۲- نمودار جریان دستگاه برای مقادیر جزیی گوگرد

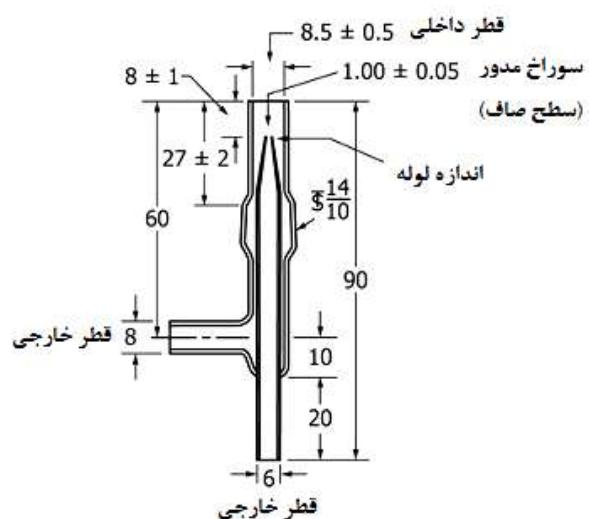
## ۲-۴ مجموعه وسائل احتراق با لامپ

۱-۲-۴ جاذب‌ها، دودکش‌ها و تله‌های پاششی، این اجزا در استاندارد ASTM D1266 به تفضیل شرح داده شده است.

۲-۲-۴ سامانه چند راهه، این سامانه شامل یک چند راهه خلاء با وسیله تنظیم، شیرها و قسمت‌های دیگر (مطابق با شکل ۲ استاندارد ASTM D1266) و یک دو راهه (مشعل و دودکش) می‌باشد. دو راهه باید قادر به تامین مخلوط گاز تقریباً ۷۰٪ کربن دی‌اکسید ( $\text{CO}_2$ ) و ۳۰٪ اکسیژن ( $\text{O}_2$ ) با فشار تنظیم شده باشد. مخلوط گاز در چندراهه دودکش در فشار نزدیک به ۱ cm از سطح آب و چندراهه مشعل در فشار تقریبی ۲۰ cm از سطح آب نگه داشته شود. یک چیدمان مناسب در شکل ۲ استاندارد ASTM D1266 نشان داده شده و در استاندارد مذکور توصیف شده است. هر سامانه مشابه دیگری با نتایج یکسان نیز می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد.

۳-۲-۴ مشعل گازی از نوع انفجاری، ابعاد این دستگاه در شکل ۳ نشان داده شده است.

ابعاد بر حسب میلی‌متر



شکل ۳- مشعل گازی از نوع انفجاری

۳-۴ منبع خلاء، منبع خلاء با ظرفیت حداقل  $1200 \text{ l/h}$  موردنیاز است. در صورت استفاده از پمپ خلاء، آن را با یک تله مناسب محافظت کنید.

۴-۴ استوانه فلزی مقاوم در برابر خوردگی، با ظرفیت  $75\text{ ml}$  که باید در فشار  $4/14\text{ MPa}$  مورد آزمون قرار گیرد و زمانی که با هوا یا نیتروژن در این فشار پر شده و در آب غوطه‌ور می‌گردد، نباید هیچگونه نشتی داشته باشد. استوانه باید به یک شیر سوزنی به منظور اتصال به مجموعه مشعل مجهر شود.

۵-۴ مبدل متغیر، با ولتاژ  $V$   $0$  تا  $120$  و توان  $W$   $750$ .

۶-۴ تنظیم‌کننده فشار کربن دی‌اکسید، تنظیم‌کننده باید از نوعی باشد که مشکلات ناشی از سرمایش (که با کاهش فشار کربن دی‌اکسید پدید می‌آید) را حذف نماید.

## ۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۵ خلوص واکنشگرها، در طی تجزیه، فقط از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید مگر اینکه ویژگی‌های دیگری برای مشخصات مواد ذکر شده باشد. مواد شیمیایی با درجات دیگر، مشروط بر دارا بودن خلوص آزمایشگاهی و بدون اثرگذاری بر روی درستی اندازه‌گیری، استفاده می‌شوند.

۲-۵ خلوص آب، آب مورد استفاده در این روش آزمون باید دارای خلوص آزمایشگاهی از نوع درجه دو یا سه مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ باشد. آب مصرفی باید به وسیله فیلتر نمودن از میان یک ستون حاوی مخلوط رزین‌های تبادل آنیونی و کاتیونی، یون‌زدایی و عاری از سولفات شده باشد.

یادآوری - به منظور تعیین زمان تعویض رزین‌های تبادلی از یک هدایت‌سنجد الکتریکی ساده استفاده شود.

۳-۵ محلول سولفات استاندارد،  $1\text{ ml}$  از این محلول معادل  $100\text{ }\mu\text{g/g}$  گوگرد می‌باشد.  $6/24 \pm 0/0\text{ ml}$  سولفوریک اسید ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) را با آب دقیقاً به حجم یک لیتر برسانید. رقیق‌سازی را توسط تیتر کردن با محلول سدیم هیدروکسید استاندارد با همان نرمالیته کنترل کرده و در صورت نیاز غلظت محلول را تنظیم کنید تا هر میلی‌لیتر آن معادل  $100\text{ }\mu\text{g/g}$  گوگرد باشد.

