



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۷۶۰

چاپ اول

مهر ۱۳۹۲

INSO

16760

1st.Edition

Oct.2013

اندازه‌گیری مستمر ازن محلول
در آب‌های با هدایت الکتریکی پایین

**Continuous measurement of dissolved
ozone in low conductivity water**

ICS:17.120.01

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 پیشنهادات 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) و 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) و 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 مستمر ازن محلول در آب‌های با هدایت الکتریکی پایین »

رئیس:

اخپاری، شهاب
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

دبیر:

عبداللهی، لیلی
(کارشناسی مهندسی کشاورزی)

اعضاء:

اصلانی، سعید
(کارشناسی مهندسی شیمی)

اولادغفاری، عارف
(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع غذایی)

رنجبر، فرامرز
(دکترای مهندسی مکانیک)

سلحشور، آرش
(کارشناس بهداشت حرفه‌ای)

شعار غفاری، سایه
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

شکری، تیمور
(کارشناسی ارشد بیوشیمی)

صابونی، رضا
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

کاظمیان، نعیمه
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

سمت و/یا نمایندگی

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

شرکت اسلوب آفرینان آریا آذربایجان

پارک علم و فناوری استان آذربایجان شرقی

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

دانشگاه تبریز

کارشناس

شرکت سپهر شیمی

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

شرکت آب و فاضلاب شهری استان
آذربایجان شرقی

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
و	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۶ وسایل
۶	۷ مزاحمت‌ها
۷	۸ نمونه‌برداری
۷	۹ کالیبراسیون
۹	۱۰ روش انجام آزمون
۱۰	۱۱ کنترل کیفیت
۱۱	پیوست الف (اطلاعاتی) عملکرد حسگر ازن پلاروگرافیک
۱۲	پیوست ب (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری مستمر ازن محلول در آب‌های با هدایت الکتریکی پایین " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های فنی مربوط توسط شرکت اسلوب آفرینان آریا آذربایجان تهیه و تدوین شده است و در دویست و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه‌شناسی، اوزان و مقیاس‌ها مورخ ۹۱/۱۱/۲۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های 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 مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 7677: 2011, Continuous measurement of dissolved ozone in low conductivity water

مقدمه

اکسیژن محلول، در اغلب صنایع برای به‌سازی آب^۱، کاهش کل کربن آلی^۲، محافظت از غذا، تمیز کردن سیستم غذا و آشامیدنی در محل و تخریب پیروژن^۳ مفید است. اغلب دانستن مقدار ازن وارد شده در آب، مقدار باقی‌مانده و درجه حذف آن قبل از استفاده در فرایند ضروری است. در برخی از موارد کاربردی لازم است که زمان تماس و غلظت ازن محلول (DO_3)^۴ تجمع یافته در طول زمان برای اطمینان از عمل گندزدایی محاسبه شود. مشاهده مستمر روند کار در این اندازه‌گیری‌ها برای پایش مستمر کیفیت ضروری است و اندازه‌گیری می‌تواند برای کنترل ازن در مسیر بسته به کار رود. در اغلب کاربردهای آب خالص و مخصوصا جاهایی که کیفیت آب توسط سازمان‌های ذی‌ربط تعریف شده است، ازن باید قبل از استفاده، به طور کامل از آب حذف شود. این روش آزمون برای تشخیص و اندازه‌گیری میزان ازن حل شده در آب، در مقادیر جزئی، نیز در غلظت‌های مختلف فرآوری^۵ و در جاهایی که گندزدایی کردن و واکنش شیمیایی رخ می‌دهد، قابل استفاده است. این روش آزمون، راهکار مناسب‌تری برای اندازه‌گیری مستمر نمونه‌های برداشته شده نسبت به روش رنگ‌سنجی نوعی می‌باشد. مزیت این روش آزمون، داشتن حساسیت بالا، پایداری در محیط فرایند و وجود تداخل‌های کم است.

-
- 1 - Water sanitization
 - 2 - Total Organic Carbon (TOC)
 - 3 - Pyrogen
 - 4 - Dissolved Ozone
 - 5 - Process

اندازه‌گیری مستمر ازن محلول در آب‌های با هدایت الکتریکی پایین

هشدار – در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط 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 روش اندازه‌گیری لحظه‌ای^۱ و بر خط^۲ ازن (DO_3) محلول در آب با هدایت الکتریکی کم، در محدوده 0.001 mg/L تا 5.0 mg/L DO_3 و هدایت الکتریکی <100 $\mu S/cm$ می‌باشد.
- ۱-۲ این استاندارد برای آب‌های خالص مورد مصرف در صنایع دارویی و میکروالکترونیک می‌باشد.

