



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۹۳۷۹

تجدیدنظر اول

۱۳۹۳

INSO

9379

1st.Revision

2014

اندازه‌گیری گوگرد (تیول مرکاپتان) در
بنزین، نفت سفید، سوخت‌های حاصل از
تقطیر و توربین‌های هواپیما به روش
پتانسیومتری

**Determination of Sulfur (thiol mercaptan) in
gasoline, kerosine, aviation turbine, and distillate
fuels by potentiometric method**

ICS:75.160.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۳۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۳۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۳۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

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

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

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«اندازه‌گیری گوگرد (تیول مرکاپتان) در بنزین، نفت سفید، سوخت‌های حاصل از تقطیر و توربین‌های

هواپیما به روش پتانسیومتری»

(تجدیدنظر اول)

رییس:

نظری، سیمین
(دکترای شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابراهیمی زاده، وحید
(فوق لیسانس مکانیک)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

احمدنژاد، سید عبدالوهاب
(لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس شرکت نفت پاسارگاد

پولادزاده، اعظم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفیت شرکت صنایع شیمیایی شبنم
خوزستان

خطیبی، زهره
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت انطباق آوران

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

دستوری رزاز، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت نفت پاسارگاد

کارشناس	دوستی خواه، سمیرا (لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت دانش پیشرو اکسین	رافعی پور، مرجان (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف	زرگر، مینا (لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت پارس خودرو	سیزی خباز، سینا (لیسانس صنایع شیمیایی)
مدیر کنترل کیفی شرکت پارس فناوران اروند	سیرکی، نرگس (فوق لیسانس شیمی)
مدیر تضمین کیفیت شرکت صنعتی دوده فام	شادابی نژاد، مهسا (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس	فتاحی نیا، مهناز (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت پترو فناوری آسه	محمودی، اکرم (لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر بردیا	مکوندی، علی (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان	مهرمولایی، فاطمه (فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ وسایل
۲	۵ مواد و/ یا واکنشگرها
۵	۶ نمونه برداری
۵	۷ آماده سازی دستگاه
۶	۸ روش انجام آزمون
۸	۹ محاسبات
۹	۱۰ بیان نتایج
۱۰	۱۱ تضمین کیفیت/ کنترل کیفیت
۱۱	۱۲ دقت و انحراف
۱۲	۱۳ گزارش آزمون
۱۳	پیوست الف (اطلاعاتی) روشی جایگزین برای حذف هیدروژن سولفید
۱۵	پیوست ب (اطلاعاتی) بیان کنترل کیفیت کلی برای روش های آزمون

پیش گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری گوگرد (تیول مرکاپتان) در بنزین، نفت سفید، سوخت‌های حاصل از تقطیر و توربین‌های هواپیما به روش پتانسیومتری" نخستین بار در سال ۱۳۸۶ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در بیست و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۳/۱۰ 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. 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 ارایه 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 ۹۳۷۹ : سال ۱۳۸۶، است.

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

ASTM D 3227: 2013, Standard Test Method for (Thiol Mercaptan) Sulfur in Gasoline, Kerosine, Aviation Turbine, and Distillate Fuels (Potentiometric Method)

اندازه‌گیری گوگرد (تیول مرکاپتان) در بنزین، نفت سفید، سوخت‌های حاصل از تقطیر و توربین‌های هواپیما به روش پتانسیومتری

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری گوگرد مرکاپتان در بنزین، نفت سفید، سوخت‌های توربین هواپیما و سوخت‌های حاصل از تقطیر حاوی 0.003% تا 0.1% جرمی گوگرد مرکاپتان می‌باشد. ترکیبات آلی گوگردی مانند سولفیدها، دی سولفیدها و تیوفنها مزاحمتی ندارند. گوگرد عنصری در مقادیر کمتر از 0.005% جرمی مزاحمتی ندارد. هیدروژن سولفید در صورتی که مطابق بند ۸-۲ حذف نشود، مزاحمت ایجاد می‌کند. گوگرد مرکاپتان بوی نامطبوع و اثری ناسازگار با الاستومرهای سیستم سوخت دارد و برای اجزای سیستم سوخت خورنده است.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب-مورد مصرف در آزمایشگاه شیمی تجزیه-ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-2 ASTM D 1250, Guide for Use of the Petroleum Measurement Tables

2-3 ASTM D 1298, Test Method for Density, Relative Density, or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method

2-4 ASTM D 4052, Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter

2-5 ASTM D 4057, Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-6 ASTM D 4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-7 ASTM D 6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

۳ اصول آزمون

نمونه عاری از هیدروژن سولفید در حلال تیتراسیون سدیم استات الکلی حل می‌شود و به صورت پتانسیومتری با استفاده از پتانسیل بین الکتروود مرجع شیشه‌ای و الکتروود شناساگر نقره/نقره سولفید به عنوان شناساگر با محلول نقره نیترات تیتراسیون می‌شود. گوگرد مرکاپتان تحت این شرایط به صورت نقره مرکاپتید رسوب کرده و نقطه پایانی تیتراسیون با تغییر بزرگی در پتانسیل سل مشخص می‌شود.

۴ وسایل

۱-۴ وسایل مورد استفاده مطابق بندهای ۲-۴ تا ۵-۴ می‌باشند. به طور جایگزین ممکن است از یک سیستم تیتراسیون خودکار با استفاده از همان جفت الکتروود شرح داده شده در بند ۳-۴ استفاده شود که قادر به انجام تیتراسیون مطابق بند ۸ و انتخاب نقطه پایانی مشخص شده در بند ۱-۱۰ با دقتی در توافق با دقت ارایه شده در بند ۱۲ یا بهتر باشد.

۲-۴ وسیله اندازه‌گیری، یک ولت سنج الکترونیکی که با ورودی کمتر از $10^{-12} \times 9 \text{ A}$ کار می‌کند و دارای حساسیت $2 \text{ mV} \pm$ در سرتاسر گستره حداقل $1 \text{ V} \pm$. وسیله اندازه‌گیری باید از نظر الکتروستاتیکی محافظت شود و محافظ باید به زمین متصل شود.

۳-۴ سیستم سلول، متشکل از یک الکتروود مرجع و شناساگر. توصیه می‌شود الکتروود مرجع یک الکتروود شیشه‌ای مقاوم نوع قلمی (مدادی) با سیم سربی پوشش دار متصل شده به زمین باشد. الکتروود شناساگر باید از جنس سیم نقره به قطر 2 mm یا بزرگتر نصب شده روی یک پایه عایق باشد. از الکتروودهای شمش (میله) نقره نیز می‌توان استفاده کرد.