۴-۵ هیدروژن، کربن دی‌اکسید و اکسیژن، به هشدارهای ۱، ۲ و ۳ مراجعه کنید. این گازها باید الزامات یادآوری بند ۷-۷ را برآورده سازد.

هشدار ۱ - هیدروژن فوق العاده قابل اشتعال است.

هشدار ۲ - کربن دی‌اکسید ممکن است اکسیژن موجود برای تنفس را کاهش دهد.

هشدار ۳ - اکسیژن، احتراق را تسريع می‌کند.

۵-۵ محلول شستشو، حجم‌های مساوی از استن و ایزوپروپانول دارای گوگرد کم را مخلوط کنید.

۶-۵ محلول هیدروژن پراکسید  $(1/5\%, 1:19)$ ، یک حجم هیدروژن پراکسید غلیظ  $(30\%, \text{H}_2\text{O}_2)$  را با ۱۹ حجم آب مخلوط کرده و در یک بطری شیشه‌ای تیره درپوش دار نگه‌داری کنید.

**۷-۵ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)**<sup>۱</sup>، این نمونه‌ها به طور ترجیحی یک یا چند قسمت از مواد گازی نفتی مایع شده یا استانداردهای تهیه شده با مقدار گوگرد معلوم می‌باشند که در ایجاد منحنی کالیبراسیون دستگاه استفاده نمی‌شوند. این نمونه‌ها جهت بررسی صحه‌گذاری فرایند آزمون مذکور در بند ۸ استفاده می‌شوند. عرضه فراوان نمونه‌های QC باید برای یک دوره در نظر گرفته شده در دسترس باشند. این مواد باید تحت شرایط انبارش پیش‌بینی شده همگن و پایدار باشند.

## ۶ نمونه‌برداری

**۱-۶ دستگاه آزمون را در یک محفظه به گونه‌ای قرار دهید که با توصیه‌های ذکر شده در استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۴۷ و IP ۱۸۱ مطابقت داشته باشد.**

**۲-۶** یک استوانه ml ۷۵ خشک و تمیز را با دقت g ۰/۰۵ وزن کنید. محفظه را به استوانه معکوس متصل کرده و g ۲۴ تا ۴۵ گاز مایع شده را وارد آن کنید. مراقب باشید که محفظه پر از مایع نشود. به منظور جلوگیری از این امر، مقدار کمی از فاز مایع ماده را پس از پرشدن و پیش از توزین مجدد خالی کنید. استوانه را دوباره با دقت g ۰/۰۵ وزن کنید.

**یادآوری ۱- ظرف فلزی ml ۷۵ مقاوم در برابر خوردگی را می‌توانید به شرح زیر تمیز کنید:**

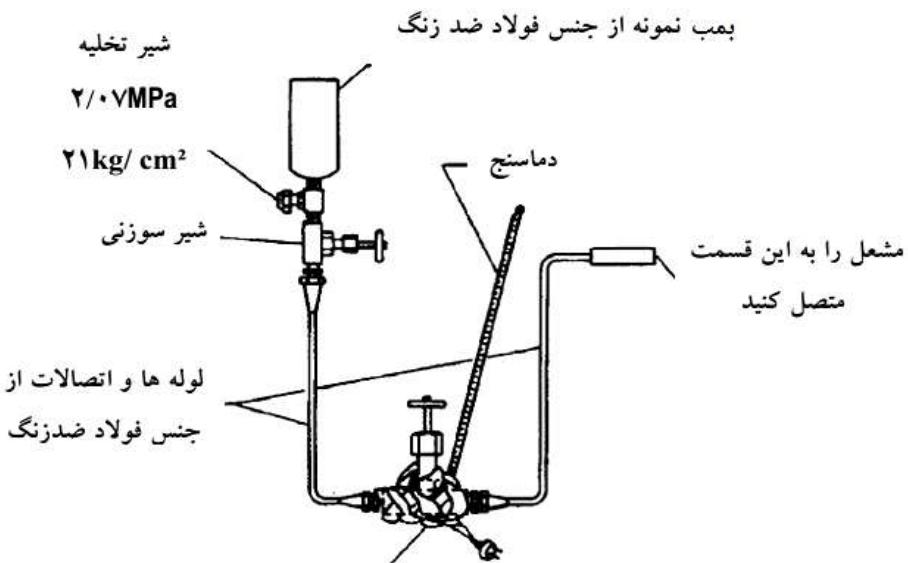
شیر سوزنی را جدا کنید. داخل ظرف و شیر را ابتدا با یک هیدروکربن عاری از گوگرد مانند n-پنتان (نرمال پنتان) و سپس با استن شستشو دهید. داخل ظرف را با هوای تمیز خشک کنید و آن را با هیدروکلریک اسید (۱۰:۱) شستشو دهید. تا زمانی که آب حاصل از شستشو در مقابل کاغذ pH خنثی باشد، داخل ظرف را با آب شستشو دهید و اجازه دهید حداقل به مدت ۱۰ دقیقه تخلیه شود. آن را با جریان هوای متراکم تمیز، خشک کنید و روی دستگاه قرار دهید.