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 ۲۳۴۷: سال ۱۳۶۱، روش نمونه‌برداری آب
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب-مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه – ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-3 ASTM D1129: 2010, Terminology Relating to Water

2-4 ASTM D2777: 2012, Practice for Determination of Precision and Bias of Applicable Test Methods of Committee D19 on Water

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف به‌کار رفته در استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۴۷، اصطلاح و تعریف زیر نیز به‌کار می‌رود.

1 - On-line

2 - In-line

۱-۳

ازن محلول (DO_3)

ازن، حالت سه اتمی اکسیژن است و وقتی در آب حل می‌شود به‌طور یکنواخت پخش شده و به شکل مولکولی باقی می‌ماند.

۴ اصول آزمون

۱-۴ اندازه‌گیری ازن محلول، بر روی نمونه آب جاری حاوی گاز ازن محلول انجام می‌شود.
۲-۴ محفظه حسگر جریان^۱ به خط لوله عبور نمونه آب وصل می‌شود یا پروب^۲ حسگر به داخل لوله یا ظرف آب جاری وارد می‌شود.

۳-۴ گاز ازن به غشاء حسگر نفوذ می‌کند و در کاتد، حسگر تحت یک پتانسیل کنترل شده تقریبی $+350\text{ mV}$ به اکسیژن و یون هیدروکسید احیا می‌شود که باعث ایجاد یک جریان الکتریکی متناسب با فشار جزئی ازن در نمونه اطراف غشاء می‌شود.

۴-۴ جریان الکتریکی، با منحنی کالیبراسیون در دستگاه اندازه‌گیری و با در نظر گرفتن اثرات دما بر روی سرعت نفوذ غشاء و نیز حلالیت ازن در آب، مرتبط می‌شود. این ارتباط، تبدیل فشار جزئی ازن به غلظت را امکان‌پذیر می‌سازد.

۵-۴ خوانش دستگاه بر حسب واحدهای mg/L یا $\mu g/L$ است.

یادآوری- در این استاندارد، واحدهای mg/L با ppm و $\mu g/L$ با ppb هم ارز در نظر گرفته می‌شوند.

۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۵ خلوص آب

آب مورد استفاده در این استاندارد باید مطابق با آب درجه ۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ باشد.

۲-۵ الکترولیت حسگر

یک حمام الکترولیت آند و کاتد که توسط سازنده تعریف شده است تا واکنش الکتروشیمیایی احیاء ازن را امکان‌پذیر سازد.

۳-۵ کالیبراسیون و اندازه‌گیری با استفاده از یک روش رنگ‌سنجی

مواد یا واکنشگرها باید با استفاده از یک روش رنگ‌سنجی، اندازه‌گیری یا کالیبره شوند. این روش با استفاده از طیف‌سنجی^۳ یا رنگ‌سنجی و واکنشگر ایندیگو تری‌سولفونات^۱ یا N,N -دی‌اتیل‌پارافنیل‌دی‌آمین^۲ (DPD) انجام می‌گیرد. رنگ ایندیگو با ازن از بین می‌رود و DPD در حضور ازن به رنگ صورتی در می‌آید.

1 - Sensor flow housing

2 - Probe

3 - Spectrophotometer

۵-۳-۱ نمونه تهی^۲

یک نمونه آب تهی که معرف آب نمونه برداری شده و فاقد DO_3 است انتخاب کنید. یک نمونه تهی مناسب را می توان با استفاده از آب ورودی به سیستم^۴ قبل از ازن زنی^۵، گاززدایی یک نمونه آب، تخریب DO_3 نمونه آب به وسیله اشعه ماوراء بنفش^۶ یا دادن زمان کافی به نمونه آب برای از بین رفتن ازن آماده نمود.

۵-۳-۲ واکنشگر ایندیگو تری سولفونات

کیت های با بسته بندی تجاری، با استفاده از آمپول های دارای خلاء که حاوی واکنشگرها برای آنالیز یک نمونه هستند، در دسترس می باشند. آمپول شامل ظرف حجمی و مقدار متناسبی از واکنشگر و بافر است. در هنگام مصرف، نوک آمپول شیشه ای در ظرف نمونه و در زیر آب شکسته می شود. تحت تاثیر خلاء، مقدار کنترل شده ای از نمونه به داخل آمپول، جایی که ایندیگو و ازن واکنش می دهند، وارد می شود و ایجاد رنگی می کند که با غلظت ازن نسبت عکس دارد. این آمپول ها را طبق راهنمای سازنده نگهداری کنید، چون به نور، زمان و دما حساس می باشند.

۵-۳-۳ واکنشگر N,N-دی اتیل پارافیلین دی آمین (DPD)

این واکنشگر به همراه سایر سیستم های طیف سنجی و رنگ سنجی استفاده می شود و با فرمولاسیون ویژه سازنده به کار گرفته می شود.