۴-۴ بورت، با ظرفیت 10 ml مدرج شده در فواصل 0.105 ml که فاصله نوک بورت تا زیر شیر حدود 120 mm باشد.

۵-۴ پایه تیتراسیون، ترجیحاً به صورت قسمتی یکپارچه (جدانشدنی) از محفظه وسیله اندازه‌گیری باشد و مجهز به دو پایه برای الکتروودها و همزن الکتریکی بوده و کل مجموعه به زمین متصل شود. توصیه می‌شود با قطع و وصل همزن، هیچ‌گونه تغییر قابل توجهی در قرائت وسیله اندازه‌گیری رخ ندهد.

۵ مواد و / یا واکنشگرها

به غیر از موارد ذکر شده، در کل آزمون فقط از مواد شیمیایی با درجه خلوص واکنشگر استفاده کنید. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند. محلول‌های در دسترس تجاری در صورتی که تایید شود غلظت‌های موردنیاز را برآورده می‌کنند، می‌توانند به جای محلول‌های تهیه شده در آزمایشگاه استفاده شوند. در صورت نیاز به نگهداری از غلظت‌های یکسان می‌توان حجم‌های مختلفی از محلول‌ها و حلال‌ها را تهیه کرد.

۱-۵ آب، به غیر از موارد ذکر شده، باید فقط از آب درجه ۱ مطابق الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده شود.

۲-۵ کادمیم سولفات، محلول اسیدی با غلظت ۱۵۰ g/l
۱۵۰ g کادمیم سولفات ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کنید (هشدار ۱ را ببینید). ۱۰ ml سولفوریک اسید رقیق افزوده (هشدار ۲ را ببینید) و تا حجم ۱ l با آب رقیق کنید.

هشدار ۱- کادمیم سولفات سمی است و در صورت بلع یا استنشاق کشنده بوده و سرطان زا می باشد.

هشدار ۲- سولفوریک اسید موجب سوختگی شدید می شود و در صورت بلع یا استنشاق مضر و کشنده است.

۳-۵ پتاسیم یدید، محلول استاندارد با غلظت تقریبی ۰/۱ mol/l
۱۷ g پتاسیم یدید را با تقریب ۰/۱ g در ۱۰۰ ml آب در یک بالن حجم سنجی ۱ l حل کرده و تا حجم ۱ l رقیق کنید. مولاریته دقیق محلول را محاسبه کنید.

۴-۵ پروپان-۲-ال

هشدار- پروپان-۲-ال اشتعال پذیر است. در صورت نگهداری پروپان-۲-ال در ظرفی که در مجاورت هوا است، پروکسید تولید می شود. در صورت وقوع چنین اتفاقی و تبخیر پروپان-۲-ال تا خشک شدن، احتمال وقوع انفجار وجود دارد. در صورت مشکوک بودن به تشکیل پروکسید، می توان آن ها را با عبور از ستون آلومینای فعال شده حذف کرد.

۵-۵ نقره نیترات، محلول استاندارد الکلی با غلظت ۰/۱ mol/l
۱۷ g نقره نیترات را در ۱۰۰ ml آب در یک بالن حجم سنجی ۱ l حل کرده و با پروپان-۲-ال (۹۹٪) تا حجم ۱ l رقیق کنید (یادآوری را ببینید) این محلول را در یک بطری تیره نگهداری کرده و به منظور تشخیص تغییرات ۰/۰۰۰۵ یا بیشتر در مولاریته در فواصل زمانی مکرر استاندارد کنید.

یادآوری- به منظور حذف پروکسید تشکیل شده احتمالی در زمان نگهداری لازم است که پروپان-۲-ال را از میان یک ستون الومینای فعال شده عبور دهید. عدم حذف پروکسیدها منجر به نتایج پایینی می شود. در صورتی که آزمون شده و مشخص شود که الکل عاری از پروکسید است، انجام این مرحله ضروری نیست.

۱-۵-۵ استاندارد سازی، شش قطره نیتریک اسید غلیظ (چگالی نسبی ۱/۴۲) را به ۱۰۰ ml آب در یک بشر با اندازه مناسب (برای مثال بشری با اندازه ۲۰۰ ml، ۲۵۰ ml یا ۳۰۰ ml معمولاً به حد کافی بزرگ است) اضافه کنید (هشدار را ببینید). اکسیدهای نیترون را با جوشاندن به مدت ۵ دقیقه حذف کنید. سپس تا دمای محیط خنک کنید. ۵ ml محلول پتاسیم یدید ۰/۱ mol/l را با استفاده از پی پت درون بشر ریخته و با محلول نقره نیترات تا انحنای منحنی تیتراسیون (نقطه پایانی) تیترا کنید.

هشدار- نیتریک اسید غلیظ سمی بوده، موجب سوختگی شدید می شود و در صورت بلع یا استنشاق مضر و کشنده است.

۵-۶ نقره نیترات، محلول استاندارد الکلی با غلظت 0.10 mol/l

این محلول را هنگام انجام آزمون با رقیق کردن محلول استاندارد 0.1 N به صورت روزانه تهیه کنید. 100 ml استاندارد 0.1 mol/l را با استفاده از پی‌پت به بالن حجم‌سنجی 1 l افزوده و با پروپان ۲-ال تا خط نشانه رقیق کنید. مولاریته دقیق محلول را محاسبه کنید.

۵-۷ محلول سدیم سولفید، با غلظت 10 g/l

10 g سدیم سولفید (Na_2S) را در آب حل کرده و با آب تا حجم 1 l رقیق کنید. محلول را به هنگام نیاز به صورت تازه تهیه کنید.

یادآوری- سدیم سولفید بدون آب به‌طور گسترده در دسترس نیست و گران است. یک محلول آبی سدیم سولفید نه آبه ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) در غلظت 30.6 g/l مطلوب است.

۵-۸ سولفوریک اسید، رقیق

پنج حجم آب را با احتیاط با یک حجم سولفوریک اسید (با چگالی نسبی 1.84) رقیق کنید. توجه کنید که حجم‌های محدودی موردنیاز است زیرا برای هر لیتر محلول کادمیم سولفات فقط 10 ml موردنیاز است.

