

4 اصل روش آزمون

ماده مورد آزمون باید در جریان هوای خشک حرارت داده شود و گازها در محلول هیدروکسید سدیم M 0,1 موجود در بطری‌های شست‌وشو جذب شوند. سپس مقدار اسید هالوژنه باید با اسیدی کردن محلول با اسید نیتریک، افزودن حجم معینی از محلول نیترات نقره M 0,1 و تیترا کردن برگشتی مقدار اضافی آن با تیوسیانات آمونیوم M 0,1، با استفاده از سولفات آمونیوم فریک به عنوان شناساگر، تعیین شود. یادداشت 1 می‌توان از سایر روش‌های تجزیه‌ای با حداقل دقت مشابه استفاده کرد، اما در صورت بروز اختلاف، باید از روش ارائه شده در این استاندارد استفاده شود. یادداشت 2 اگرچه در این روش تجزیه‌ای هم کلرید هیدروژن و هم برومید هیدروژن شناسایی می‌شوند، مقدار اسید هالوژنه به گونه‌ای گزارش می‌شود که گویی تمام اسید هالوژنه، کلرید هیدروژن است.

5 دستگاه آزمون

5.1 کلیات

دستگاه در شکل‌های 1 تا 5 نشان داده شده است.

مجموعه اجزای تشکیل‌دهنده دستگاه آزمون باید کاملاً آب‌بندی و بدون نشتی باشد. فاصله‌های اتصال بین لوله شیشه کوارتز و بطری اول و نیز بین بطری‌های بعدی باید تا حد امکان کوتاه باشند. برای این اتصالات باید از لوله‌های شیشه‌ای یا لاستیک سیلیکونی استفاده شود. یادداشت 1 در سمت خروجی لوله شیشه کوارتز و تا حد امکان نزدیک به انتهای آن، مجاز است برای کمک به جمع‌آوری میعان‌ات، توده‌ای از پشم سیلیکا قرار داده شود. یادداشت 2 برای افزایش ایمنی، یعنی جلوگیری از برگشت آب به داخل لوله شیشه کوارتز، می‌توان یک بطری خالی سوم، با همان اندازه بطری‌های شست‌وشوی گاز، پیش از بطری‌های شست‌وشوی گاز قرار داد.

5.2 کوره لوله‌ای

طول ناحیه حرارتی کوره باید در محدوده 480 mm تا 620 mm و قطر داخلی آن باید در محدوده 38 mm تا 62 mm باشد. کوره باید به یک سیستم

گرمایش الکتریکی قابل تنظیم مجهز باشد.

5.3 لوله شیشه کوارتز

برای آزمون، یک لوله شیشه کوارتز باید داخل کوره لوله‌ای قرار داده شود. لوله باید تقریباً هم‌مرکز با کوره باشد. لوله باید در برابر اثر گازهای خورنده مقاوم باشد. قطر داخلی لوله باید در محدوده 30 mm تا 46 mm باشد. لوله باید در سمت ورودی کوره به طولی بین 60 mm تا 200 mm و در سمت خروجی به طولی بین 60 mm تا 100 mm بیرون‌زدگی داشته باشد. لقی اولیه باید امکان انبساط حرارتی را فراهم کند. برای اندازه‌گیری طول‌های بیرون‌زدگی، لوله باید به‌عنوان بخشی با قطر اساساً ثابت در نظر گرفته شود. یادداشت قطر خارجی لوله باید با توجه به قطر داخلی کوره لوله‌ای انتخاب شود. پیش از هر آزمون، لوله باید در تمام طول خود با کلسینه‌کردن در دمای تقریبی 950 °C تمیز شود.

