ISIRI

8394

1 St- Edition

جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد وتحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

استاندارد ملی ایران

۸۳۹۴

چاپ اول

سدیم هیپوکلریت – مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی – ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

Sodium hypochlorite for treatment of water intended for human consumption – Specification and test method

نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج ـ شهر صنعتی، صندوق پستی ۱۶۳-۳۱۵۸۵
دفتر مرکزی : تهران ـ ضلع جنوبی میدان ونک، صندوق پستی ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵
تلفن مؤسسه در کرج: ۸-۲۸۰۶۰۳۱-۰۲۶۱
تلفن مؤسسه در تهران: ۵-۸۸۷۹۴۶۱-۰۲۱
دورنگار: کرج ۲۸۰۸۱۱۴-۰۲۶۱ ـ تهران ۸۸۸۷۱۰۳ - ۸۸۸۷۰۸۰ – ۰۲۱
بخش فروش ـ تلفن: ۲۸۰۷۰۴۵-۰۲۶۱ دورنگار: ۲۸۰۷۰۴۵-۰۲۶۱
پیام نگار: Standard @ isiri.or.ir
بهاء: ۴۰۰۰ ریال

	Headquarters :	Institute Of Standards And Industrial Research Of Iran
	P.O.Box:	31585-163 Karaj – IRAN
	Tel:	0098 261 2806031-8
	Fax:	0098 261 2808114
	Central Office :	Southern corner of Vanak square, Tehran
	P.O.Box:	14155-6139 Tehran-IRAN
	Tel:	0098 21 8879461-5
	Fax:	0098 21 8887080, 8887103
	Email:	Standard @ isiri.or.ir
	Price:	4000 RLS

« بسمه تعالی»

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحبنظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی واقتصادی آگاه ومرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی وبا توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان ،مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد.پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع واعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات وپیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح ودر صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بـررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ ومنتشرمی گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن تـوجه به شرایط کلی ونیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهـای بین المـللی استفـاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی وعمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندکان سیستم های مدیریت کیفیت ومدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها ، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون تدوین استاندارد سدیم هیپوکلریت – مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی – ویژگیها و روشهای آزمون

رئیس	**سمت یا نمایندگی**
منصوری، یعقوب (دکترای شیمی)	هیات علمی دانشگاه محقق اردبیلی
اعضا:	
اصلانی، سعید (لیسانس مهندسی شیمی)	پارک علمی و فنآوری استان آذربایجانشرقی
اللهوردی زاده، محمود (لیسانس شیمی کاربردی)	شرکت طراوت
زارعی، چنگیز (لیسانس شیمی کاربردی)	شرکت پتروشیمی تبریز
کاظمیان، نعیمه (لیسانس شیمی کاربردی)	شرکت آب و فاضلاب تبریز
عمرانی خواه، جلیل (فوق لیسانس شیمی)	شرکت کلر پارس
میرزا زاده، احمد (دکترای داروسازی)	معاونت غذا و داروی استان آذربایجانشرقی
دبیر :	
سپاس حکم آبادی،غلامرضا (فوق لیسانس مهندسی شیمی)	اداره کل استاندارد وتحقیقات صنعتی آذربایجانشرقی

اعضای شرکت کننده در سیصد و هفتاد و هفتمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۴/۸/۲۴

رئیس	سمت یا نمایندگی
رفوئی، محمدکاظم (دکتری شیمی تجزیه)	دانشگاه تربیت معلم
اعضا	
حاجی نوروزی، فاطمه (لیسانس شیمی)	مرکز تحقیقات وزارت کار
رحمتی ، رحیم (لیسانس شیمی)	شرکت نیرو کلر
سالاروند ، زهره (فوق لیسانس شیمی)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
سپاس حکم آبادی، غلامرضا (لیسانس شیمی)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی آذربایجان شرقی
عمرانی خواه ، جلیل (فوق لیسانس شیمی)	شرکت کلر پارس
ملکان ، پونه (لیسانس شیمی)	شرکت آب و فاضلاب تهران
مهدوی ، آذر (کمک کارشناس)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
دبیر	
فتحی رشتی، ام‌البنین (لیسانس شیمی)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

پیشگفتار

استاندارد **"سدیم هیپوکلریت – مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی – ویژگیها و روشهای آزمون"** که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوطه تهیه و تدوین شده و در **سیصدوهفتادوهفتمین** اجلاسیه کمیته ملی استاندارد **شیمیایی و پلیمر** مورخ **۸٤/۸/۲٤** مورد تصویب قرار گرفته است اینک به استناد بند یک ماده سه قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه۱۳۷۱ بعنوان 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 خواهدشد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارایه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوطه مورد توجه قرار خواهدگرفت . بنا براین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید از آخرین تجدیدنظر آنها بهره گیری کرد.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، درحدامکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منابع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد بکار رفته به شرح زیر است:

DIN EN 901: 2000 Chemicals for treatment of water intended for human consumption – Sodium hypochlorite

سدیم هیپوکلریت ـ مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی ـ

ویژگیها و روشهای آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین ویژگیها، نمونه برداری، روشهای آزمون، بسته بندی، انبارداری و نشانه گذاری سدیم هیپوکلریت می باشد.