هشدار ۱- گاز ازن در غلظت های زیاد، برای سلامتی بسیار زیان بار است. جاهایی که ازن محلول اندازه گیری می شود، معمولاً در مجاورت دستگاه تولید ازن و تانک های ذخیره است که به طور بالقوه امکان نشت گاز ازن در محیط وجود دارد. معمولاً ازن در محدوده ۰/۰۲ ppm تا ۰/۰۵ ppm وزنی با بوی خاص خود در هوا قابل تشخیص است، گرچه در صورت مواجهه طولانی مدت، امکان بروز عدم حساسیت وجود دارد. حدود مجاز مواجهه شغلی، که از طرف مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی که در سال ۱۳۹۰ تصویب شده است، برای کارهای سبک حداکثر ۰/۰۸ ppm و برای کار سنگین حداکثر ۰/۰۵ ppm در ۸ h گزارش شده است. حداقل یک دستگاه اعلام خطر گاز ازن در محیط، باید برای سلامتی کارکنان در محل نصب شود.

هشدار ۲- در روش های نگهداری حسگر که توسط سازنده پیشنهاد می شود، ممکن است از مواد خطرناک استفاده شود. به راهکارهای پیشگیری ارائه شده توسط تامین کننده مواد و حسگر باید توجه شود.

-
- 1 - Indigo trisulfonate
 - 2 - N,N-diethyl-p-phenylenediamine
 - 3 - Blank
 - 4 - Feed
 - 5 - Ozonization
 - 6 - Ultraviolet (UV)

۶ وسایل

۱-۶ دستگاه‌های اندازه‌گیری ازن محلول

مجموعه‌ای شامل اتصال نمونه‌برداری به مسیر فرایند، یک حسگر با محفظه جریان، اتصالات کابلی حسگر و قطعات الکترونیکی و قطعات الکترونیکی آنالایزر.

۱-۱-۶ نمونه‌برداری

نمونه می‌تواند به وسیله یک محفظه حسگر جریان یا یک ظرف نمونه^۱ منتقل شود و یا از طریق وارد کردن مستقیم به داخل ظرف یا لوله نمونه، در دسترس قرار گیرد. جریان داخل محفظه، باید در طول مدت اندازه‌گیری مستمر باشد و معمولاً به وسیله یک شیر کنترل جریان که پس از محفظه جریان قرار دارد، کنترل می‌شود. در مواردی که خروج گاز انجام نمی‌گیرد، استفاده از یک مجموعه آب بند^۲ نیز قابل قبول است. در طرح آب‌بند، نیاز به قرار گرفتن شیر کنترل جریان پیش از محفظه جریان است. پروب‌های ورود مستقیم را می‌توان به وسیله اتصال T شکل استاندارد یا از طریق شیر استخراج نصب نمود. مجموعه شیر^۳ اجازه می‌دهد استخراج پروب بدون وقفه در مسیر فرایند انجام گیرد.

۲-۱-۶ حسگر

حسگر شامل بدنه، غشاء، کاند، آند، الکتروود حلقه محافظ^۴ (اختیاری)، حسگر دما و اتصال کابلی به قطعات الکترونیکی است.

۱-۲-۱-۶ بدنه

بدنه حسگر باید از مواد متناسب با فرایند ساخته شده باشد. مواد معمول در ساختار آن شامل پلی‌اتراکتون^۵، استیل زنگ نزن نوع ۳۱۶L و تیتانیوم است.

۲-۲-۱-۶ غشاء

غشاءها از یک ماده تراوا نسبت به گاز تشکیل شده‌اند که مقاوم در برابر شرایط فرایندی هستند و در بعضی موارد با یک مش داخلی ریز تقویت^۶ می‌شوند. مواد غشائی معمول عبارتند از پرفلوروآلکوکسی^۷، پلی‌تترافلورواتیلن^۸ تترافلورواتیلن^۸ و لاستیک سیلیکونی^۹.

1 - Cell

2 - Weir set up

3 - Valve set up

4 - Guard ring electrode

5 - Polyether ether ketone (PEEK)

6 - Reinforced

7 - PerFluoro Alkoxy (PFA)

8 - PolyTetraFluoroEthylene (PTFE)

9 - Silicone rubber

۶-۱-۲-۳ کاتد

کاتد، مرکز واکنش برای آنالیز ازن است و در معرض مستمر گاز ازن محلول و رادیکال‌های هیدروکسیل است. کاتد از فلزاتی نظیر طلا یا پلاتین با خلوص بالا که در برابر تجزیه ازن مقاومت می‌کند ساخته می‌شود.