**یادآوری ۲- چگالی نمونه گاز نفتی مایع برای ماده‌ای که مقدار گوگرد آن با این روش تعیین می‌شود، وزن بیشینه‌ای است که می‌تواند بدون آنکه استوانه به طور کامل از مایع پر شود به استوانه ml ۷۵ وارد شود. این مقدار وزن بیشینه، با مقدار نمونه در جدول ۱ برای انطباق نهایی و غلظت‌های گوگرد مورد انتظار نشان داده شده جهت تعیین نمودن وزن نمونه مناسبی که به استوانه در بند ۲-۶ وارد می‌گردد، مقایسه می‌شود. به عنوان مثال، اگر چگالی نمونه g/ml ۰/۶ در دمای اتاق باشد و در صورتی که وزن گاز نفتی مایع شده در ظرف ml ۷۵، کمتر از g ۴۵ باشد، ظرف را نمی‌توان به صورت کامل در دمای محیط از مایع پر نمود.**

## ۷ روشی برای احتراق نمونه

**۱-۷** استوانه نمونه را با یک لوله فولادی ضدزنگ به شیر انبساط گاز متصل کنید. لوله فولادی ضدزنگ دیگری را به آن وصل کنید که تا نزدیکی مشعل امتداد داشته باشد. با استفاده از یک لوله لاستیکی عاری از گوگرد، اتصال نهایی را با مشعل برقرار کنید. شیر انبساط را با نوار حرارتی بپوشانید و آن را به یک مبدل متغیر وصل کنید. یک دماسنجد را بین نوار حرارتی و شیر انبساط به نحوی قرار دهید که حباب دماسنجد در تماس با بدنه شیر باشد. شکل ۴ را ببینید.

**یادآوری** – استفاده از سایر وسایل اندازه‌گیری دما از قبیل ترموموکوپل‌ها یا دماسنچ‌های جیوه در شیشه ایجاد می‌کنند، مجاز می‌باشد. دقت و اربیبی بیان شده در بند ۱۰ در موارد استفاده از این وسایل اندازه‌گیری به کار نمی‌رود، زیرا دقت بیان شده بر اساس مطالعات بین آزمایشگاهی می‌باشد که در آن فقط از دماسنچ‌های جیوه در شیشه استفاده شده است. هنگام استفاده از سایر وسایل اندازه‌گیری دما، هیچگونه اطلاعاتی در مورد اثر بر روی دقت در دسترس نمی‌باشد.



شیر تنظیم که بواسیله نوار حرارتی (طول ۱۲/۲ متر، ۱۴۰ وات، ۴۵ ولت) در دمای ۴۳ درجه سلسیوس نگهداری و بواسیله یک مبدل متغیر کنترل می‌گردد.

شکل ۴ - مجموعه مشعل برای گاز نفتی مایع

۲-۷ مبدل متغیر را روشن کنید و اجازه دهید شیر انبساط به دمای  $43^{\circ}\text{C}$  برسد. برای این منظور می‌توانید شیر انبساط را در یک ظرف فلزی مناسب که درون آب با دمای  $43^{\circ}\text{C}$  نگه داشته شده است، قرار دهید.

۳-۷ احتراق اکسی - هیدروژن، دستگاه را مطابق با دستورالعمل تولیدکننده نصب کنید (به بند ۱-۶-۷ مراجعه کنید). ۲۵ ml محلول هیدروژن پراکسید را به جاذب اضافه کنید.

هشدار - قبل از انجام مراحل بعدی، کاربر ابتدا باید از خطرات متعددی که ناشی از استفاده نامناسب هیدروژن به عنوان سوخت است، آگاه و از پوشش ایمنی برخوردار باشد.

۱-۳ مشعل را روشن کنید و داخل محفظه احتراق قرار دهید در صورت نیاز جریان‌های گاز را دوباره تنظیم کرده و شیر زیرین استوانه نمونه را باز کنید. شیر انبساط را تا زمانی که سرعت سوخت بهینه حاصل گردد، به آرامی باز کنید.

۴-۷ احتراق با لامپ، ۲۵ ml محلول هیدروژن پراکسید را به جاذب اضافه کنید. دودکش، جاذب و تله پاششی را در جای خود قرار دهید و به چندراهه  $\text{CO}_2\text{-O}_2$  و خلاء متصل کنید. تنظیمات لازم برای خلاء را انجام دهید (به استاندارد ASTM D1266 مراجعه کنید). یک جاذب کنترل کننده شاهد را مطابق با استاندارد ASTM D1266 تنظیم کنید.

۴-۸ شیر زیرین استوانه نمونه را باز کنید. به آرامی شیر انبساط گاز را باز کنید. مشعل را با یک لامپ الکلی روشن کنید و درون محفظه احتراق (دودکش) قرار دهید.

۵-۷ مقداری از نمونه را مطابق با جدول ۱ بسوزانید.