این استاندارد برای سدیم هیپوکلریت مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزیی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و / یا تجدید نظر، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و / یا تجدید نظر، آخرین چاپ و / یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است :

۲ ـ ۱ استاندارد ملی ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه ـ ویژگیها و روشهای آزمون

2-2 ISO 3165, Sampling of chemical products for industrial use –Safety in sampling.

2-3 ISO 5666: 1999, Water quality-Determination of mercury.
2-4 ISO 6206, Chemical products for industrial use- Sampling- Vocabulary.
2-5 ISO 8288, Water quality- Determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead_ flame atomic absorption spectrometric methods.
2-6 ISO 9174, Water quality- Determination of total chromium- Atomic absorption spectrometric methods.

۳ اصطلاحات و تعاریف

۳ـ۱ کلر فعال

کلر فعال میزان قدرت اکسیدکنندگی کلر موجود بصورت هیپوکلریت می باشد.

۴ درجه بندی

در ایـن استاندارد سدیم هیپوکلریت از نظر مقدار فلزات سنگین طبق جدول شماره ۲ به دو درجه یک و دو درجه بندی شده است .

۵ خواص فیزیکی و شیمیایی

۵-۱ خواص فیزیکی

خواص فیزیکی سدیم هیپوکلریت در جدول شماره ۱ بیان شده است.

جدول ۱ ـ خواص فیزیکی

ردیف	ویژگی یا مشخصه	محدوده
۱	شکل ظاهری	محلول شفاف
۲	رنگ	زرد مایل به سبز
۳	بو	بوی خفیف کلر
٤	دانسیته در ^{o} ۲۰ سلسیوس	۱/۱۳ ـ ۱/۲۸ گرم بر میلی لیتر
٥	حلالیت در آب	به هر نسبت
٦	فشار بخار در ^{o}۲۰ سلسیوس	۲/٥ کیلو پاسکال
۷	نقطه جوش در فشار ۱ بار	اطلاق ناپذیر
۸	نقطه شروع انجماد	^{o}۱۷ ـ سلسیوس
۹	نقطه تبلور	بین ^{o}۲۰ ـ و ^{o}۳۰ ـ سلسیوس
۱۰	گرمای ویژه برای محلول با غلظت کلرفعال بین ١٤ تا ۱٥ درصد جرمی	۳/٤۸ KJ /(Kg.K)
۱۱	ویسکوزیته دینامیک در ^{o}۲۰ سلسیوس	۲/٦ mPa.s
۱۲	دمای بحرانی	اطلاق ناپذیر
۱۳	فشار بحرانی	اطلاق ناپذیر
١٤	سختی فیزیکی	اطلاق ناپذیر

۲ـ۵ خواص شیمیایی

سدیم هیپوکلریت ماده شیمیایی با فرمول NaClO است که به آن آب ژاول نیز گفته می شود و بصورت محلول با غلظت کلر فعال تا ۱۵ درصد جرمی عرضه می شود.

ایـن فرآورده یک محلول قلیایی است و pH آن در دمای °۲۰سلسیوس بیشتر از ۱۱ می باشد و با اسیدها و نمک های اسیدی واکنش داده و کلر تشکیل می شود.

سدیم هیپوکلریت یک اکسیدکننده قوی است و با مواد احیاکننده به شدت واکنش می دهد

$$ClO^- + 2H^+ + 2e^- \longrightarrow Cl^- + H_2O \qquad E_{Red}(ClO^-) = 0.89\ V$$

۶ ویژگیها

۶ـ۱ خلوص

محـدوده داده شـده بـرای ناخالصـی هـا و مواد سمی به مقدار زیادی به مواد خام و فرایند تولید بسـتگی دارد. هر تغییری در مواد خام یا فرآیند تولید که منجر به محصولات جانبی بشود، بایستی به مصرف کننده اطلاع داده شود.

سـدیم هیپوکلریـت معمـولاً بـه صورت محلول و با غلظت تا ۱٦۰ گرم کلر فعال در لیتر در زمان تحویل عرضه می شود.

برای اندازه گیری مقدار کلر فعال مطابق بند ۸-۱ عمل کنید.

۶ـ۲ ناخالصی ها

مقـدار سـدیم کلـرات در زمـان تحویـل نـباید بیشتر از ٥/٤ درصد جرمی/جرمی کلر فعال باشد. محلول سدیم هیپوکلریت باید عاری از ذرات معلق و رسوب باشد.