هشدار- افزودن اسید گرما تولید می‌کند. محلول را به خوبی مخلوط کنید. در صورتی که آب به جوش آید قبل از افزودن اسید بیشتر، آن را خنک کنید.

۵-۹ حلال تیتراسیون

مرکاپتان‌ها با وزن مولکولی کم که معمولاً در بنزین یافت می‌شوند، در صورت استفاده از حلال تیتراسیون اسیدی به آسانی از محلول تیتراسیون حذف می‌شوند. برای اندازه‌گیری مرکاپتان‌های با وزن مولکولی بالاتر که معمولاً در نفت سفید، سوخت توربین هواپیما و سوخت‌های حاصل از تقطیر یافت می‌شوند حلال تیتراسیون اسیدی برای دستیابی به تعادل سریع‌تر بین افزایش متوالی تیترانت استفاده می‌شود.

۵-۹-۱ حلال تیتراسیون بازی

2.7 g سدیم استات سه آبه ($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) یا 1.6 g سدیم استات بدون آب ($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$) را در 25 ml آب عاری از اکسیژن حل کرده و 975 ml پروپان ۲-ال (99%) بریزید (یادآوری بند ۵-۵ را ببینید). در صورت نیاز اکسیژن حل شده را با عبور جریان سریع از گاز نیتروژن از محلول به مدت 10 دقیقه در هر روز قبل از استفاده حذف کنید. این محلول را از تماس با هوا محافظت کنید. برای به حداقل رساندن اکسیژن حل شده در محلول در طول نگهداری، یکی از گزینه‌ها استفاده از یک لایه نیتروژن در بالای محلول قبل از درزبندی ظرف حلال است.

۵-۹-۲ حلال تیتراسیون اسیدی

2.7 g سدیم استات سه آبه یا 1.6 g سدیم استات بدون آب را در 20 ml آب عاری از اکسیژن حل کرده و 975 ml پروپان ۲-ال (99%) ریخته (یادآوری بند ۵-۵ را ببینید) و 4.6 ml استیک اسید گلاسیال اضافه کنید.

در صورت نیاز اکسیژن حل شده را با عبور جریانی سریع از گاز نیتروژن از محلول به مدت ۱۰ دقیقه در هر روز قبل از استفاده حذف کنید. این محلول را از تماس با هوا محافظت کنید. برای به حداقل رساندن اکسیژن حل شده در محلول در طول نگهداری، یکی از گزینه‌ها استفاده از یک لایه نیتروژن در بالای محلول قبل از درزبندی ظرف حلال است.

۱۰-۵ کاغذ یا پارچه جلا دهی (صیقل دهی)، سنباده با میانگین اندازه ذرات $6\ \mu\text{m}$ تا $20\ \mu\text{m}$

۶ نمونه برداری

۱-۶ نمونه را مطابق استانداردهای ASTM D 4057 یا ASTM D 4177 بردارید.

۲-۶ متان تیول (متیل مرکاپتان) دارای نقطه جوش $6.2\ ^\circ\text{C}$ بوده و می‌توان انتظار داشت که در بنزین سبک تصفیه نشده وجود داشته باشد. بنابراین در صورتی که وجود این تیول با نقطه جوش پایین (مرکاپتان) معلوم باشد یا انتظار رود، آزمون مورد باید برای جلوگیری از کاهش مرکاپتان از چنین نمونه‌هایی در دمای زیر $4\ ^\circ\text{C}$ نگهداری شود.

۳-۶ مشخص شده است که کسرهایی از نفتای سبک با مقدار تیول بالا (بیش از $100\ \text{mg/kg}$) که در دمای کم‌تر از $85\ ^\circ\text{C}$ می‌جوشد، به دماهای تیتراسیون خیلی حساس هستند.

یادآوری- نمونه‌های با مقدار تیول بالاتر از 0.10% جرمی ممکن است با احیای مناسب در توده آزمون آنالیز شوند، اطمینان حاصل کنید که حداقل حجم حلال تیتراسیون به اضافه آزمون از $120\ \text{ml}$ بیش‌تر نشود. در صورت استفاده از حلال تیتراسیون اضافی برای تامین این الزامات، توصیه می‌شود از حجم مشابهی برای تیتراسیون شاهد استفاده کنید. برای مقادیر تیول بالاتر 0.1% جرمی دقتی تعیین نشده است.

۷ آماده‌سازی دستگاه

۱-۷ الکتروود شیشه‌ای، بعد از هر تیتراسیون دستی یا مجموعه‌ای از تیتراسیون‌ها در مورد سیستم‌های تیتراسیون خودکار، الکتروود را با دستمالی نرم و تمیز خشک کرده و با آب بشویید. الکتروود را در فواصل زمانی مکرر (حداقل یک‌بار در هفته) با هم‌زدن در محلول سرد کرومیک اسید (هشدار) به مدت چند ثانیه (حداکثر ۱۰ ثانیه) تمیز کنید. هنگام عدم استفاده، نیمه پایینی الکتروود را در آب غوطه ور کنید.

هشدار- کرومیک اسید باعث سوختگی شدید شده و یک ماده سرطان‌زا شناخته شده است. نمگیر و اکسنده قوی بوده و در تماس با سایر مواد احتمال بروز احتراق وجود دارد. به‌عنوان معادل می‌توان از محلول شستشوی عاری از کروم استفاده کرد.

۲-۷ الکتروود نقره/ نقره سولفید، هر روز قبل از استفاده یا به صورت انجام شده با آنالیز نمونه کنترل کیفیت (QC) (بند ۱۱ را ببینید) به روش زیر یک پوشش تازه از نقره سولفید را بر روی الکتروود تهیه کنید:

۱-۲-۷ الکتروود را با کاغذ یا پارچه جلا صیقل دهید تا سطح نقره صیقلی و تمیز شود.

۲-۲-۷ الکتروود را در موقعیت کار قرار داده و آن را در ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون حاوی ۸ ml محلول سدیم سولفید فروبیرید.

۳-۲-۷ درحالی که محلول را هم می‌زنید، ۱۰ ml محلول نقره نیترات ۰/۱ mol/l را به آرامی با استفاده از یک بورت در مدت ۱۰ دقیقه تا ۱۵ دقیقه به آن اضافه کنید.

۴-۲-۷ الکتروود را از محلول خارج کرده، با آب شستشو داده و با یک دستمال نرم و تمیز پاک کنید.