۶-۱-۲-۴ آند

در این روش، آند نقش قربانی^۱ را دارد و نیاز به فلزی دارد که محصولات اکسیداسیون آن تداخلی با آنالیز نداشته نداشته باشند، نظیر نقره که در خارج از محلول در حضور هالیدها در الکترولیت رسوب می‌کند.

۶-۱-۲-۵ الکتروود حلقه محافظ

الکتروود حلقه محافظ اختیاری که کاتد را احاطه می‌کند، همانند کاتد، در همان پتانسیل شارژ می‌شود و مانع از مهاجرت برگشتی یون‌های نقره بر روی کاتد می‌گردد. با عبور نقره بر روی کاتد، امکان متورق شدن افزایش می‌یابد که به نوبه خود باعث افزایش تناوب دوره نگهداری که به عنوان مزاحمت زمینه مطرح است، می‌گردد. الکتروود حلقه محافظ می‌تواند پایداری و زمان پاسخ را بهبود بخشد اما به عنوان یک تابع اندازه‌گیری مستقیم عمل نمی‌کند. به عنوان نمونه، به دلیل مقاومت در برابر تجزیه ازن، پلاتین مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۶-۱-۲-۶ حسگر دمایی

تغییر در دمای آب، سرعت نفوذ از میان غشاء را تحت تاثیر قرار می‌دهد و مستلزم ایجاد تعادل در دماست. دما همچنین در تغییر حلالیت ازن در اثر دما در تبدیل سیگنال فشار جزئی به غلظت، به عنوان تعدیل‌کننده به کار می‌رود. برای تعدیل سیستم، یک حسگر دمایی دقیق که معمولاً در نوک حسگر تعبیه می‌شود لازم است.

۶-۱-۳ کابل

کابل حسگر باید در برابر شرایط محیطی مقاوم باشد و عایق کاری و محافظت قوی و مستمر در برابر مقاومت ظاهری فراهم نماید تا سیگنال‌های پایین در حد نانوآمپر را منتقل کند. توصیه می‌شود نصب لوله سیم‌پوش با سیگنال dc، توسط محافظ مناسب، از مزاحمت‌های الکتریکی انجام شود. به الزامات سازنده مراجعه کنید.

۶-۱-۴ قطعات الکترونیکی آنالایزر

مدار اندازه‌گیری، ولتاژ پلاریزاسیون کنترل شده‌ای بین آند و کاتد (و الکتروود حلقه محافظ اختیاری) اعمال می‌کند تا موجب واکنش احیاء ازن شود. سیگنال‌های مربوط به ازن و دمای حسگر، با داده‌های کالیبراسیون ذخیره‌شده ترکیب می‌شوند تا غلظت را برحسب واحدهای mg/L یا $\mu\text{g/L}$ از DO_3 محاسبه و نشان دهند. داده‌ها در حافظه داخلی غیرفرار جمع شده یا به وسیله سیگنال‌های آنالوگ و دیجیتال به چاپگر یا سیستم‌های کنترل منتقل می‌شوند.

۶-۲ ظروف

1 - Sacrificial

ظروف مورد استفاده برای نمونه‌ها و نمونه‌های تهی باید تمیز و عاری از آلودگی باشند. بشر یا بالن با دهانه گشاد جهت دسترسی به نمونه آب مناسب است. برای آماده‌سازی ظروف مناسب به استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۴۷ مراجعه کنید. بعد از تمیز شدن ظروف و قبل از استفاده از آن باید کاملاً آبکشی شود.

۳-۶ طیف‌سنجی یا رنگ‌سنجی

از یک آشکارساز در طول موج مناسب باید برای آشکارسازی تغییر رنگ واکنشگر مربوط به غلظت ازن استفاده کنید. آمپول یا نگهدارنده نمونه باید با دستگاه و محدوده منتخب آن متناسب باشد.

۴-۶ کالیبراسیون و تصدیق^۱ با استفاده از هوا به عنوان یک مرجع

از دماسنج و فشارسنج دارای گواهی برای انجام کالیبراسیون هوا به عنوان مرجع استفاده می‌شود.

۷ مزاحمت‌ها^۲

۱-۷ این تکنولوژی فقط با جریان نمونه، قابل اجرا خواهد بود. جریان متلاطم^۳ که از غشاء عبور می‌کند، برای پرکردن دوباره و مستمر ازن، که از میان غشاء نفوذ می‌کند و در پروب مصرف می‌شود، ضروری است. پرکردن دوباره مایع تازه در سطح غشاء، نمایانگر نمونه‌برداری مطمئن است. حداقل سرعت لازم، به مواد و ضخامت غشاء و مشخصات سازنده بستگی دارد. یک محفظه جریان طراحی شده برای حسگر، بهترین کنترل سرعت جریان را مهیا می‌کند. از مشخصات سرعت جریان ارائه شده توسط سازنده برای محفظه جریان و غشای به کار رفته تبعیت کنید.