5.4 قایق‌های احتراق

قایق احتراق باید از جنس چینی، کوارتز ذوب‌شده یا سنگ صابونی ساخته شده و ابعاد زیر را داشته باشد:

- طول خارجی: در محدوده 45 mm تا 100 mm؛

- عرض خارجی: در محدوده 12 mm تا 30 mm؛

- عمق داخلی: در محدوده 5 mm تا 10 mm

یادداشت ابعاد قایق باید با توجه به قطر داخلی لوله کوارتز انتخاب شود. روش ترجیحی برای واردکردن قایق احتراق به داخل لوله شیشه کوارتز در شکل 1 نشان داده شده است. پیش از هر آزمون، قایق احتراق باید شسته و به مدت 4 h در کوره موفل و در دمای تقریبی 950 °C کلسینه شود؛ سپس باید داخل دسیکاتور قرار گرفته و تا دمای محیط سرد شود. پس از آن، قایق احتراق باید با دقت 0,1 mg وزن شود. این وزن، m1، باید ثبت شود.

5.5 وسایل حباب‌زنی گازها

در خروجی لوله شیشه کوارتز، گازهای تولیدشده باید از دو بطری شست‌وشو عبور داده شوند (شکل 2 را ببینید) که هر یک حداقل حاوی 220 ml محلول هیدروکسید سدیم 0,1 M هستند. برای ایجاد حرکت چرخشی مناسب و جذب مؤثر گازهای احتراق، باید یک همزن مغناطیسی در نخستین بطری

شست و شوی گاز قرار داده شود. لوله های واردشونده به بطری های شست و شو باید در نوک خود حداکثر قطر داخلی 5 mm داشته باشند تا به جذب کمک شود. ارتفاع مایع از بالای انتهای لوله باید در هر بطری (10± 110) mm باشد. یادداشت استفاده از یک بطری شیشه ای استاندارد آزمایشگاهی با قطر داخلی تقریباً 50 mm امکان برآورده کردن این الزام را فراهم می کند.

گاز مورد استفاده برای احتراق باید هوا باشد. دبی هوای وارد شده به لوله شیشه کوارتز باید متناسب با سطح مقطع داخلی واقعی لوله تنظیم شود، به گونه ای که سرعت هوای عبوری از روی نمونه تقریباً

20 ml/mm²/h.

The speed of air shall be regulated by reference to the flow rate of air. The flow rate of air shall be (0,0157 × D²) l/h with a tolerance of ±10 %.

NOTE The derivation of the flow rate of air from the speed of air is:

$$\rho = V \times \frac{\pi D^2}{4}$$

where

D is the internal diameter of the tube (mm);

ρ is the flow rate of air (ml/h);

V is the speed of air (ml/mm²/h).

تأمین هوای ورودی باید با استفاده از یک شیر سوزنی تنظیم و کنترل شود و دبی جریان با فلومتر دارای محدوده مناسب پایش شود. هوای تأمین شده باید با استفاده از یکی از روش های زیر انتخاب شود:

روش 1

در این روش از هوای مصنوعی یا هوای فشرده موجود در کپسول استفاده می شود. هوا باید از سمت ورودی لوله شیشه کوارتز وارد شود (شکل 3 را ببینید).

روش 2

در این روش از هوای فشرده آزمایشگاه استفاده می شود. هوا باید از سمت ورودی لوله شیشه کوارتز وارد شده و فیلتر و خشک شود (شکل 4 را ببینید).

روش 3

در این روش از هوای محیط آزمایشگاه استفاده می شود. هوا باید فیلتر و خشک شود. در این حالت، مخلوط هوا و گاز احتراق باید به وسیله یک پمپ مکش شود. (شکل 5 را ببینید).

5.7 ترازوی تحلیلی

ترازو باید دارای دقت $\pm 0,1 \text{ mg}$ باشد.

5.8 ظروف شیشه ای آزمایشگاهی

برای تیتراژ کردن، ظروف شیشه ای آزمایشگاهی زیر باید در دسترس باشند:

- پیپت 20 ml؛
- پیپت 100 ml؛
- بالن حجمی یک خطه مطابق ISO 1042 با ظرفیت 1000 ml؛
- ارلن با ظرفیت 250 ml تا 500 ml؛
- بورت مطابق ISO 385-1.