یادآوری ـ سدیم کلرات یک ناخالصی است که درفرایند تـــولید و یا در زمان انبـــارداری تشکیل می شود (بند ۱۱ را ملاحظه کنید)

برای اندازه گیری مقدار سدیم کلرات در نمونه مطابق بند ۸-۲ عمل کنید.

۶ـ۳ فلزات سنگین

مقدار فلزات سنگین باید مطابق مقادیر مشخص شده در جدول ۲ باشد.

جدول ۲ ـ مقدار فلزات سنگین

ردیف	عنصر	حدود قابل قبول بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم کلر فعال		روش آزمون
		درجه ۱	درجه ۲	
۱	آرسنیک (As) بیشینه	۱	۵	بند ۸-۳
۲	کادمیوم (Cd) بیشینه	۲/۵	۵	بند ۸-۳
۳	کروم (Cr) بیشینه	۲/۵	۵	بند ۸-۳
٤	جیوه (Hg) بیشینه	۳/۵	۵	بند ۸-٤
۵	نیکل(Ni) بیشینه	۲/۵	۱۰	بند ۸-۳
٦	سرب (Pb) بیشینه	۱۵	۱۵	بند ۸-۳
۷	آنتیموان (Sb) بیشینه	۲۰	۲۵	بند ۸-۳
۸	سلنیوم (Se) بیشینه	۲۰	۲۵	بند ۸-۳

۷ نمونه برداری

برای نمونه برداری توصیه های عمومی استاندارد مرجع بند ۲ـ۲ را رعایت کنید و استاندارد مرجع بند ۲ـ٤ را در نظر بگیرید.

۷-۱ نمونه برداری از بشکه و بطری

محتویات ظرف مورد نظر را با تکان دادن، چرخاندن یا برگرداندن مخلوط نمائید.

سطح مایع را بررسی کنید اگر درسطح آلودگی مشاهده شد، نمونه برداری را از سطح طبق بند ۷-۱-۱ انجام دهید. در غیر اینصورت نمونه برداری را طبق بند ۷-۱-۲ انجام دهید.

۷ ـ۱ـ۱ نمونه برداری از سطح

نمونه برداری را با استفاده از یک ملاقه (آبگردان) مناسب انجام دهید. ته ملاقه را داخل مایع کنید تـا لبه آن کاملاً زیر سطح باشد سپس لایه سطحی را بداخل آن برانید، قبل از پر شدن کامل ملاقه را بـیرون بکشید و اجازه دهید مایع چسبیده به ملاقه بریزد. از کل ظروف انتخابی به روشی مشابه نمونـه بـرداری کنید، در صورت لزوم این عمل را بقدری تکرار کنید تا حجم کل نمونه مورد نیاز برای انجام آزمونها حاصل شود.

۷ـ۱ـ۲ نمونه برداری از ته

نمونه را با استفاده از یک لوله نمونه برداری باز یا لوله نمونه برداری ته شیردار انجام دهید. اندازه لوله باید با اندازه ظرف و مقدار ویسکوزیته مایع متناسب باشد.

هنگام استفاده از لوله نمونه برداری باز، سر آن را بسته و سپس ته آن را تا ته ظرف پائین بدهید. سر لوله را باز کرده و آن را به سرعت حرکت دهید طوریکه قبل از پر شدن، ته آن در ته ظرف پس و پیش برود. سر لوله را بسته و از ظرف بیرون بکشید و اجازه دهید مایع چسبیده به بیرون لوله، ریخته شود.

هنگام استفاده از لوله نمونه برداری ته شیردار، قبل از پائین دادن لوله در داخل ظرف، شیر را ببندید و سپس به همان روش استفاده از لوله نمونه برداری باز، عمل کنید.

۷ـ۲ نمونه برداری از تانک ها و تانکرها

از هر نقطه ممکن، بصورت زیر نمونه برداری کنید:

الف) از سطح مایع، طبق ۷-۱-۱ با استفاده از ملاقه

ب) از ته تانک ها یا تانکرها،طبق بند ۷-۱-۲ با استفاده ار لوله نمونه برداری یا با استفاده از وسیله مخصوص برای نمونه برداری از ته

پ) از یک یا چند موقعیت بین ته و سطح ، بسته به عمق کل، با استفاده از قوطی نمونه برداری وزین

۸ روشهای آزمون

۸-۱ اندازه گیری مقدار کلر فعال(محصول اصلی)

این روش برای فرآورده هایی با مقدار کلر فعال بین ۷۰ تا ۱۷۰ گرم در لیتر بکار می رود.

۸-۱-۱ اساس روش

سدیم هیپوکلریت با پتاسیم یدید واکنش داده و در حضور استیک اسید ید آزاد می شود . ید توسط محلول سدیم تیوسولفات استاندارد و در حضور شناساگر نشاسته تیتر می شود.

۸-۱-۲ مواد لازم

کلیه مواد شیمیایی مورد استفاده باید با درجه خلوص تجزیه ای و آب مورد مصرف بایدطبق استاندارد مرجع بند ۲ـ۱ و از نوع درجه ۳ باشد.