۵-۲-۷ بین تیتراسیون‌های دستی یا مجموعه‌ای از تیتراسیون‌های خودکار، الکتروود را حداقل ۵ دقیقه در ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون حاوی ۰/۵ ml محلول نقره نیترات ۰/۱ mol/l قرار دهید.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ اندازه‌گیری چگالی

در صورت اندازه‌گیری نمونه به صورت حجم‌سنجی، چگالی را مطابق استاندارد ASTM D 1298 یا ASTM D 4052 در دمایی که آزمون در آن دما برداشته شده است، مستقیماً اندازه‌گیری کنید یا از چگالی اندازه‌گیری شده در دمای مرجع استفاده کرده و آن را از طریق جداول اندازه‌گیری فرآورده‌های نفتی (استاندارد ASTM D 1250) به دمای انتقالی تبدیل کنید.

۲-۸ حذف هیدروژن سولفید

نمونه را برای حذف هیدروژن سولفید (H_2S) با اختلاط ۵ ml از نمونه با ۵ ml محلول کادمیم سولفات اسیدی به صورت کیفی آزمون کنید. در صورتی که رسوبی ظاهر نشد، آنالیز نمونه را مطابق بند ۳-۸ انجام دهید. در صورت ایجاد رسوب زرد رنگ، هیدروژن سولفید را به روش زیر حذف کنید:

مقداری از نمونه (سه یا چهار برابر مقدار موردنیاز برای آنالیز) را در یک قیف جداکننده حاوی محلول کادمیم سولفات یکسان با نیمی از نمونه، منتقل کرده و به شدت تکان دهید. فاز آبی حاوی رسوب زرد رنگ را خارج کرده و دور بریزید. استخراج را با قسمت دیگری از محلول کادمیم سولفات تکرار کنید. دوباره فاز آبی را خارج کرده و نمونه را با سه قسمت ۲۵ ml تا ۳۰ ml آب بشویید. آب را بعد از هر بار شستشو دور بریزید. هیدروکربن (فاز آلی) را از میان یک کاغذ صافی سریع صاف کنید. قسمت کوچکی از نمونه شسته شده را به عنوان مثال در یک لوله یا ویال آزمون با چند میلی‌لیتر محلول کادمیم سولفات به صورت شرح داده شده در بالا آزمون کنید. در صورتی که رسوب ایجاد شد، استخراج با محلول کادمیم سولفات را تازمانی که کل هیدروژن سولفید حذف شود، تکرار کنید.

هشدار- بعضی از بنزین‌هایی که مستقیماً از برج تقطیر حاصل می‌شوند^۱ می‌توانند حاوی مقادیر قابل توجهی از مرکابتان‌ها با وزن مولکولی کم و نیز گوگرد عنصری حل شده، باشند که هنگام حرارت تحت شرایط تقطیر برگشتی

ممکن است با واکنش بین آنها هیدروژن سولفید تولید شود. این پدیده به ویژه در مورد بنزین‌های استحصالی به طور مستقیم از برج تقطیر که از تراکم تعدادی از گازهای طبیعی تولید شده‌اند، مورد توجه قرار گرفته است. بنابراین توصیه می‌شود که در طول حذف هیدروژن سولفید (و پس از استخراج کل هیدروژن سولفید) نمونه گرم نشود.

۸-۲-۱ هنگامی که نتایج آزمون حاصل برای اهداف مرجع نباشند و قوانین کنترل کیفیت/ تضمین کیفیت (QA/QC) اجازه دهند، می‌توان از یک آزمون و روش جایگزین برای حذف هیدروژن سولفید استفاده کرد. در این روش از کاغذ سرب استات و سدیم هیدروژن کربنات استفاده می‌شود و در پیوست الف شرح داده شده است.

۸-۲-۲ دستگاه‌های خودکاری وجود دارد که ضرورت حذف هیدروژن سولفید قبل از انجام تجزیه را حذف می‌کند زیرا منحنی تیتراسیون هیدروژن سولفید با منحنی تیتراسیون اندازه‌گیری تیول یا مرکاپتان تداخل ندارد. استفاده از چنین تجهیزاتی هنگامی مجاز است که آزمون برای اهداف مرجع نباشد. توضیحات دقت شامل داده‌های حاصل از این روش جایگزین نمی‌باشد.

۸-۲-۳ برای اهداف مرجع باید قوانین توضیح داده شده در بند ۸-۲ استفاده شود. یک وضعیت غیر مرجع احتمالی ممکن است نمونه‌ای از کنترل معمول پالایش باشد.

۸-۳-۳ ۲۰ ml تا ۵۰ ml از نمونه اصلی یا صاف شده را با پی‌پت (یا وسیله انتقال مناسب دیگر) درون یک بشر با اندازه مناسب (برای مثال بشری با اندازه ۲۰۰ ml، ۲۵۰ ml یا ۳۰۰ ml به حدکافی بزرگ است) حاوی ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون مناسب اندازه‌گیری کرده یا وزن کنید. بشر را روی پایه تیتراسیون یا نمونه بردار خودکار سیستم تیتراسیون خودکار قرار دهید. در صورت استفاده از سیستم تیتراسیون خودکار، سیستم را برای ایجاد شرایط تجربی مشخص شده در بندهای ۸-۳-۱ تا ۸-۳-۳ تنظیم کنید. موقعیت پایه تیتراسیون را به گونه‌ای تنظیم کنید که حدود نیمی از الکترودها غوطه ور باشند. بورت را با محلول نقره نترات الکلی ۰/۰۱ mol/l پر کنید و موقعیت آن را در مجموعه تیتراسیون به گونه‌ای تنظیم کنید که نوک بورت حدود ۲۵ mm زیر سطح مایع در بشر باشد. سرعت همزن را طوری تنظیم کنید که محلول در اثر هم زدن شدید به بیرون پاشیده نشود.

۸-۳-۱ پتانسیل اولیه سل و حجم بورت را خوانده و ثبت کنید. پتانسیل‌های معمول در حضور مرکاپتان در گستره ۲۵۰ mV تا ۳۵۰ mV می‌باشند. قسمت‌های کوچک و مناسبی از محلول نقره نترات ۰/۰۱ mol/l را اضافه کنید و منتظر بمانید تا پتانسیل ثابتی ایجاد شود. سپس پتانسیل ولت سنج و حجم بورت را خوانده و ثبت کنید. در صورتی که تغییرات کمتر از ۶ mV در هر دقیقه باشد، پتانسیل ثابت در نظر گرفته می‌شود.