5.9 مواد شیمیایی

برای تجزیه باید از مواد شیمیایی با کیفیت تحلیلی شناخته شده استفاده شود. آب دمنیرالیزه یا مقطر باید حداقل دارای خلوص Grade 3 مطابق ISO 3696 باشد.

(a) اسید نیتریک غلیظ: حدود 65 %، با چگالی نسبی ρ تقریباً برابر با 1,40 g/ml؛

(b) اسید نیتریک، تقریباً 6 M؛

(c) نیترات نقره 0,1 M؛

(d) نیتروبنزن، تولوئن یا ایزوآمیل الکل؛

(e) محلول تقریباً 40 درصد وزنی/حجمی سولفات آمونیوم فریک؛

(f) محلول تیوسیانات آمونیوم 0,1 M.

هشدار نیتروبنزن بسیار سمی محسوب می شود. تولوئن یا ایزوآمیل الکل گزینه های ایمن تری هستند.

6 نمونه آزمون

6.1 کلیات

دو نمونه آزمون، که هر یک شامل (250 ± 750) mg از ماده مورد آزمون هستند، باید آماده شوند. هر نمونه آزمون باید از نمونه ای نماینده از ماده برداشته شود. هر نمونه آزمون باید به تعدادی قطعه کوچک تر بریده شود. یادداشت قطعاتی با حداکثر بُعد 3 mm مناسب تشخیص داده شده اند.

6.2 آماده سازی نمونه آزمون

نمونه های آزمون آماده شده باید حداقل به مدت 16 h در دمای $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ و رطوبت نسبی $(50 \pm 5) \%$ آماده سازی شوند.

6.3 جرم نمونه آزمون

قایقک احتراق را با دقت 0,1 mg وزن کنید (بند 5.4 را ببینید). پس از آماده سازی، نمونه آزمون را داخل قایقک احتراق قرار داده و به طور یکنواخت در کف قایقک پخش کنید؛ سپس قایقک را با دقت 0,1 mg وزن کنید. وزن (m_2) باید ثبت شود. جرم m نمونه آزمون باید به صورت زیر محاسبه شود:

$$m = m_2 - m_1$$

where

m is the mass of the test specimen in grams;

m_1 is the mass of the combustion boat in grams;

m_2 is the mass of the combustion boat with the test specimen, in grams.

NOTE Modern weighing equipment with suitable automatic zeroing could allow direct measurement of m .

7 روش آزمون

7.1 کلیات

روش آزمون و تعیین مقدار باید برای هر نمونه آزمون انجام شود.

7.2 دستگاه و آرایش آزمون

روش آزمون تعریف شده در این بند باید با استفاده از دستگاه شرح داده شده در بند 5 انجام شود.

7.3 روش گرمایش

7.3.1 تعیین برنامه گرمایش

قایقک احتراق خالی باید داخل لوله شیشه کوارتز قرار داده شده و تقریباً در مرکز کوره لوله ای جای گذاری شود. دبی هوا باید با استفاده از شیر سوزنی تا مقدار مشخص شده در 5.6 تنظیم شده و در طول تعیین برنامه ثابت نگه داشته شود. یک ترموکوپل یا وسیله مناسب دیگری برای اندازه گیری دما، که به طور مناسب در برابر خوردگی محافظت شده است، در محل نمونه داخل قایقک احتراق خالی قرار دهید. قایقک احتراق باید طی مدت (5 ± 40) min با نرخ گرمایش تقریباً یکنواخت حرارت داده شود تا دمای ثبت شده توسط ترموکوپل به $(10 \pm 800)^\circ\text{C}$ برسد؛ پس از آن باید این دما به مدت (1 ± 20) min حفظ شود.