۸-۱-۲-۱ پتاسیم یدید خالص

۸-۱-۲-۲ استیک اسید غلیظ، با خلوص حداقل ۹۹ درصد جرمی

۸-۱-۲-۳ محلول هیدروکلریدریک اسید یک به یک

۸-۱-۲-٤ محلول استاندارد سدیم تیوسولفات ۰/۱مول در لیتر

۲٤/۸ گرم تیوسولفات سدیم ۵ آبه را در آب حل کرده ۰/۵ میلی لیتر کلرفرم (بعنوان نگهدارنده) به آن اضافه کنید سپس آنرا به یک بالن حجمی یک لیتری منتقل کرده به حجم برسانید و خوب هم بزنید.

برای استاندارد کردن به روش زیر عمل کنید :

مقدار۱۰±۱٦۰ میلی گرم استاندارد اولیه پتاسیم دی کرومات را با دقت ۰/۱ میلی گرم وزن کرده و به یک ارلن ۵۰۰ میلی لیتری منتقل کنید. ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر و ۰/۵±۲ گرم پتاسیم یدید (۸-۱-۲-۱) افزوده وهم بزنید تا حل شود. ۱+۱۵ میلی لیتر محلول اسید کلریدریک اضافه کرده و هم بزنید. بگذارید ۵ دقیقه بماند. سپس تیتراسیون را با محلول سدیم تیوسولفات تهیه شده تا ایجاد زرد کم رنگ ادامه داده و سپس حدود ۱ میلی لیتر محلول نشاسته اضافه کرده و تا از بین رفتن رنگ آبی تیتر کنید. حجم مصرفی محلول تیوسولفات را ثبت کنید(V). غلظت محلول تیوسولفات سدیم استاندارد (C) بر حسب مول در لیتر از معادله زیر بدست می آید :

$$C = \frac{m}{۴۹/۰۳۱۷ * V}$$

که در آن :

m= جرم پتاسیم دی کرومات بر حسب میلی گرم

V= حجم محلول سدیم تیوسولفات مصرف شده بر حسب میلی لیتر

۸-۱-۲-۵ محلول شناساگر نشاسته یک درصد جرمی

مقدار ۰/۱± ۱ گرم نشاسته و۱± ۵ میلی لیتر آب را مخلوط کنید . ۵±۹۰ میلی لیتر آب جوشان را به آن اضافه کرده و هم بزنید تا حل شود و سپس محلول را سرد کنید. برای جلوگیری از تجزیه نشاسته، آن را در یخچال نگهداری کنید و در این صورت تا یک هفته قابل مصرف است.

۸-۱-۳ وسایل لازم

شیشه آلات و وسایل معمول آزمایشگاهی

۸-۱-۴ روش آزمون

حدود ۱۰/۰ گرم از نمونه آزمایشگاهی را توزین و به یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کرده و حدود ۱۰۰ میلی لیتری آب اضافه کنید. سپس ۰/۱±۱ گرم پتاسیم یدید (۸-۱-۲-۱) و۵ میلی لیتر

اسید استیک غلیظ به آن اضافه کنید. بلافاصله آن را با محلول سدیم تیوسولفات استاندارد تا ظهور زرد کم رنگ تیتر کنید . سپس ۱ میلی لیتر محلول شناساگر نشاسته(۸-۱-۲-۵) اضافه کرده و تیتراسیون را تا از بین رفتن رنگ آبی ادامه دهید. حجم محلول سدیم تیوسولفات استاندارد مصرف شده را ثبت کنید.(V_1).

۸-۱-۵ بیان نتایج

مقدار کلر فعال بر حسب درصد جرمی از معادله زیر محاسبه می شود :

$$C_1 = \frac{۳/۵٤۵ * V_1 * C}{m}$$

که در آن :

V_1= حجم محلول سدیم تیوسولفات استاندارد مصرف شده برای تیتراسیون بر حسب میلی لیتر

C= غلظت محلول سدیم تیوسولفات استاندارد بر حسب مول در لیتر

۳/۵٤۵ = جرم کلر فعال بر حسب میلی گرم معادل یک میلی لیتر محلول سدیم تیوسولفات ۰/۱۰۰ مول بر لیتر

m = جرم نمونه بر حسب گرم

۸- ۲ تعیین مقدار سدیم کلرات ($NaClO_3$)

۸-۲-۱ اساس روش

ایـن روش بـرای تعییـن مقـدار کلـرات در محدوده بین ۳/۷۵ تا ۱۵ گرم در لیتر، در محلول های سـدیم هیپوکلریت تجاری استفاده می شود. در این آزمون یون کلرات در محلول رقیق شده سدیم هیپوکلریت بطور مستقیم به روش کروماتوگرافی یونی تعیین می شود.