۲-۷ مزاحمت‌ها محدود به گازهایی هستند که می‌توانند از میان غشاء عبور کنند و در کاند یا آند واکنش دهند. گرچه اغلب گازها می‌توانند از میان غشاء عبور کنند ولی فقط گاز کلر در پتانسیل به کار رفته، واکنش می‌دهد. با این حال، کلر در آب با خلوص بالا به شکل یونی است که نمی‌تواند از میان غشاء عبور کند و بنابراین، معمولاً به عنوان یک مزاحم مطرح نیست. استثناء در شرایط اسیدی ($\text{pH} < 6$) است که آب کلردار می‌تواند گاز کلر محلول تولید کند و برای دوری از مزاحمت، باید مقدار آن به حداقل برسد.

۳-۷ حسگرهای پلاروگرافیک^۴ ازن قبل از اینکه بتوانند به طور قابل اعتمادی اندازه‌گیری کنند و کالیبره باشند، باید در حضور ازن پلاریزه شوند. حسگر باید به دستگاه اندازه‌گیری در حال کار^۵ متصل باشد تا ولتاژ پلاریزاسیون را در حالی که حسگر در یک نمونه ازن دار است، در میان الکترودها اعمال کند. مدت زمان و غلظت ازن مورد نیاز که موجب پلاریزاسیون کامل گردد طبق مشخصات ارائه شده توسط سازنده است.

۴-۷ محدوده دمای نمونه به طراحی سازنده و مشخصات بستگی دارد، اما معمولاً بین 0°C و 50°C محدود است. دماهای زیر نقطه انجماد آب می‌تواند منجر به اختلال الکترولیت و عدم توانایی عملکرد حسگر شود. ازن

1 - Verification
2 - Interferences
3 - Turbulance
4 - Polarographic
5 - Powered

به ندرت در آب داغ مورد استفاده قرار می‌گیرد، زیرا سرعت واپاشی^۱ به اکسیژن سریع‌تر از آن است که عمل اندازه‌گیری به طور موثر انجام گیرد.

۵-۷ فشار نمونه باید مطابق با مشخصات ارائه شده توسط سازنده باشد. در بعضی موارد، تغییر فشار فرایند می‌تواند باعث ناپایداری باشد.

۶-۷ زمان واکنش، بسته به طراحی و مواد غشاء و حسگر، می‌تواند از چند ثانیه تا چند دقیقه تغییر کند. باید زمان لازم برای واکنش کامل، مخصوصاً به هنگام کالیبراسیون، رعایت شود.

۷-۷ در صورت عدم حضور مزاحمت واقعی در اندازه‌گیری، واپاشی سریع ازن به اکسیژن، نمونه‌برداری و کالیبراسیون به‌طور خاصی به زمان وابسته می‌شود. سرعت واپاشی در دماهای بالاتر به مقدار زیاد و در pH های بالاتر تا حدودی افزایش می‌یابد. نیمه عمر ازن در آب خنثی تقریباً ۲۰ min در ۲۵ °C است.

۱-۷-۷ خطوط انتقال نمونه باید کوتاه باشند و نیز باید در سرعت‌های جریان بالا، نمونه را که کاهش قابل ملاحظه‌ای در غلظت ازن نداشته است، به حسگر برسانند.

۲-۷-۷ در مواردی که نمونه‌ها برای تعیین مقادیر غلظت در کالیبراسیون برداشته می‌شوند، باید به سرعت مورد استفاده قرار گیرند تا واپاشی ازن را به حداقل برسانند.

۸ نمونه‌برداری

۱-۸ حسگر را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۴۷ و راهنمای سازنده دستگاه، به منبع نمونه وصل کنید. در صورت بروز هرگونه ناسازگاری در این راهنماها، ارجحیت با الزامات سازنده است و ممکن است مربوط به نوع خاصی از حسگر باشد.

۲-۸ هنگام حضور گازهای محلول، احتیاط‌های لازم در نمونه‌برداری را به عمل آورید تا محل اتصال یا جاسازی^۲ معرف نمونه‌برداری از کل مجموعه باشد. DO_3 یا اکسیژن محلول حاصل از تخریب آن در یک سیستم گردشی، به آسانی می‌تواند به‌صورت گاز خارج شود و حباب‌هایی در آب تشکیل دهد که ثبات اندازه‌گیری را تحت تاثیر قرار دهد. اغلب، این حباب‌ها موقتاً در آب به صورت فشرده هستند. محل‌هایی را برای نمونه‌برداری انتخاب کنید که نشستی گاز در اطراف آن نباشد نظیر نقاط بلافاصله بعد از شیرها، بلافاصله بعد از خم لوله $>90^\circ$ قبل از پمپ‌ها، بالای لوله‌های افقی، لوله‌های عمودی، بلافاصله بعد از افزایش در قطر لوله، بعد از کاهش فشار یا هر نقطه ایجاد تلاطم.