یادآوری ۱- در صورتی که پتانسیل‌های خوانده شده با الکتروده تازه تهیه شده نادرست باشد، این احتمال وجود دارد که شرایط الکترودها به درستی تثبیت نشده باشد. این مشکل معمولاً در تیتراسیون‌های بعدی برطرف می‌شود.

یادآوری ۲- هنگام تجزیه نمونه‌هایی با غلظت نسبتاً بالای مرکاپتان، استفاده از اندازه نمونه ۲۰ ml تا ۵۰ ml به زمان تیتراسیون طولانی و مقدار تیترانت زیاد نیاز دارد. برای مثال می‌توان از اندازه نمونه کوچک‌تر استفاده کرد یا نمونه اصلی را قبل از تیتراسیون نمونه با حلال مناسبی که با نمونه امتزاج پذیر بوده و عاری از مرکاپتان باشد در گستره اندازه نمونه ۲۰ ml تا ۵۰ ml رقیق کرد.

دقت نمونه‌ها با استفاده از اندازه نمونه کمتر از ۲۰ ml یا نمونه‌هایی که رقیق شده‌اند، در یک مطالعه بین آزمایشگاهی تعیین نشده است.

یادآوری ۳- با بعضی دستگاه‌ها ممکن است علامت جبری پتانسیل برعکس شود.

۸-۳-۲ وقتی تغییر پتانسیل برای هر بار افزودن محلول نقره نیترات کوچک است، حجم‌هایی به بزرگی ۰٫۵ ml اضافه کنید. وقتی تغییر پتانسیل بیش‌تر از ۶ mV به ازای ۰٫۱ ml است، حجم‌های ۰٫۰۵ ml از محلول نقره نیترات ۰٫۰۱ mol/l را اضافه کنید. نزدیکی نقطه پایانی تیتراسیون ممکن است ۵ دقیقه تا ۱۰ دقیقه طول بکشد تا پتانسیل ثابتی حاصل شود. اگرچه انتظار برای حصول شرایط تعادل مهم است، همچنین اهمیت دارد که به‌منظور جلوگیری از اکسایش ترکیبات گوگرد با اکسیژن اتمسفر، مدت زمان تیتراسیون تا حد امکان کوتاه باشد. به محض شروع تیتراسیون نباید آن را متوقف کرده و دوباره انجام داد.

۸-۳-۳ تیتراسیون را تازمانی که تغییرات پتانسیل سل به ازای هر ۰٫۱ ml محلول نقره نیترات ۰٫۰۱ mol/l نسبتاً ثابت شود، ادامه دهید. پتانسیل در صورتی ثابت در نظر گرفته می‌شود که تغییرات آن کمتر از ۶ mV در هر دقیقه باشد. محلول تیتراشده را خارج کرده، الکترودها را با الکل شسته و با دستمالی خشک تمیز کنید. در صورت استفاده از سیستم تیتراسیون خودکار، الکترودها را به‌خوبی با الکل شسته، بگذارید الکل اضافی از الکترودها خارج شود و سپس نمونه بعدی را آزمون کنید. بین اندازه‌گیری‌های متوالی (یا یک مجموعه اندازه‌گیری‌ها در مورد سیستم‌های تیتراسیون خودکار) در همان روز، الکترودها را مطابق بندهای ۷-۱ و ۷-۲-۵ نگهداری کنید.

۸-۴ اغلب در موارد نیاز و ترجیحاً هنگام استفاده از تجهیزات آزمون، حداقل به صورت روزانه یک تیتراسیون شاهد بدون افزودن نمونه آزمون مطابق بندهای ۸-۲ تا ۸-۲-۲ انجام دهید.

۹ محاسبات

۹-۱ مقدار گوگرد مرکاپتان در نمونه را برحسب درصد جرمی با استفاده از روابط ۱، ۲، ۳ یا ۴ محاسبه کنید:

$$(1) \quad \text{گوگرد مرکاپتان} = (DM (A_1 - A_0) \times 3.206) / W$$

$$(2) \quad \text{گوگرد مرکاپتان} = (DM (A_1 - A_0) \times 3.206) / (d \times V)$$

$$(3) \quad D = (W + I) / W$$

$$(4) \quad D = (V + J) / V$$

که در آن:

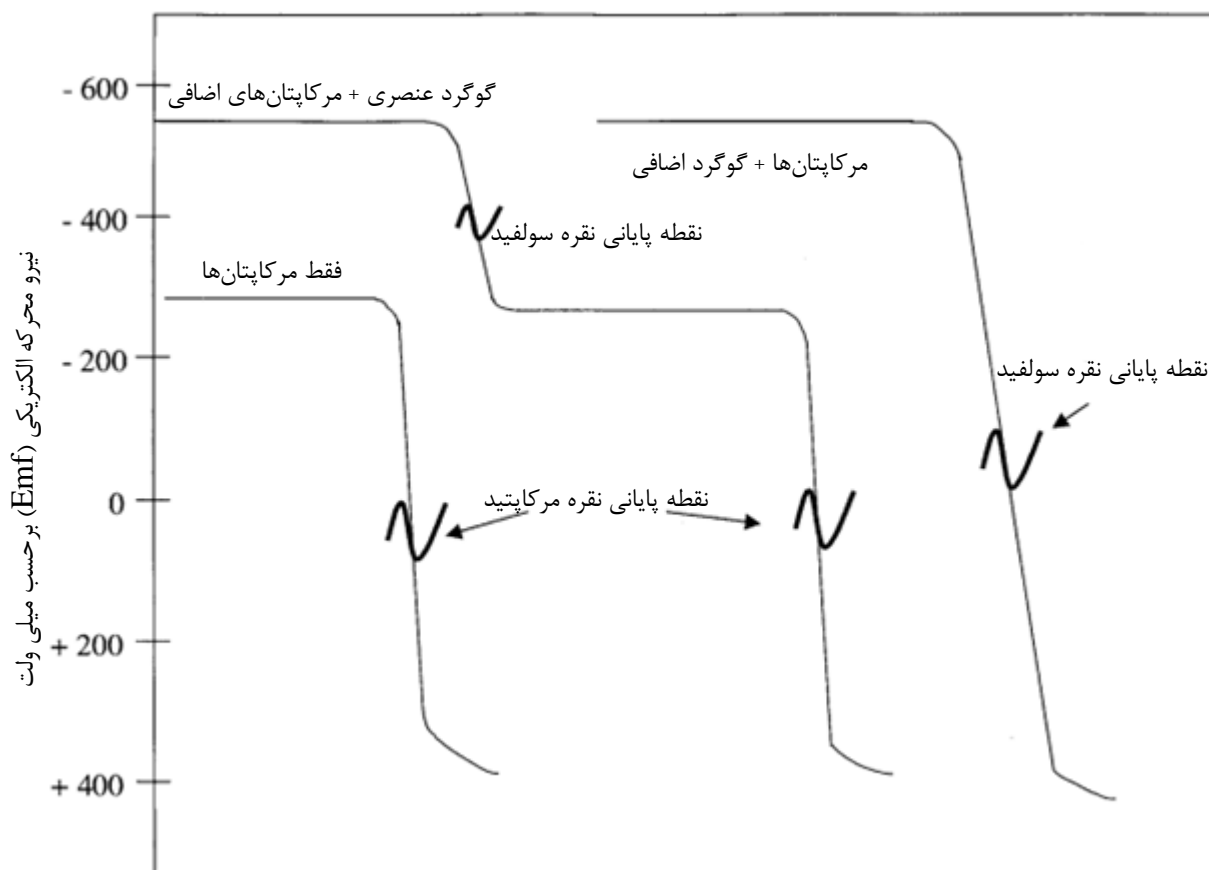
A_1 حجم محلول نقره نیترات موردنیاز برای رسیدن به نقطه پایانی در مجاروت ۳۰۰ mV (شکل ۱ را ببینید) هنگام تیتراسیون نمونه برحسب میلی‌لیتر؛