یاد آوری ـ منحنی کالیبراسیون برای غلظت یون کلرات بین ۳/۷۵ و ۱۵ میلی گرم در لیترخطی می باشد.

۸-۲-۲ مواد لازم

کلیه مواد شیمیایی مورد استفاده باید با درجه خلوص تجزیه ای باشند و آب مورد مصرف نیز باید مطابق استاندارد مرجع بند ۲ـ۱ از نوع درجه ۳ باشد.

۸-۲-۲-۱ محلول سدیم کربنات و سدیم هیدروژن کربنات بعنوان محلول شستشو

یـک حجـم محلول سدیم کربنات ۲ مول در لیتر را با یک حجم محلول سدیم هیدروژن کربنات ۰/۷۵ مول در لیتر مخلوط کنید.

۸-۲-۲-۲ محلول سولفوریک اسید ۰/۰۲۵ مول در لیتر بعنوان محلول بازیابی

۸-۲-۲-۳ گاز هلیوم،با درجه خلوص بالا، برای گاززدایی محلول های شستشو و باز یابی

۸-۲-۲-٤ آب فوق خالص با هدایت ۰/۰٥٦ میکروزیمنس بر سانتی متر

۸-۲-۲-٥ محلول استاندارد ذخیره سدیم کلرات- یک گرم (ClO_3^-) در لیتر

مقدار ۰/۲٥٥ گرم سدیم کلرات($NaClO_3$)را با دقت ۰/۰۰۰۱ گرم وزن کرده و در ۲۰۰ میلی لیتر آب فوق خالص حل کنید.

۸-۲-۳ وسایل لازم

شیشه آلات و دستگاههای معمول آزمایشگاهی به همراه موارد زیر :

۸-۲-۳-۱ دستگاه کروماتوگرافی یونی

۸-۲-۳-۲ آشکار ساز هدایت سنجی

۸-۲-۳-۳ ستون آنیونی و پیش ستون

رزیـن بـا ترکیبی از ۱٥ میکرومتر سوبسترای پلی استـــایرن / دی وینیل بنزن با لاتکس تعویض کننده آنیونی که آمین دار است.

۸-۲-۳-٤ خروجی برای ثبت ونمایش داده ها به شکل نمودار لگاریتمی باشد.

۸-۲-۴ شرایط کروماتوگرافی

۸-۲-٤-۱ سرعت جریان شویش : ۲ میلی لیتر در دقیقه

۸-۲-٤-۲ سرعت جریان بازیابی : ۲/۵ میلی لیتر در دقیقه

۸-۲-٤-۳ مقیاس کل هدایت سنجی : ۳۰ میلی زیمنس

۸-۲-٤-٤ هدایت سنجی : کمتر از ۱۸ میلی زیمنس

۸-۲-٤-۵ محدوده خطی بودن : ناحیه غلظتی ۱ تا ۱۵ میلی گرم ClO_3^- در لیتر از محلول تزریق شده

۸-۲-۵ شرایط کالیبراسیون :

۸-۲-۵-۱ چهار سطح غلظتی از محلول کالیبراسیون و یک سطح غلظتی شاهد، هر سطح سه بار اندازه گیری می شود.

۸-۲-۶ روش آزمون

۸-۲-٦-۱ تهیه محلولهای کالیبراسیون

محلول های کالیبراسیون سدیم کلرات را از طریق رقیق کردن محلول استاندارد ذخیره سدیم کلرات با محلول شستشو(۸-۲-۲-۱) طبق جدول ۲ تهیه کنید.

جدول ۲ – محلولهای کالیبراسیون برای تعیین مقدار کلرات

محلول	غلظت ClO_3^- برحسب میلی گرم در لیتر
۱	۳/۷۵
۲	۷/۵
۳	۱۱/۲۵
٤	۱۵

۸-۲-٦-۲ تهیه محلول آزمون

محلـول نمونـه (بند ۷)را توسط محلول شستشو(۸-۲-۲-۱)به میزانی رقیق کنید که غلظت ClO_3^- بر حسب میلی گرم در لیتر در محدوده خطی منحنی کالیبراسیون باشد.

۸-۲-٦-۳ اندازه گیری محلول های آزمون و کالیبراسیون

هر محلول کالیبراسیون و محلول شستشو(۸-۲-۲-۱)(بعنوان شاهد) را سه بار اندازه بگیرید . برای هر محلول انحراف استاندارد تکرارپذیری نسبی باید کمتر از ۰/۵ درصد باشد.

هـر محلول آزمون را بطوری رقیق کنید که دو غلظت بدست آمده یکی در قسمت پائین تر منحنی کالیبراسـیون و دیگـری در قسمت بالاتر منحنی کالیبراسیون واقع شود. اندازه گیری هر محلول را بیش از دوبار تکرار کنید تا انحراف استاندارد تکرار پذیری نسبی کمتر از ۰/۵ درصد حفظ شود.