جدول ۱- مقادیر نمونه

آزمون تیتراسیون با باریم پرکلرات	آزمون کدورت سنجی	مقدار گوگرد، ppm
۳۰	۴۵	۱ تا ۵
۱۰	۲۰	۱۰ تا ۵
۳	۵	۵۰ تا ۱۰

الف در صورتی که  $g$  نمونه را نمی‌توان به یک استوانه  $ml$  ۷۵ انتقال داد (به یادآوری ۲-۶ مراجعه کنید)، استفاده از مقدار نمونه کوچکتر، متناظر با حداکثر وزن نمونه‌ای که در آن استوانه‌ای به صورت کامل از مایع پر نمی‌شود، مجاز است. کاربران این روش آزمون در استفاده از مقادیر نمونه کوچکتر با محدودیت‌هایی مواجه می‌شوند که ممکن است بر روی نتایج تاثیرگذار باشند.

یادآوری ۱- در مورد سوزاندن مواد دارای بیش از  $g/\mu\text{g}$  ۵۰ گوگرد، مقدار نمونه‌ها را طوری انتخاب کنید که مقادیر به دست آمده گوگرد برای آزمون کدورت سنجی، بیش از  $\mu\text{g}$  ۲۵۰ یا برای تیتراسیون باریم پرکلرات، بیش از  $\mu\text{g}$  ۱۵۰ نباشد. همچنین می‌توان از محلول‌های جاذب که حاوی گوگرد کمتر از مقادیر فوق می‌باشند، استفاده نمود.

یادآوری ۲- ممکن است تنظیم جزیی شدت‌های جریان گاز ضروری باشد تا موارد توصیه شده توسط تولیدکننده رعایت گردد.

۶-۷ پس از سوزاندن مقدار کافی از نمونه، شیر پایین سیلندر را ببندید. اجازه دهید گاز باقیمانده در لوله و شیر انبساط گاز بسوزد. گرمادهی به شیر انبساط گاز را متوقف کنید، لوله متصل به استوانه نمونه را قطع و استوانه نمونه را با دقیقه  $0.5$  وزن کنید. محلول جاذب را در مجموعه لامپ رها کنید. همین محلول جاذب برای سوزاندن محلول شستشو مورد استفاده قرار خواهد گرفت. اجازه دهید شیر انبساط تا دمای محیط خنک شود.

۷-۷ در صورت امکان برای مشعل اکسی هیدروژن، با استفاده از  $10 ml$  محلول شستشو، لوله‌ها و شیر را شستشو دهید و بدون جدا کردن لوله بسوزانید. در غیر اینصورت لوله را جدا کرده و در حالت عادی مایع را بسوزانید. برای سوزاندن با لامپ، محلول حاصل از شستشو را در یک بالن لامپ گوگرد استاندارد جمع کنید

(به استاندارد ASTM D1266 مراجعه کنید). یک مشعل استاندارد مجهز به فتیله را درون بالن قرار دهید و سوزاندن را مطابق با استاندارد ASTM D1266 انجام دهید.

۸-۷ برای مشعل‌های اکسی هیدروژن، هنگامی که همه محلول حاصل از شستشو مصرف شد، مشعل را طبق توصیه تولیدکننده خاموش کنید.

۹-۷ پس از سوزاندن محلول حاصل از شستشو در لامپ، آن را خارج کنید. منبع  $\text{CO}_2$ -O<sub>2</sub> و پمپ خلاء را نیز خاموش کنید.

۱۰-۷ برای تعیین شاهد اکسی هیدروکربن حاوی مقدار جزیی گوگرد را بسوزانید. این عمل را حداقل دوبار قبل از آزمون نمونه‌های حاوی مقدار جزیی گوگرد انجام دهید تا مطمئن شوید مقادیر شاهد کوچک و ثابت هستند. مقدار حاصل از نمونه شاهد را از کل مقدار گوگرد کسر کنید. باقی‌مانده، مقدار خالص گوگرد نمونه بر حسب میکروگرم است. به همین طریق مقدار گوگرد به دست آمده از سوزاندن شاهد با لامپ را از کل مقدار گوگرد کم کنید.

۱۱-۷ تله پاششی را از مسیر خلاء قطع کنید و تله پاششی و دودکش را به طور کامل با حدود ۳۵ ml آب قطر شستشو دهید. آب حاصل از شستشو را در جاذب جمع کنید. بسیار مهم است هرگونه موادی که به این قسمت‌ها چسبیده است به جاذب متصل شوند تا از اتلاف مقادیر جزیی گوگرد جلوگیری شود.

## ۸ تیتراسیون به وسیله باریم پرکلرات

### ۱-۸ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۱-۸ آب عاری از یون، آب یون‌زدایی شده را تقطیر کرده و در بطری‌های درپوش‌دار محکم از جنس پلی‌اتیلن با چگالی بالا نگهداری کنید.

۲-۱-۸ هیدروکلریک اسید، استاندارد الکلی (M)، ۰,۱ M ۲۰ ml هیدروکلریک اسید (HCl)، M ۰,۵ آبی را با ۸۰ ml ایزوپروپانول رقیق کنید.

۳-۱-۸ محلول شناساگر مخلوط متیلن‌بلو - تورین پایدار شده<sup>۱</sup>، به منظور تهیه این شناساگر، حجم-های مساوی از دو محلول زیر را هفت‌های یک‌بار مخلوط کنید:

محلول A: مقدار g ۰,۸ تورین<sup>۲</sup> و g ۰,۲۹ پتاسیم برومات را با استفاده از آب به حجم ml ۵۰۰ برسانید.