A_0 حجم محلول نقره نیترات موردنیاز برای رسیدن به نقطه پایانی در مجاروت ۳۰۰ mV (شکل ۱ را ببینید) هنگام تیتراسیون شاهد (توجه کنید که هیچگونه تغییری در ضرایب رابطه وجود ندارد) برحسب میلی‌لیتر؛

d چگالی نمونه در دمای انتقال برحسب گرم بر میلی‌لیتر؛

D ضریب رقت (در صورت نیاز یادآوری ۲ در بند ۸-۳-۱ را ببینید)؛

- I مقدار رقیق کننده استفاده شده برحسب گرم؛
- J حجم رقیق کننده استفاده شده برحسب میلی لیتر؛
- M غلظت محلول نقره نیترات برحسب مولاریته؛
- W جرم نمونه استفاده شده برحسب گرم؛
- $۳/۲۰۶$ برابر با ۱۰۰ ضربدر میلی اکی والان گرم گوگرد در مرکاپتان؛
- V حجم نمونه استفاده شده برحسب میلی لیتر.



حجم محلول نقره نیترات برحسب میلی لیتر

شکل ۱- تیتراسیون پتانسیومتری

۱۰ بیان نتایج

۱-۱۰ تحلیل داده‌ها

منحنی حجم محلول نقره نیترات $۰/۰۱ \text{ mol/l}$ را برحسب پتانسیل‌های متناظر سل رسم کنید. نقطه پایانی را در نقطه عطف تندترین قسمت هر شکستگی در منحنی تیتراسیون مطابق شکل ۱ انتخاب کنید. شکل منحنی تیتراسیون ممکن است با دستگاه‌های مختلف تغییر کند. با وجود این توصیه می‌شود تفسیر بالا در مورد نقطه پایانی انجام شود.

۱-۱-۱۰ فقط مرکاپتان‌ها

در صورتی که فقط مرکاپتان‌ها در نمونه وجود داشته باشند، تیتراسیون یک منحنی نوع اول مطابق شکل ۱ ایجاد می‌کند که سطح اولیه آن در یک پتانسیل برابر یا منفی‌تر از -250 mV است و هنگامی که پتانسیل کمتر از 6 mV/min تغییر می‌کند به نقطه پایانی می‌رسد و تغییر میلی ولت بر دقیقه تیرانت با هر بار افزودن کاهش می‌یابد.

۲-۱-۱۰ مرکاپتان‌ها و گوگرد عنصری

هنگامی که گوگرد عنصری و مرکاپتان‌ها در نمونه وجود داشته باشند، یک برهم‌کنش شیمیایی در حلال تیتراسیون مصرفی رخ می‌دهد که در حین تیتراسیون رسوب نقره سولفید (Ag_3S) ایجاد می‌کند.

۳-۱-۱۰ هنگامی که مرکاپتان‌ها به مقدار اضافی وجود داشته باشند، پایان رسوب‌دهی نقره سولفید در 550 mV تا 350 mV رخ می‌دهد و با رسوب‌دهی نقره مرکاپتید تا نقطه پایانی 300 mV ادامه پیدا می‌کند. این حالت در منحنی میانی شکل ۱ نشان داده شده است. از آنجایی که کل نقره سولفید از یک مقدار هم ارز مرکاپتان ناشی می‌شود تیتراسیون کل برای نقطه پایانی مرکاپتید باید برای محاسبه مقدار گوگرد مرکاپتان استفاده شود.

۴-۱-۱۰ هنگامی که گوگرد عنصری به مقدار اضافی وجود داشته باشد، پایان رسوب‌دهی نقره سولفید در همان ناحیه (300 mV) مانند نقره مرکاپتید رخ می‌دهد و مانند گوگرد مرکاپتان محاسبه می‌شود.

۵-۱-۱۰ هنگامی که نمونه‌های بنزین سبک حاوی متان تیول (متیل مرکاپتان) یا تیول‌های سنگین‌تر (مرکاپتان‌ها) نتایج نادرستی ارائه می‌دهند، ضروری است که قبل از انجام آزمون دستگاه آزمون مطابق بندهای ۲-۸ تا ۴-۸ در دمای کمتر از 4°C سرد شده و نگه داشته شود. برای این نمونه‌ها ممکن است این مرحله برای نتایج آزمون تجدیدپذیرتر ضروری باشد.

۱۱ تضمین کیفیت / کنترل کیفیت

۱-۱۱ کارایی دستگاه و روش انجام آزمون را با آنالیز یک نمونه کنترل کیفیت تایید کنید.

۱-۱-۱۱ هنگامی که قوانین QA/QC از قبل در تسهیلات آزمون وضع شده باشد، این قوانین را می‌توان هنگامی که قابلیت اعتبار نتایج آزمون را تایید کنند، استفاده کرد.