۸-۲-٦-٤ رسم منحنی کالیبراسیون

منحنـی نـتایج بدسـت آمـده از اندازه گیری چهار محلول کالیبراسیون و شاهد را نسبت به غلظت کلرات(ClO_3^-) رسم کنید . با استفاده از منحنی فوق غلظت محلول آزمون را تعیین نمایید(y).

۸-۲-۷ بیان نتایج

مقدار کلرات (ClO_3^-) در محلول نمونه ، C_2، بر حسب درصد جرمی از معادله زیر محاسبه می شود :

$$C_2 = \frac{y * V_۲}{۱۰^۴ * m_۱}$$

که در آن :

y= غلظت بدست آمده از منحنی کالیبراسیون بر حسب میلی گرمClO_3^- در لیتر

V_2= حجم رقیق شده بر حسب میلی لیتر

m_1 = جرم محلول آزمون بر حسب گرم

درصد مقدار سدیم کلرات ($NaClO_3$)، نسبت به درصد جرمی کلر فعال توسط معادله زیر محاسبه می شود :

$$C_3 = \frac{۱۲۷/۵ * C_2}{C_1}$$

که در آن :

C_1= مقدار درصد جرمی کلر فعال

۸-۲-۸ حد تکرار پذیری

تفاوت مطلق بین نتایج دو آزمایش مجزا که تحت شرایط تکرار پذیر بدست آمده، نباید از مقدار تکرار پذیری، r، که از معادله زیر محاسبه می شود، بزرگتر باشد :

$$r = 0.001z$$

که در آن z میانگین دو نتیجه می باشد که بر حسب درصد جرمی بیان می شوند.

یادآوری ـ شرایط تکرار پذیر شرایطی است که از طریق یک روش آزمون بر روی نمونه یکسان در همان آزمایشگاه توسط همان اپراتور و با استفاده از تجهیزات یکسان در زمان متفاوت با فواصل زمانی کوتاه، نتایج آزمون مستقلی بدست آید.

۸-۳ تعیین آنتیموان، آرسنیک، کادمیوم، کروم، سرب، نیکل و سلنیوم

۸-۳-۱ اساس روش

عناصر آرسنیک، آنتیموان، کادمیوم، کروم، سرب، نیکل و سلنیوم به روش اسپکترومتری جذب اتمی اندازه گیری می شوند.

یادآوری – می توان از دستگاه ICP نیز استفاده کرد.

۸-۳-۲ مواد لازم

تمامی مواد شیمیایی مورد استفاده باید با درجه خلوص تجزیه ای و آب مورد مصرف نیز باید مطابق استاندارد مرجع بند ۲ـ۱ باشد.

۸-۳-۲-۱ اسید نیتریک غلیظ، دانسیته برابر ۱/٤۲ گرم بر میلی لیتر

۸-۳-۳ روش آزمون

۸-۳-۳-۱ تهیه محلول آزمون

۲۰ گرم (m_2) از نمونه آزمایشگاهی(بند۷) را با دقت ۰/۰۰۱ گرم در داخل یک بشر وزن کنید. آن را تـا بدسـت آمـدن باقیمانده مرطوب تبخیر و سپس سرد کنید(یادآوری). یک میلی لیتر اسید نیتریک اضافه نمایید. آن را با چند میلی لیتر آب رقیق کنید و به یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و با آب به حجم برسانید.

یادآوری – عمل تبخیر را با دقت انجام دهید و نگذارید نمونه کاملا خشک شود چرا که ممکن است آرسنیک و سلنیوم از محیط خارج شوند.

۸-۳-۳-۲ اندازه گیری کادمیوم، نیکل و سرب

برای اندازه گیری کادمیوم، نیکل و سرب در محلول آزمون(۸-۳-۳-۱)مطابق با روش A استاندارد مرجع بند ۲ـ۵ عمل کنید .

۸-۳-۳-۳ اندازه گیری کروم

برای اندازه گیری کروم مطابق استاندارد مرجع بند۲-٦ عمل کنید .

۸-۳-۳-٤ اندازه گیری آرسنیک، سلنیوم و آنتیموان

بـرای انـدازه گیری آرسنیک، سلنیوم و آنتیموان در محلول آزمون(۸-۳-۳-۱) مطابق با روش داده شده در پیوست ب عمل کنید .