بر اساس این روش، برنامه گرمایشی را تعیین کنید؛ به گونه ای که دستیابی به نرخ گرمایش و دمای مورد نیاز نمونه آزمون تضمین شود.

7.3.2 روش گرمایش نمونه آزمون

قایقک احتراق حاوی نمونه آزمون باید داخل لوله شیشه کوارتز قرار داده شده و تقریباً در مرکز کوره لوله ای جای گذاری شود.

دبی هوا باید با استفاده از شیر سوزنی تا مقدار مشخص شده در 5.6 تنظیم شده و در طول آزمون ثابت نگه داشته شود. نمونه آزمون باید با استفاده از برنامه گرمایشی تعیین شده در 7.3.1 حرارت داده شود.

هشدار اپراتور باید اقدامات احتیاطی لازم، مانند استفاده از محافظ چشم و لباس محافظ مناسب، را رعایت کند؛ زیرا برخی مواد به سرعت مشتعل می شوند و می توانند موجب «پس زدگی» گازهای داغ شوند. همچنین باید برای جلوگیری از افزایش بیش از حد فشار در سیستم و فراهم کردن امکان تخلیه گازهای خروجی دقت شود. راهنمای جلوگیری از «پس زدگی» در یادداشت 2 بند 5.1 ارائه شده است.

7.4 روش شست و شو

پس از انجام روش گرمایش، تمام بطری های مورد استفاده باید جدا شده و محتویات آن ها به داخل یک بالن حجمی 1 000 ml شسته شود. با استفاده از آب مقطر یا دمینرالیزه، بطری ها، اتصالات و پس از سرد شدن، انتهای لوله شیشه کوارتز، شامل پشم سیلیکا در صورت استفاده، نیز باید به داخل بالن شسته شوند و حجم محتویات به 1 000 ml رسانده شود.

7.5 تعیین مقدار اسید هالوژنه

7.5.1 آزمون شاهد

پیش از انجام آزمون روی نمونه آزمون، باید یک آزمون شاهد با استفاده از روش آزمون ارائه شده در 7.3.2، اما بدون نمونه آزمون در قایقک احتراق، انجام شود.

پس از سرد شدن تا دمای محیط، 200 ml از محلول باید با استفاده از یک پیپت مناسب داخل ارلن اندازه گیری شود و مواد شیمیایی زیر به ترتیب افزوده شوند:

(a) تقریباً 4 ml اسید نیتریک غلیظ؛

(b) 20 ml نیترات نقره 0,1 M، اندازه گیری شده با پیپت؛

(c) تقریباً 3 ml از یکی از مواد نیتروبنزن، تولوئن یا ایزوآمیل الکل.

محتویات باید به خوبی تکان داده شوند تا تجمع و پوشش هالید نقره تشکیل شده در اثر واکنش حاصل شود. سپس باید 1 ml محلول آبی 40 % (وزنی/حجمی) سولفات آمونیوم فریک، حاوی چند قطره اسید نیتریک M 6، افزوده و کل محتویات با یکدیگر مخلوط شوند. سپس محلول باید با محلول تیوسیانات آمونیوم M 0,1 و با استفاده از بورت تیترا شود و کل محتویات به شدت تکان داده یا هم زده شوند. نقطه پایانی، نقطه پایانی قرمز تیترا کردن است. حجم B محلول تیوسیانات آمونیوم M 0,1 باید ثبت شود. یادداشت توصیه می شود آزمون شاهد پیش از هر کارزار آزمون و هر زمان که استفاده از یک دسته جدید محلول هیدروکسید سدیم، محلول نیترا نقره، محلول تیوسیانات آمونیوم یا آب مقطر یا دمنرالیزه آغاز می شود، انجام شود.