۹ کالیبراسیون

۱-۹ کالیبراسیون صفر

1 - Decay

2 - Insertion

حسگر را از خط جدا کرده و در حالی که هنوز مقادیر DO_3 را می‌خواند در جایی که هوای آن عاری از گاز ازن آزاد است، قرار دهید. غشاء حسگر را خشک کنید تا تمامی آب نمونه که احتمال وجود DO_3 در آن وجود دارد، حذف شود. اجازه دهید تا حسگر با دمای هوا تا $2 \pm ^\circ C$ به تعادل برسد. اگر اختلاف دمای زیادی بین هوا و فرایند وجود دارد، مثلاً $5 > ^\circ C$ ، ممکن است تا یک ساعت طول بکشد. طبق راهنمای سازنده کالیبراسیون صفر را انجام دهید. تعادل صفر در اغلب دستگاه‌های تجاری 0.05 mg/L در نظر گرفته می‌شود. بعضی از حسگرهای پلاروگرافیک صفر ذاتی دارند و نیازی به کالیبراسیون صفر نیست. به الزامات سازنده حسگر مراجعه کنید.

۹-۲ دو روش برای کالیبراسیون محدود^۱ حسگرهای ازن پلاروگرافیک وجود دارد: کالیبراسیون بر خط با استفاده از یک مرجع رنگ‌سنجی و کالیبراسیون هوا.

۹-۲-۱ کالیبراسیون رنگ‌سنجی محدود

هر کدام از سیستم‌های واکنشگر اشاره شده در بند ۵-۳ را می‌توان به عنوان مرجع برای کالیبراسیون محدود به کار برد. انجمن بین‌المللی ازن^۲ روش ایندیگو را تصویب کرده است^۳. با حسگر بر خط و خوانش مقادیر پایدار DO_3 ، با نمونه‌برداری از آب که نماینده کل آب است، اندازه‌گیری توسط حسگر انجام می‌گیرد. این کار می‌تواند در نزدیکی محلی که حسگر وارد شده است یا خروجی زیرآب محفظه جریان حسگر انجام گیرد. در چنین مواردی، نمونه باید به آرامی و بدون پاشش یا تلاطم که می‌تواند موجب گاززدایی نمونه شود، جریان پیدا کند. با استفاده از سه حجم معین^۴ یا آمپول، از آب نمونه‌برداری کنید و به‌طور همزمان با دستگاه بر خط، خوانش‌ها را یادداشت کنید. هر سه نمونه برداشته شده را اندازه‌گیری کنید. اگر یکی از اعداد به دست آمده بیش از 0.15 mg/L یا 0.2 mg/L برای خوانش‌های تا دو رقم اعشار) از میانگین دو عدد دیگر تفاوت داشته باشد باید حذف شود. اگر دو تا از اعداد به دست آمده، قابل قبول نباشند دوباره سه خوانش را تکرار کنید. میانگین را محاسبه کنید و مقدار آن را مطابق با راهنمای سازنده به عنوان کالیبراسیون محدود دستگاه بر خط وارد کنید.

۹-۲-۲ کالیبراسیون محدود با هوا (مناسب برای دستگاه‌های تجهیز شده متناسب)

به دلیل مشابهت اکسیژن و ازن در سرعت نفوذشان از میان غشاء حسگر، می‌توان سرعت نفوذ مقدار اکسیژن معلوم را برابر با مقدار کالیبراسیون ازن در نظر گرفت. کالیبراسیون با هوای تک نقطه‌ای می‌تواند وسیله‌ای برای کالیبراسیون محدود در یک دستگاه با این قابلیت باشد. حسگر را از خط جدا کنید و در جایی که عاری از گاز ازن است قرار دهید. مطمئن شوید که سطح بیرونی غشاء حسگر، خشک و عاری از نمونه آب، که ممکن است دارای DO_3 باشد، است. اجازه دهید تا حسگر با دمای هوا تا $2 \pm ^\circ C$ به تعادل برسد. اگر اختلاف دمای بزرگی

1 - Span calibration

2 - International Ozone Association (IOA)

3 - International Ozone Association Revised guideline document, "Colorimetric Method for Manual Determination of Ozone Concentration in Water," Ozone Science & Engineering, 1998. Vol. 20.6, p 443.