۸-۳-۴ بیان نتایج

با استفاده از نتایج حاصل از اندازه گیری ها طبق بندهای ۸-۳-۳-۲ ، ۸-۳-۳-۳ و ۸-۳-۳-٤

(y)، مقـدار هـر یـک از عناصر کادمیوم، نیکل ، سرب ، کروم ، آرسنیک، سلنیوم و آنتیموان را در نمونه بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم کلر فعال(C_4) از فرمول زیر محاسبه کنید :

$$C_4 = \frac{y * V_3 * ۱۰۰}{m_2 * C_1}$$

که در آن :

C_4= مقدار عنصر مورد اندازه گیری بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم کلر فعال

y= نتیجه بدست آمده از اندازه گیری طبق بندهای ۸-۳-۳-۲ ، ۸-۳-۳-۳ یا ۸-۳-۳-٤ بر حسب میلی گرم در لیتر

V_3= حجم محلول آزمون (بند۸-۳-۳) بر حسب میلی لیتر(که در اینجا ۱۰۰ میلی لیتر می باشد).

m_2 = جرم نمونه برای تهیه محلول آزمون بر حسب گرم

C_1= مقدار کلر فعال(Cl) برحسب درصد جرمی (بند۸-۱-۵)

۸-۴ تعیین مقدار جیوه (Hg)

۸-۴-۱ اساس روش

جیوه به روش اسپکترومتری جذب اتمی مطابق استاندارد مرجع بند ۲ـ۳ اندازه گیری می شود.

۸-۴-۲ مواد لازم

کلـیه مـواد شـیمیایی مـورد مصـرف باید با درجه خلوص تجزیه ای و آب مورد مصرف نیز باید مطابق استاندارد مرجع بند ۲ـ۱ باشد.

۸-٤-۲-۱ محلول پتاسیم پرمنگنات با غلظت ۵۰ گرم در لیتر

۸-٤-۲-۲ اسید سولفوریک غلیظ با دانسیته ۱/۸٤ گرم بر میلی لیتر

۸-٤-۲-۳ هیدروکسیل آمین هیدروکلرید($NH_2OH.HCl$) با غلظت ۱۰۰ گرم در لیتر

۸-٤-۲-٤ محلـول پتاسـیم دی کـرومات بـا غلظـت ٤ گـرم در لیـتر در محلول اسید نیتریک۵۰ درصدحجمی/حجمی

۸-۴-۳ روش آزمون

۸-٤-۳-۱ تهیه محلول آزمون

۱۰ گرم(m_3) از نمونه آزمایشگاهی(بند۷)را با دقت ۰/۰۰۱ گرم در داخل یک بشر وزن کنید به آن حدود ۷۰ میلی لیتر آب اضافه کنید این کار را به آرامی و به دقت انجام دهید تا از پرش محلول به بیرون جلوگیری شود .

آن را به یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب به حجم برسانید(محلول A).

۱۰ میلی لیتر از محلول A را به یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کرده و ٦۰ میلی لیتر آب ، ۲۰ میلی لیتر محلول پتاسیم پرمنگنات(۸-٤-۲-۱) اضافه کنید . ۵ میلی لیتر اسید سولفوریک(۸-٤-۲-۲) را در پنج مرحله به حجم های یک میلی لیتری بیفزایید . آن را به مدت ۱۰ دقیقه بجوشانید سپس اجازه دهید خنک شود. مقداری محلول هیدروکسیل آمونیوم کلرید(۸-٤-۲-۳) اضافه کنید تا رسوب حاصل(MnO_2) حل شود . ۵ میلی لیتر محلول پتاسیم دی کرومات بیافزایید . آن را به یک بالن حجمی۱۰۰ میلی لیتری (V_T) منتقل کرده و با آب به حجم برسانید، سپس آن را خوب هم بزنید .

۸-٤-۳-۲ اندازه گیری

برای اندازه گیری جیوه در محلول آزمون (۸-٤-۳-۱)مطابق پارگراف چهارم بند ۷-۳-۱ استاندارد مرجع بند ۲-۳ عمل کنید .

۸-۴-۴ بیان نتایج

مقدار جیوه (C_5)را برحسب میلی گرم در کیلوگرم کلر فعال توسط معادله زیر محاسبه کنید:

$$C_5 = \frac{y * V_T * 1000}{C_1 * m_3}$$

که در آن :

m_3= جرم نمونه آزمون برحسب گرم

C_1= مقدار کلر فعال بر حسب درصد جرمی (بند۸-۱-۵)

y= غلظت جیوه در محلول آزمون بر حسب میلی گرم در لیتر حاصل از اندازه گیری طبق بند ۸-٤-۳-۲

V_T = حجم محلول آزمون بر حسب میلی لیتر

۹ بسته بندی

محلول سدیم هیپوکلریت باید در ظروف پلاستیکی کاملا دربسته ، خشک و عاری از آلودگی به مواد نفتی ، گرد و خاک و هرگونه مواد خارجی دیگر که سبب تجزیه هیپوکلریت می شود، بسته بندی گردد ، جنس ظروف بسته بندی باید به گونه ای باشد که تاثیری بر کیفیت محلول سدیم هیپوکلریت نداشته باشد. هیچگاه نباید بیش از ۹۵ درصد حجم ظرف از مایع پرگردد.

۱۰ نشانه گذاری

مطالب زیر باید بطور خوانا و با مرکب پاک نشدنی برای مصارف داخلی به زبان فارسی و برای صادرات به زبان انگلیسی و یا زبان کشور خریدار بر روی بسته بندی نوشته شود و همراه محموله بوده و یا برچسب گردد .