محلول B: مقدار g ۰,۱۶ متیلن‌بلو و ml ۰,۲ هیدروکلریک اسید M ۰,۵ را با استفاده از آب به حجم ml ۵۰۰ برسانید.

### ۴-۱-۸ محلول شناساگر ارغوانی متیل فیشر<sup>۳</sup>

1- Inhibited Thorin-Methylene Blue Mixed Indicator Solution

2- C<sub>16</sub>H<sub>11</sub>AsN<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>10</sub>S<sub>2</sub>

3- Fleisher's Methyl Purple Indicator Solution

**۵-۱-۸** باریم پرکلرات (M<sub>0,005</sub>)، مقدار g ۱,۹۵ باریم پرکلرات سه آبه<sup>۱</sup> را در ۲۰۰ ml آب حل کنید و ۸۰۰ ml ایزوپروپانول به آن اضافه کنید. با استفاده از پرکلریک اسید و به وسیله یک pH متر، pH ظاهری را به حدود ۳,۵ برسانید.

#### **۶-۱-۸** پر کلریک اسید (۷۰٪)

**۷-۱-۸** سدیم هیدروکسید، محلول‌های استاندارد (M<sub>0,۰۳</sub>)، این محلول را با مخلوط کردن هفت قسمت آب با سه قسمت محلول سدیم هیدروکسید M<sub>۱</sub> استاندارد تهیه کنید. N ۰,۰۳ ml از محلول سدیم هیدروکسید را به وسیله تبخیر کردن تا ۳۰ ml تغییظ کنید و مقدار سولفات موجود را طبق روش ذکر شده در استاندارد ASTM D1266 تعیین کنید. در صورت وجود سولفات و ورود گوگرد از طریق واکنشگر در تیتراسیون قلیایی پس از سوزاندن، تصحیحات لازم را انجام دهید.

#### **۸-۱-۸** متیلن‌بلو

#### **۲-۸** آماده‌سازی منحنی کاری

**۱-۲-۸** با استفاده از پیپت، هر یک از نمونه‌های محلول سولفات استاندارد را مطابق با جدول ۲ در بشرهای ۳۰ ml جداگانه بریزید (به بند ۳-۵ مراجعه کنید). به هر یک از آن‌ها مقدار کافی آب بیفزایید تا به حجم ml ۳,۴ ml ۱۲ ایزوپروپانول (حجم کل ۱۵,۴ ml) و سه قطره محلول شناساگر مخلوط تورین - متیلن‌بلو اضافه کرده و به صورت زیر تیتر کنید. برای هر مقدار گوگرد ذکر شده در جدول ۲، سه نمونه مشابه را تیتر کنید. منحنی حجم مصرفی تیترکننده (ml) را بر حسب مقادیر گوگرد (μg) رسم کنید. بهترین خط مستقیم را از میان نقاط بگذرانید و حداقل دو نقطه منحنی را در هر ۱۰ روز کنترل کنید.

جدول ۲- تهیه منحنی کاری

نمونه (ml)	گوگرد (μg)	۴۰	۸۰	۱۲۰	۲۴۰	۳۰۰
۰,۴۰	۰,۸۰	۱,۲۰	۲,۴۰	۳,۰۰	۴,۸۰	۶,۰۰

#### **۳-۸** روشی برای تجزیه محلول‌ها

**۱-۳-۸** محتويات جاذب را توسط شستشو با آب عاری از یون به طور کمی به یک اrlen ۵۰۰ ml انتقال دهید. دو قطره محلول شناساگر ارغوانی متیل فیشر به آن اضافه کرده و با محلول سدیم هیدروکسید N ۰,۰۳ تا مشاهده رنگ سبز کم رنگ تیتر کنید (به یادآوری ۲ مراجعه کنید). ۱ ml دیگر محلول M<sub>۰,۰۳</sub> سدیم هیدروکسید به این محلول بیفزایید و به وسیله تبخیر روی صفحه داغ<sup>۲</sup> در یک محیط عاری از سولفات، حجم محلول را به ۲ ml تا ۳ ml کاهش دهید (هشدار- محتويات اrlen را نجوشانید). توجه کنید

1- Barium perchlorate trihydrate

2- Hot plate

محلول خشک نشود. محلول را تا دمای محیط خنک کرده و حجم آن را با استفاده از یک ظرف مدرج ۱۰ ml اندازه‌گیری کنید (به یادآوری ۲ مراجعه کنید). حجم آن را با افزودن آب عاری از یون به ۳ ml برسانید.

**یادآوری ۱** - حجم سدیم هیدروکسید مصرفی نباید بیش از ۲ ml باشد. مقدار بیشتر، نشانگر وجود گوگرد یا هالوژن بیش از حد است یا نشان‌دهنده نشت هوا در دستگاه می‌باشد.

**یادآوری ۲** - برای مقادیر گوگرد زیاد یا کاملاً نامعلوم گوگرد، جاذب تغليظ شده را به طور کمی به یک بالن حجمی ۵ ml انتقال دهید و حجم آن را به ۵ ml برسانید و سپس از نمونه‌ها استفاده کنید. در نتیجه هر نمونه تا حجم ۳ ml (مطابق با بند ۷-۴-۱) تهیه می‌شود. سپس مطابق با بند ۷-۴-۲ ادامه دهید.