۲-۱-۱۱ هنگامی که قوانین QA/QC در تسهیلات آزمون موجود نباشد، می‌توان از پیوست ب به عنوان سیستم QA/QC استفاده کرد.

۲-۱۱ به کاربران این روش آزمون توصیه می‌شود که در توافق نامه‌های قراردادی از پیوست ب به عنوان یک نمونه مجاز استفاده کنند.

۱۲ دقت و انحراف

۱-۱۲ دقت

دقت این روش آزمون با استفاده از بررسی‌های آماری نتایج بین آزمایشگاهی به صورت زیر تعیین شده است:

۱-۱-۱۲ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون متوالی حاصل توسط یک آزمون گر با وسایل یکسان و تحت شرایط کاری ثابت روی مواد آزمون یکسان که در برنامه آزمون معمول و صحیح در مدت طولانی انجام شده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد آزمون از مقدار حاصل از رابطه ۵ بیشتر می‌شود:

$$(۵) \quad \text{یادآوری را ببینید} \quad ۰,۰۰۰۰۰۷ + ۰,۰۲۷ x = \text{تکرارپذیری}$$

که در آن:

x میانگین گوگرد مرکاپتان برحسب درصد جرمی.

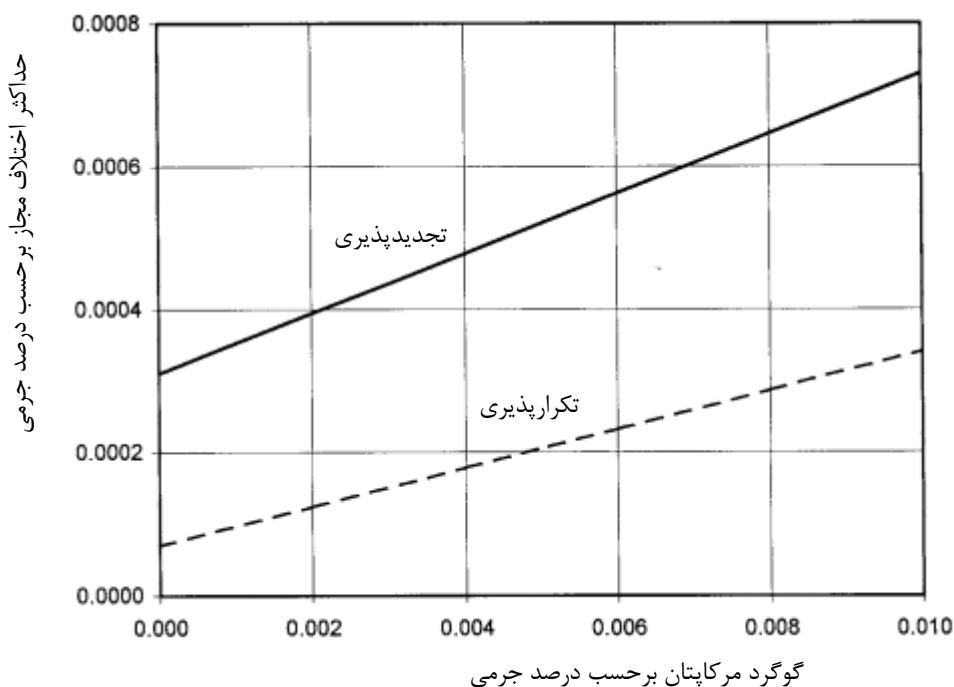
یادآوری - این مقدار به صورت ترسیمی در شکل ۲ نشان داده شده است.

۲-۱-۱۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه مستقل و منفرد حاصل توسط آزمون‌گرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت روی مواد آزمون یکسان که در برنامه آزمون معمول و صحیح در مدت طولانی انجام شده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد آزمون از مقدار حاصل از رابطه ۶ بیشتر می‌شود:

$$(۶) \quad \text{یادآوری بند ۱-۱-۱۲ را ببینید} \quad ۰,۰۰۰۰۳۱ + ۰,۰۴۲ x = \text{تکرارپذیری}$$

که در آن:

x میانگین گوگرد مرکاپتان برحسب درصد جرمی.



شکل ۲- منحنی دقت برای گوگرد مرکاپتان در بنزین، نفت سفید، توربین هواپیما و سوخت‌های حاصل از تقطیر

۱۲-۲ انحراف

انحراف برای این روش آزمون تعیین نشده است.

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد.

۱-۱۳ روش آزمون استفاده شده مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۹۳۷۹؛

۲-۱۳ کل جزییات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛

۳-۱۳ نتایج آزمون با تقریب 0.0001 (جرمی/جرمی) یا با تقریب 1 mg/kg ؛

۴-۱۳ هر گونه انحراف از روش آزمون مشخص شده؛

۵-۱۳ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می شود؛

۶-۱۳ تاریخ انجام آزمون؛

۷-۱۳ نام و امضای آزمون گر.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

روشی جایگزین برای حذف هیدروژن سولفید

الف-۱ هدف و دامنه کاربرد

این روش جایگزینی برای استفاده از محلول اسیدی کادمیم سولفات (هشدارهای ۱ و ۲ را ببینید) ارائه می‌دهد.

هشدار ۱- کادمیم سولفات سمی است و در صورت بلع یا استنشاق کشنده بوده و سرطان زا می‌باشد.

هشدار ۲- سولفوریک اسید موجب سوختگی شدید می‌شود و در صورت بلع یا استنشاق مضر و کشنده است.

در این روش آزمون از کاغذ آزمون سرب استات (هشدار ۳ را ببینید) برای تعیین وجود هیدروژن سولفید و از سدیم هیدروژن کربنات برای حذف هیدروژن سولفید استفاده می‌شود.

هشدار ۳- سرب استات سمی و مضر است و در صورت بلع، استنشاق یا جذب پوستی موجب مسمومیت می‌شود.

این روش هنگامی که نمونه یک نمونه مرجع است یا هنگامی که قوانین QA/QC روش آزمون را به صورت مکتوب مشخص کرده است، کاربرد ندارد.

الف-۲ اصول آزمون

هیدروژن سولفید با استفاده از نوارهایی از کاغذ صافی اشباع شده با سرب استات که قبل از استفاده خشک شده‌اند، تشخیص داده می‌شود. هنگامی که نوارهای کاغذی سرب استات به‌طور مناسب تهیه و استفاده شوند، رنگ آنها به دلیل رسوب دادن سرب سولفید از طریق هیدروژن سولفید از سفید به یک رنگ تیره‌تر تغییر می‌کنند.