7.5.2 آزمون ماده

روش آزمون ارائه شده در 7.3.2 باید با وجود نمونه آزمون در قایق احتراق انجام شود. پس از سرد شدن تا دمای محیط، 200 ml از محلول باید با استفاده از یک پیپت مناسب داخل ارلن اندازه گیری شود و مواد شیمیایی زیر به ترتیب افزوده شوند:

(a) تقریباً 4 ml اسید نیتریک غلیظ؛

(b) 20 ml نیترا نقره M 0,1، اندازه گیری شده با پیپت؛

(c) تقریباً 3 ml از یکی از مواد نیتروبنزن، تولوئن یا ایزوآمیل الکل.

محتویات باید به خوبی تکان داده شوند تا تجمع و پوشش هالید نقره تشکیل شده در اثر واکنش حاصل شود.

سپس باید 1 ml محلول آبی 40 % (وزنی/حجمی) سولفات آمونیوم فریک، حاوی چند قطره اسید نیتریک M 6، افزوده و کل محتویات با یکدیگر مخلوط شوند. سپس محلول باید با محلول تیوسیانات آمونیوم M 0,1 و با استفاده از بورت تیترا شود و کل محتویات به شدت تکان داده یا هم زده شوند. نقطه پایانی، نقطه پایانی قرمز تیترا کردن است. حجم A محلول تیوسیانات آمونیوم M 0,1 باید ثبت شود.

7.5.3 محاسبه مقدار اسید هالورنه

مقدار اسید هالورنه، بیان شده بر حسب میلی گرم اسید هیدروکلریک بر گرم نمونه آزمون برداشته شده، باید مطابق فرمول زیر تعیین شود:

$$C = \frac{\left(36,5 (B - A) M \times \frac{1\,000}{200} \right)}{m}$$

که در آن
A حجم برحسب ml محلول تیوسیانات آمونیوم M 0,1 مصرف شده در تعیین نمونه آزمون است؛
B حجم برحسب ml محلول تیوسیانات آمونیوم M 0,1 مصرف شده در تعیین آزمون شاهد است؛
C مقدار اسید هالوژنه، بیان شده برحسب میلی گرم اسید هیدروکلریک بر گرم نمونه آزمون، است؛
m جرم نمونه آزمون برداشته شده برحسب گرم است؛
M مولاریته محلول تیوسیانات آمونیوم است؛
36,5 جرم مولی کلرید هیدروژن است.

8 ارزیابی نتایج آزمون

مقدار گاز اسید هالوژنه ماده، C_m ، باید به عنوان میانگین تعیین مقدار دو نمونه آزمون در نظر گرفته شود.
مقادیر منفرد، در صورتی که مقدار گاز اسید هالوژنه $5 \text{ mg/g} \leq$ باشد، نباید بیش از $\pm 10\%$ با میانگین اختلاف داشته باشند.
چنانچه مقدار اسید هالوژنه کمتر از 5 mg/g باشد، مقدار $C = 5$ ثبت شود.



دستگاه آزمون مقدار گاز اسید هالوژنه مطابق IEC 60754-1

- تایمر دیجیتال
- فلومتر
- کنترلر دمای PID
- حساسیت بالا در دمای زیاد
- دارای نگهدارنده‌های نمونه
- پوشش رنگ پودری الکترواستاتیک
- ولتاژ کاری: 220V, 50 Hz.
- pH متر و هدایت سنج (اختیاری)
- تفکیک پذیری (pH متر): 0.1
- ترازوی دقیق (± 0.1 mg-220g (اختیاری)
- طول ناحیه گرمایش 480mm
- قطر داخلی لوله کوارتز 36 mm
- تفکیک پذیری (هدایت سنج): 1
- لوله کوارتز

- پیپت 20 ml
- بالن حجمی با ظرفیت 1000 ml
- پیپت 100 ml
- مواد شیمیایی included نیستند
- بورت مطابق ISO 385-1
- بطری‌های شست‌وشو با ظرفیت حداقل 220 ml
- ارلن با ظرفیت 250 ml تا 500 ml
- نگهدارنده کشویی نمونه برای قراردادی آسان نمونه درون لوله
- قایق نمونه آلومینا