**۲-۳-۸** جاذب را به یک بشر ۳۰ ml انتقال دهید. ظرف مدرج و بالن جوش ۵۰۰ ml را به ترتیب دوبار با ۶ ml ایزوپروپانول کاملاً شستشو دهید و محلول شستشو را به بشر اضافه کنید.

**۳-۳-۸** ۴۰ ml محلول سولفات استاندارد (معادل  $40 \mu\text{g}$  گوگرد) را با پیپت درون بشر بريزید. دو قطره محلول شناساگر مخلوط تورین - متيلن‌بلو به آن اضافه کنید. رنگ خاکستری - سبز حاصل را با افزودن قطره قطره هيدروكلوريك اسيد  $M/1$  به محلول، تنظيم کنید تا زمانی که به رنگ سبز روشن تغيير پيدا کند.

**۴-۳-۸** یک بورت ۲ ml حاوی باريوم پرکلرات استاندارد را به نحوی قرار دهید که نوک بورت زير سطح محلول درون بشر قرار گيرد. محلول را با استفاده از یک همزن مغناطيسي یا پرهای کوچک هم بزنيد. برای به دست آوردن نقطه پایاني دقيق می‌توانيد از پس‌زمينه سفید یا نور سفید مناسب استفاده کنید. واكنشگر باريوم را با سرعت ثابت  $10 \text{ ml}/(5 \pm 1)$  ثانیه اضافه کنید تا زمانی که نقطه پایاني با تغيير رنگ (هر چند ناچيز) از سبز به خاکستری مایل به آبي حاصل گردد (به یادآوری ۱ مراجعه کنید). با مشاهده بيشترین شدت تغيير رنگ، شير بورت را ببندید (به یادآوری ۲ مراجعه کنید).

**یادآوری ۱** - بهتر است رنگ پایاني را با محلول‌های نگهداري شده از تيتراسيون‌های استاندارد قبلی که ۱۵ دقيقه قبل از هر آزمون تيتر شده‌اند، مقایسه کنید. به منظور عدم تهشيني رسوب باريوم سولفات رنگی، محلول را به خوبی هم بزنيد. برای افرادي که حساسیت تشخيص رنگ قرمز - سبز ضعیفی دارند، استفاده از رنگ آبی ذکر شده در استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۲، نقطه پایاني را به طور قابل توجهی مشخص تر می‌کند.

**یادآوری ۲** - نقطه پایاني را می‌توانيد با افزودن مجدد  $40 \mu\text{g}$  سولفوريك اسيد استاندارد و تيتراسيون مجدد تا نقطه پایاني کنترل کنید.

**۵-۳-۸** با استفاده از منحنی کاري، کل گوگرد تيتر شده را با تقریب  $1 \mu\text{g}$  به دست آورید.  $40 \mu\text{g}$  اضافه شده را از آن کم کنید.

**۶-۳-۸** برای تعیین شاهد، مراحل ۷-۳ و ۷-۷ را تكرار کنید و مقداری هيدروکربن حاوی مقادیر جزيی یا غيرقابل تعیین گوگرد را بسوزانيد. سوزاندن را مشابه مدت زمان لازم برای نمونه در حالت عادي مایع، ادامه

دهید. مقدار شاهد به دست آمده را از کل گوگرد در بند ۵-۴-۷ کسر کنید. این مقدار خالص، گوگرد نمونه بر حسب میکروگرم است.

## ۹ کدورت‌سننجی

### ۱-۹ وسایل

۱-۱-۹ فتوومتر، به طور ترجیحی اسپکتروفوتومتری با عرض شکاف حدود ۵۰ nm و مجهز به یک فوتویوب حساس به نور آبی برای استفاده در طول موج ۴۵۰ nm یا فتوومتر صافی‌دار مجهز به یک صافی رنگی که دارای بیشترین انتقال در حدود طول موج ۴۵۰ nm است، موردنیاز می‌باشد.

۲-۱-۹ سل‌های جذب، دارای طول مسیر نوری ۵ cm. سل‌های استفاده شده ممکن است با یک لایه پوشیده شوند. برای حذف این لایه، سل‌ها را با استفاده از یک ماده پاک‌کننده و برس نرم بشویید و پس از تمیز کردن، با آب کاملاً آبکشی کنید.

یادآوری— روش مذکور بر مبنای این فرض است که تغییر جذب حدود ۰/۱۰ گوگرد در ۵۰ ml محلول اندازه‌گیری شده در یک سل ۵ cm رخ می‌دهد. فتوومترهایی که مجهز به سل‌هایی با مسیر نوری کوتاه‌تر می‌باشند، دقت اندازه‌گیری بیان شده در این روش را حاصل نمی‌کنند.

۳-۱-۹ قاشقک<sup>۱</sup>، قادر به پخش کردن g (۰/۳۰±۰/۰) باریم کلرید دو آبه مطابق با بند ۷-۵-۲ باشد.

### ۲-۹ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۲-۹ مخلوط الكل - گلیسیرین، دو حجم اتیل الكل ۹۹٪ حجمی را با یک حجم گلیسیرین مخلوط کنید.

۲-۲-۹ باریم کلرید دو آبه (BaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O)، بلورهایی که از غربال با مش ۲۰ (µm) عبور کنند و روی غربالی با مش ۳۰ (µm) ۶۰۰، مطابق با ویژگی‌های استاندارد ASTM E11، باقی بمانند.