تازمانی که نمونه عدم حضور هیدروژن سولفید را مطابق آزمون سرب استات نشان دهد، هیدروژن سولفید با شستشوی مکرر با محلول آبی سدیم هیدروژن کربنات حذف می‌شود.

الف-۳ مواد و/یا واکنشگرها

کل مواد باید مطابق جزییات بند ۵ باشند. استفاده از محلول‌های تهیه شده تجاری و کاغذ آزمون در صورتی که مطابق جزییات بند ۵ باشند، مجاز است.

الف-۳-۱ محلول آبی سرب استات، $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

محلول ۵٪ (جرمی/جرمی) سرب استات را در آب تهیه کنید.

الف-۳-۲ کاغذ آزمون سرب استات

نوارهایی از کاغذ صافی را در محلول سرب استات بخیسانید تا اشباع شود و بگذارید خشک شوند.

هشدار- از آنجایی که این کاغذها با هیدروژن سولفید واکنش می‌دهند، ضروری است که آن را خشک کرده و در یک اتمسفر عاری از هیدروژن سولفید نگهداری کنید.

الف-۳-۳ محلول آبی سدیم هیدروژن کربنات، Na_2HCO_3

این محلول را با حل کردن (50 ± 1) g سدیم هیدروژن کربنات در آب، در یک بالن حجم‌سنجی ۱۱ و رقیق کردن تا خط نشانه تهیه کنید.

الف-۳-۴ هر نوع کاغذ صافی آزمایشگاهی استاندارد که قابلیت جذب محلول سرب استات را داشته باشد، می‌توان استفاده کرد.

هشدار- توجه کنید که کاغذ حاوی سولفید فعال با آزمون تداخل ایجاد می‌کند.

الف-۴ روش انجام آزمون و حذف هیدروژن سولفید

الف-۴-۱ قسمت کوچکی از نمونه را با قرار دادن نوار کوچکی از کاغذ آزمون سرب استات درون آن آزمون کنید. هنگامی که کاغذ آزمون به رنگ قهوه‌ای یا سیاه تغییر کند، وجود هیدروژن سولفید مشخص می‌شود.

الف-۴-۲ هنگامی که وجود هیدروژن سولفید مشخص شد به صورت زیر عمل کنید:

الف-۴-۲-۱ قسمتی از نمونه را که حجم آن سه تا چهار برابر حجم مورد نیاز برای آزمون واقعی است، بردارید و درون یک قیف جداکننده بریزید.

الف-۴-۲-۲ حجمی از سدیم هیدروژن کربنات را که معادل حدود نیمی از حجم آزمون است، اضافه کرده و کاملاً هم بزنید.

هشدار- هنگامی که نمونه فرار باشد، فشار ایجاد شده از طریق هم زدن را با احتیاط آزاد کنید.

الف-۴-۲-۳ اجازه دهید دوفاز ته نشین شوند و پس از ته نشینی، فاز آبی را بیرون کشیده و دور بریزید.

الف-۴-۲-۴ فاز آلی را دوباره با کاغذ سرب استات تازه مورد آزمون قرار دهید.

الف-۴-۲-۵ فرایند شستشو را تازمانی ادامه دهید که نمونه‌های شسته شده به وجود هیدروژن سولفید پاسخ منفی دهند.

هشدار- هنگامی که گوگرد عنصری و مرکاپتان‌ها با هم وجود داشته باشند، امکان دارد که بر اثر گرمایش مجدد نمونه شسته شده، هیدروژن سولفید بیش‌تری تشکیل شود. به دلیل این‌که تشکیل هیدروژن سولفید بیشتر (پس از شستشو) نتیجه آزمون را تحت تاثیر قرار می‌دهد، نمونه شسته شده را دوباره حرارت ندهید.

الف-۴-۲-۶ هنگامی که آزمون عاری از هیدروژن سولفید باشد، اندازه‌گیری مقدار تیول (مرکاپتان) امکان پذیر است.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

بیان کنترل کیفیت کلی برای روش‌های آزمون D02

- ب-۱ کارایی دستگاه و روش انجام آزمون را با آنالیز یک نمونه کنترل کیفیت تایید کنید.
- ب-۲ قبل از پایش فرایند اندازه‌گیری، کاربر این روش، نیازمند تعیین مقدار میانگین و حدود کنترل نمونه QC است (استاندارد ASTM D 6299 را ببینید).
- ب-۳ نتایج QC را ثبت کرده و با نمودارهای کنترلی یا سایر روش‌های معادل آماری برای تعیین حالت کنترل آماری کل فرایند آزمون آنالیز کنید (استانداردهای ASTM D 6299 و ASTM MNL7 را ببینید). توصیه می‌شود هر گونه داده خارج از کنترل برای علت‌یابی بررسی شود. نتایج این بررسی ممکن است (اما نه ضرورتاً) منجر به کالیبراسیون مجدد دستگاه شود.
- ب-۴ در غیاب الزامات صریح تعیین شده در روش آزمون، تناوب آزمون QC به بحرانی بودن کیفیت مورد آزمون، ثبات روش آزمون و الزامات مورد نیاز بستگی دارد. توصیه می‌شود به‌طور کلی یک نمونه QC در هر روز آزمون و با نمونه‌های روزمره آنالیز شود. هنگامی که تعداد زیادی از نمونه‌ها به طور روزمره آنالیز شوند، توصیه می‌شود تناوب QC افزایش یابد. با وجود این، هنگامی که اثبات شود آزمون تحت کنترل آماری بودن است، ممکن است تناوب آزمون QC کاهش یابد. توصیه می‌شود برای اطمینان از کنترل داده‌ها، دقت نمونه QC با دقت روش ASTM به‌صورت دوره‌ای بررسی شود.
- ب-۵ توصیه می‌شود که در صورت امکان نوع نمونه QC که به طور منظم آزمون می‌شود، نماینده‌ای از نمونه‌هایی باشد که به‌طور روزمره آزمون می‌شوند. توصیه می‌شود منبع بزرگی از مواد نمونه QC برای استفاده مورد نظر در دسترس باشد و تحت شرایط نگه‌داری مورد انتظار پایدار باشند.
- ب-۶ استاندارد ASTM D 6299 را برای راهنمایی بیشتر در مورد QC و روش‌های نموداری کنترل ببینید.