4 - Aliquot

بین هوا و فرایند وجود دارد، مثلاً 5°C ، ممکن است تا یک ساعت طول بکشد. طبق راهنمای سازنده کالیبراسیون صفر را انجام دهید. حالت کالیبراسیون با هوا را در قسمت الکترونیکی آنالایزر که موقتاً پتانسیل پلاریزاسیون به کار رفته برای کاتد و پاسخ به فشار جزئی اکسیژن (O_2) را تغییر می‌دهد، وارد کنید. فشار جزئی O_2 هوا از فشار بارومتریک و دمای هوا اندازه‌گیری می‌شود. به مدت 10 min به حسگر اجازه دهید تا پایدار شود و سپس اساس کالیبراسیون مطابق دستورالعمل سازنده را انجام دهید. دستگاه را به حالت اندازه‌گیری ازن برگردانید و بگذارید تا حسگر در مدت زمان طولانی دوباره پلاریزه و بر روی اندازه‌گیری ازن طبق توصیه‌های سازنده، پایدار شود.

۳-۹ اندازه‌گیری کالیبراسیون

معمولاً اندازه‌گیری محدود و صفر مورد نیاز است.

۱-۳-۹ اندازه‌گیری رنگ‌سنجی محدود

با حسگر بر خط و خوانش مقادیر پایدار DO_3 ، با نمونه‌برداری از آب که نماینده کل آب است، اندازه‌گیری توسط حسگر انجام می‌گیرد. این کار می‌تواند از یک نرگی^۱ در نزدیکی حسگر وارد شده یا در خروجی زیرآب محفظه، جریان انجام شود. مقدار DO_3 برای اندازه‌گیری محدود باید $\geq 70\%$ مقدار DO_3 حد کنترل فرایند هدف باشد. مقادیر DO_3 سیستم برای اندازه‌گیری می‌تواند بیشتر از حد کنترل هدف باشد. غلظت ازن آب را همانند بند ۹-۱ نمونه‌برداری و اندازه‌گیری کنید. میانگین سه مقدار خوانده شده از دستگاه را مقایسه کنید. اگر اعداد به دست آمده کمتر از 0.15 mg/L در صورتی که نمایشگر طیف‌سنج یا دستگاه ازن تا دو رقم اعشار را نشان دهد) اختلاف داشته باشند، کالیبراسیون محدود الزامی خواهد بود.

۲-۳-۹ اندازه‌گیری محدود با هوا (برای دستگاه‌های تجهیز شده متناسب)

حسگر را از خط جدا کرده و در حالی که هنوز مقادیر DO_3 را می‌خواند در جایی که هوای آن عاری از گاز ازن آزاد است قرار دهید. غشاء حسگر را خشک کنید تا تمامی آب نمونه که احتمال وجود DO_3 در آن وجود دارد، حذف شود. اجازه دهید تا حسگر با دمای هوا تا $2^{\circ}\text{C} \pm$ به تعادل برسد. اگر اختلاف دمای بزرگی بین هوا و فرایند وجود دارد، مثلاً 5°C ، ممکن است تا یک ساعت طول بکشد. برای کنترل مقدار کالیبراسیون هوا، وارد حالت کالیبراسیون هوا شوید (که ولتاژ پلاریزاسیون کاتد تغییر می‌دهد تا به O_2 پاسخ دهد). حداقل به مدت 10 min اجازه دهید تا متعادل شود و درصد مقدار کالیبراسیون نهایی را ثبت کنید. اگر درصد مقدار کالیبراسیون نهایی در دسترس نباشد، درصد مقدار ایده‌آل یا مقدارهای خالص را ثبت کنید. درصد ایده‌آل یا مقدار هوای خالص هنگام کالیبره شدن را مقایسه کنید. اگر دو مقدار در مجموعه حدود کیفی قابل قبول باشند (به‌طور نمونه $5\% \pm$ تا 15%) حدود حسگر اندازه‌گیری شده است. دستگاه را به حالت اندازه‌گیری ازن بازگردانید و قبل از استفاده در اندازه‌گیری‌های ازن بگذارید در مدت زمان طولانی پلاریزه مجدد سازنده باشد.

۳-۳-۹ اندازه‌گیری صفر با هوا

حسگر را از خط جدا کرده و در حالی که هنوز مقادیر DO_3 را می‌خواند در جایی که هوای آن عاری از گاز ازن آزاد است قرار دهید. غشاء حسگر را خشک کنید تا تمامی آب نمونه که احتمال وجود DO_3 در آن وجود دارد، حذف شود. اجازه دهید تا حسگر با دمای هوا تا $2 \pm ^\circ C$ به تعادل برسد. اگر اختلاف دمای بزرگی بین هوا و فرایند وجود دارد، مثلاً $5 > ^\circ C$ ، ممکن است تا یک ساعت طول بکشد. حسگر باید صفر یا معادل آن را بخواند ($0.05 \text{ mg/L} \leq$ در اغلب دستگاه‌های تجاری). در غیر این صورت کالیبراسیون صفر مورد نیاز است.