یادآوری— اندازه بلورهای باریم کلرید دو آبه، متغیر مهمی است که بر افزایش کدورت اثر می‌گذاردند.

۳-۲-۹ هیدروکلریک اسید (1:۱۲)، ۷۷ ml هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl با چگالی نسبی ۱/۱۹) را درون بالن حجمی یک لیتری بریزید و تا خط نشانه با افزودن آب رقيق کنید.

### ۳-۹ کالیبراسیون

۱-۳-۹ در این روش آزمون تنها با مراقبت دقیق و توجه به جزئیات، نتایج قابل اطمینان حاصل می‌گردد. قبل از استفاده از ظروف شیشه‌ای جدید و پس از آن، در صورت لزوم، ظروف شیشه‌ای را با نیتریک اسید غلیظ تمیز کرده، سپس سه بار با آب جاری و سه بار دیگر با آب یون زدایی شده آبکشی نمایید. این ظروف شیشه‌ای را تنها برای استفاده در این روش آزمون نگهداری کنید.

**۲-۳-۹** درون بالنهای حجمی  $50\text{ ml}$  به وسیله بورت  $0,25\text{ ml}$ ,  $0,50\text{ ml}$ ,  $0,75\text{ ml}$ ,  $1,00\text{ ml}$ ,  $1,50\text{ ml}$ ,  $2,00\text{ ml}$ ,  $3,00\text{ ml}$  و  $5,00\text{ ml}$  محلول سولفات استاندارد ( $1\text{ ml}$  برابر با  $100\text{ }\mu\text{g}$  گوگرد) بریزید (به بند ۳-۵ مراجعه کنید).  $3,0\text{ ml}$  هیدروکلریک اسید (۱+۱۲) را به هر بالن اضافه کرده و تا خط نشانه با آب رقیق و کاملاً مخلوط کنید. استاندارد شاهد را نیز به همین طریق تهیه کنید، با این تفاوت که سولفات استاندارد را از آن حذف نمایید.

**۳-۳-۹** کل محتويات هر بالن را درون یک بشر  $100\text{ ml}$  بریزید. به وسیله پیپت،  $ml(10 \pm 1)$  مخلوط گلیسیرین را به آن بیفزایید و به مدت سه دقیقه بر روی همزن مغناطیسی مخلوط کنید. سرعتی را برای هم زدن انتخاب کنید که موجب اتلاف نمونه در اثر پاشش نشود. این سرعت را در طول تمام مراحل کار ثابت نگه دارید.

**۴-۳-۹** اجازه دهید محلول به مدت چهار دقیقه باقی بماند. سپس آن را به یک سل جذب انتقال داده و جذب اولیه آن را با استفاده از آب به عنوان مرجع، اندازه‌گیری کنید.

**۵-۳-۹** محلول را به بشر برگردانید و  $g(0,0 \pm 0,1)$  بلور باریم کلرید دوا به را توزین کرده و به محلول بیفزایید. دقیقاً به مدت سه دقیقه محلول را با همزن مغناطیسی هم بزنید. برای مدت زمان چهار دقیقه دیگر اجازه دهید باقی بماند و آن را به سل منتقل کنید، سپس جذب آن را نسبت به آب اندازه‌گیری کنید.

**۶-۳-۹** با انجام مراحل ذکر شده در بندهای ۷-۶-۷ و ۴-۶-۷ مقدار شاهد را از کسر نمودن جذب اولیه شاهد استاندارد از مقدار به دست آمده، پس از افزودن باریم کلراید دوا به به دست آورید. این مقدار نباید بیش از  $0,005$  باشد.

**۷-۳-۹** جذب خالص هر یک از استانداردها را با کسر نمودن جذب اولیه و جذب خوانده شده برای شاهد از جذب به دست آمده در بند ۷-۶-۵ به دست آورید. جذب خالص هر استاندارد را بر حسب  $\mu\text{g}$  گوگرد موجود در  $50\text{ ml}$  محلول مشخص کنید و یک منحنی صاف از میان نقاط رسم کنید.

**۸-۳-۹** به منظور تشخیص تغییر مکان‌های احتمالی نقاط، روزانه با انجام تعیین‌های جداگانه، منحنی کالیبراسیون را کنترل کنید.

#### **۴-۹** روشی برای تجزیه محلول‌های جاذب

**۱-۴-۹** محلول جاذب را در یک بشر  $250\text{ ml}$  بریزید و جاذب را به صورت کمی آبکشی کنید و محلول آبکشی را در بشر جمع‌آوری کنید.

**۲-۴-۹** حجم محلول‌های جاذب را به وسیله تبخیر بر روی صفحه داغ تا حدود  $25\text{ ml}$  کاهش دهید. محلول حاصل را به صورت کمی به یک بالن  $50\text{ ml}$  منتقل کنید و بشر را چندین بار با آب شستشو دهید.  $3\text{ ml}$  هیدروکلریک اسید (۱+۱۲) را به بالن بیفزایید، تا خط نشانه آب اضافه کرده و به طور کامل مخلوط کنید.

**۳-۴-۹** همه محتویات بالن حجمی ml ۵۰ حاوی محلول مورد آزمون را در یک بشر ۱۰۰ ml بریزید. مراحل مذکور در بندهای ۷-۶-۳، ۷-۶-۴ و ۷-۶-۵ را انجام دهید.

یادآوری - اگر مقدار قرائت شده برای شاهد بیش از ۰/۰۲۰ باشد، دقت حاصل مورد تردید قرار می‌گیرد. در این صورت، واکنشگرها را به تنها بی مورد آزمون قرار دهید تا مشخص گردد مشکل، مربوط به اتمسفر یا واکنشگر است. ۳۰ ml هیدروژن پراکسید (۱٪) را درون بالن حجمی ml ۵۰ بریزید، با افزودن هیدروکلریک اسید (۱+۲۱۵) آن را تا خط نشانه رقیق کرده و طبق روش ذکر شده در بند ۷-۶-۶ عمل کنید. اگر مقدار قرائت شده برای شاهد از ۰/۰۱۰ بیشتر باشد، نتایج قابل اطمینان نیستند.

**۴-۴-۹** جذب خالص محلول مورد آزمون را با کسر نمودن جذب اولیه و جذب خالص برای شاهد احتراق اکسی هیدروژن یا احتراق لامپ (با توجه به وسیله مورد استفاده برای سوزاندن) از مقدار به دست آمده پس از افزودن باریم کلرید دو آبه، تعیین کنید.

**۵-۴-۹** با استفاده از منحنی کالیبراسیون، جذب خالص را به میکروگرم گوگرد تبدیل کنید.

## ۱۰ محاسبات

**۱-۱۰** مقدار گوگرد نمونه را با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$\text{مقدار گوگرد} (\mu\text{g/g}) = \frac{A}{W} \quad (1)$$

که در آن:

A میکروگرم گوگرد به دست آمده از بند ۷-۶-۴ یا ۷-۷-۵؛

B مقدار نمونه سوزانده شده، بر حسب گرم.

**۱-۱-۱۰** نتیجه آزمون را با تقریب یک میکروگرم بر گرم گوگرد گرد کنید.

**۲-۱۰** غلظت را بر حسب گرین<sup>۱</sup> کل گوگرد در  $100 \text{ ft}^3$  گاز با استفاده از معادلات ۲ محاسبه کنید:

$$R = 0,083 S \quad (2)$$

$$R = 0,111 S \quad (\text{بوتان})$$

$$S = [0,366 (G - 0,5077) + 0,083] \quad (\text{مخلوطهای پروپان و بوتان})$$

که در آن:

R گرین کل گوگرد در  $100 \text{ ft}^3$  گاز در  $15^\circ\text{C}$  و  $10,132 \text{ MPa}$ ؛

S مقدار گوگرد بر حسب میکروگرم بر گرم؛

G چگالی نسبی مخلوط در  $15^\circ\text{C}/15^\circ\text{C}$  درجه سلسیوس.

یادآوری ۱ - ثابت‌های به کار رفته در معادلات ۲، بر مبنای خواص پروپان و بوتان که در زیر ذکر شده به دست آمده است:

۱- هر گرین معادل  $10^{-5} \times 6,479891$  کیلوگرم یا  $0,06479891$  گرم می‌باشد.

(گاز = $0.5276 \text{ m}^3/\text{kg}$  ( $8/4515 \text{ ft}^3/\text{lb}$ ) برای گاز واقعی در دمای  $15.6^\circ\text{C}$  و فشار  $14,696 \text{ psig}$ ) حجم مخصوص پروپان

(گاز = $0.3940 \text{ m}^3/\text{kg}$  ( $6/3120 \text{ ft}^3/\text{lb}$ ) برای گاز واقعی در دمای  $15.6^\circ\text{C}$  و فشار  $14,696 \text{ psig}$ ) حجم مخصوص بوتان

**یادآوری ۲** - در صورت معلوم نبودن چگالی نسبی مخلوط، آن را طبق روش ذکر شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۲۶۶ تعیین کنید.

**یادآوری ۳** - برای تبدیل گرین بر فوت مکعب به گرم بر مترمکعب آن را در  $2/2883$  ضرب کنید. برای تبدیل گرین بر مترمکعب به گرم بر فوت مکعب آن را در  $35/31$  ضرب کنید.

## ۱۱ کنترل کیفیت

عملکرد وسایل یا روش یا هر دو مورد را هر روز با تجزیه کردن نمونه‌های QC که نماینده نمونه‌های مورد تجزیه می‌باشد، تایید کنید. تجزیه و تحلیل نتایج از نمونه‌های QC را می‌توان با استفاده از منحنی‌های کنترل یا تکنیک‌های آماری معادل جهت معین نمودن وضعیت کنترل کل فرایندهای آزمون انجام داد. هرگونه داده خارج از کنترل، برای علت ریشه‌یابی باید بررسی گردد.

## ۱۲ دقت و اریبی<sup>۱</sup>

۱-۱۲ دقت این روش آزمون تعیین نشده است.

۲-۱۲ اریبی این روش آزمون قابل تعیین نمی‌باشد، زیرا ماده مرجع مناسبی که حاوی مقدار مشخصی گوگرد در گازهای نفتی مایع شده باشد، در دسترس نیست.