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ عملکرد عادی آنالایزر پس از شکل‌بندی^۱ توسط کاربر، خودکار بوده و نیازی به مداخله کاربر برای آنالیز معمولی نیست.

۲-۱۰ در صورت مشاهده افزایش سرعت انحراف^۲ از نتایج اندازه‌گیری کالیبراسیون، ضروری است الکترولیت یا غشاء یا هر دو تعویض شوند. در بعضی از حسگرها فرایند تمیزکردن نیز ضروری است. اگر از مواد توصیه شده توسط سازنده برای تمیزکردن حسگر استفاده شود، به هنگام حمل آن مواد، کلیه احتیاط‌های ایمنی رعایت شود.

۱۱ کنترل کیفیت

۱-۱۱ اندازه‌گیری و کالیبراسیون دستگاه و حسگر باید طبق دستورالعمل سازنده، در صورت استفاده از دستگاه اندازه‌گیری مستمر و استاندارد رنگ‌سنجی، انجام شود.

۲-۱۱ تناوب اندازه‌گیری

کالیبراسیون باید به صورت دوره‌ای کنترل شود. تناوب اندازه‌گیری براساس انحراف یا خرابی حسگر تعیین می‌شود. عواملی که در انحراف یا خرابی حسگر مشارکت دارند عبارتند از:

۱-۲-۱۱ در معرض بودن مستمر و با مقادیر بالای ازن ($DO_3 > 0.15 \text{ mg/L}$)؛

۲-۲-۱۱ پوشیده شدن غشاء در نتیجه سرعت جریان زیاد، نوسانات فشار یا عمل سایشی آب؛ و

۳-۲-۱۱ تخلیه^۳ الکترولیت.

اندازه‌گیری باید حداقل هر دو ماه یا طبق توصیه‌های سازنده انجام شود.

۳-۱۱ تناوب کالیبراسیون

کالیبراسیون باید مطابق برنامه زمان‌بندی و دستورالعمل‌های سازنده و در هر زمان که حسگر از تعمیر و نگهداری دوباره به کار گرفته می‌شود، انجام گیرد. حسگرها قبل از کالیبراسیون و پس از تعمیر و نگهداری باید قادر به پلاریزاسیون کامل و رسیدن به ثبات باشند. در صورت امکان، کالیبراسیون باید به صورت نیمه‌دستی انجام گیرد.

1 - Configuration

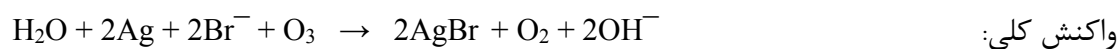
2 - Drift

3 - Depletion

۴-۱۱ در مواردی که اندازه‌گیری و کالیبراسیون حسگرهای ازن به‌عنوان استاندارد به یک روش رنگ‌سنجی بستگی داشته باشد، حداقل باید سه نمونه‌برداری و اندازه‌گیری رنگ‌سنجی، همان‌طور که به‌صورت کلی در بندهای ۱-۲-۹ و ۱-۳-۹ آمده است، انجام شود.

پیوست الف
اطلاعاتی
عملکرد حسگر ازن پلاروگرافیک

الف-۱ حسگر ازن پلاروگرافیک حداقل شامل دو الکتروود است. دست کم یک آند و کاتد و بعضی مواقع یک الکتروود سوم که موسوم به الکتروود حلقه محافظ است، وجود دارد. حسگر، همچنین دارای یک حسگر دمایی برای تعادل در اندازه‌گیری ازن است. الکتروودها توسط یک غشاء عبوردهنده گاز پوشانده شده‌اند که در الکتروولیت دارای نمک برماید محلول در آب، غوطه‌ور هستند. کاتد در پتانسیلی مناسب برای احیاء ازن مولکولی به یون هیدروکسید و اکسیژن تنظیم می‌شود. تغییر در انواع مواد شیمیایی منجر به کاهش آمپرومتریکی در کاتد می‌شود و این کاهش، مستقیماً به فشار جزئی ازن در تماس با کاتد، بستگی دارد. فشار جزئی در کاتد، به نوبه خود، متناسب با فشار جزئی ازن در نمونه است. ارتباط بین شیمی و جریان الکتریکی، توسط زوج واکنش اکسیداسیون - احیاء قابل پیگیری است.



پیوست ب
اطلاعاتی
کتابنامه

[۱] حدود مجاز مواجهه شغلی، وزارت بهداشت درمان و آموزش پزشکی، مرکز سلامت محیط کار، سال ۱۳۹۰