۱۰-۱ نام و نشانی تولیدکننده و علامت تجاری

۱۰-۲ نام و درجه فرآورده

۱۰-۳ حجم یا وزن خالص

۱۰-٤ شماره سری ساخت و یا تاریخ تولید

۱۰-۵ عبارت "تماس با اسید باعث آزاد شدن گاز سمی می شود"

۱۰-٦ عبارت " پس از تماس با پوست، بلافاصله با آب فراوان بشوئید"

۱۰-۷ عبارت "ساخت ایران"

۱۰-۸ عبارت "دور از دسترس کودکان نگهداری شود"

۱۰ انبارداری

هیپوکلریت سدیم باید دور از نور مستقیم و بویژه نور خورشید و در اتاق سرد نگهداری شود. به منظور محافظت ظروف فلزی از خوردگی، ظروف فلزی بایدپوشش پلاستیکی یا لاستیکی داشته باشند.

پایداری محصول بطور زیادی به حرارت، نور، pH و وجود یونهای فلزات سنگین بستگی دارد. این محصول به تدریج تجزیه می شود و غلظت کلر فعال کاهش می یابد. تشکیل کلرات نیز محتمل است.

در حضور اسید ها یا نمک های اسیدی گاز کلر ایجاد می شود. و با آمونیاک غلیظ ، نمک های آمونیوم ، مشتقات آن و مشتقات ایزوسیانورات، شدیداً واکنش می دهد و گاز نیتروژن تری کلراید تولید می کند که یک ماده منفجره محسوب می شود.

پیوست الف

(الزامی)

مقررات عمومی مربوط به ایمنی

الف ـ ۱ مقررات برای خرید و فروش و استفاده

تامین کننده باید دستورالعمل های ایمنی رایج را تهیه کند.

الف ـ۲ رویه ها در مواقع اضطراری

الف ـ۲ـ۱ کمکهای اولیه

در صورت تماس محلول هیپوکلریت سدیم با پوست، آن را با آب فراوان بشوئید و لباس آلوده را در بیاورید. در صورت تماس محلول با چشم، آن را بلافاصله برای حداقل ۱۵ دقیقه با آب فراوان بشوئید و حتماً به پزشک مراجعه شود.

الف ـ ۲ـ۲ ریخته شدن

سیال را جمع کرده و به ظروف پلاستیکی منتقل کنید. زمین آلوده یا مواد جذب کننده (شن و غیره) را بخراشید و در ظروف پلاستیک جمع آوری کنید. مواد جمع آوری شده را به داخل لوله فاضلاب تخلیه نکنید بلکه آن رابا آب رقیق کرده و محلول حاصل را با سولفیت سدیم، سولفیت هیدروژن سدیم، پراکسید هیدروژن یا تیوسولفات سدیم احیاء کنید. زباله حاصل باید طبق مقررات محلی حمل شود.

الف ـ۲ـ۳ آتش سوزی

سـدیم هیـپو کلریـت غـیر قابل احتراق است ، اما با آتش خطر فوق العاده ایجاد می کند. ظروف سـدیم هیپوکلریت که در خطر آتش سوزی قرار دارند را با آب سرد کنید.برای اطفائ آتش از آب استفاده کنید .

پیوست ب

(الزامی)

تعیین آرسنیک، آنتیموان و سلنیوم(روش اسپکترومتری جذب اتمی هیدرید)

احتـیاط های ایمنی : آرسنیک، آنتیموان و سلنیوم و هیدرید های آنها سمی هستند. با احتیاط عمل کنید.

ب ۱. اصول عمومی

اسید آرسینوس، اسید آنتیمونیک و اسید سلینوس، حالت های اکسیدی آرسنیک (III) As، آنتیموان (III) Sb و سلنیوم (IV) Se هستند که فوراً توسط واکنشگر سدیم بور هیدرید در محلول اسیدی به هیدرید های فرارشان تبدیل می شوند. این هیدرید ها توسط آرگون یا نیتروژن بطور پیوسته بداخل اتمایزر مناسب دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی پاشیده می شوند و به اتم های فاز گازی تبدیل می شوند. واکنشگر کاهنده سدیم بورهیدرید با تولید سریع هیدرید های عنصری در سل مناسب، رقیق شدن هیدرید ها توسط گاز حامل را به حداقل رسانده و امکان اندازه گیری حساس وسریع آرسنیک، آنتیموان و سلنیوم را فراهم می سازد.

نمونـه بـه ذرات قـابل حـل As, Sb , Se هضم می شود. محلول هضم شده بطور جداگانه برای تعیین As، Sb و Se به حالت های اکسیدی (As(III، (Sb(III و (IV) Se تبدیل می شود.

ب ـ۲ مزاحمت ها

بدلیل اینکه هیدرید های Se,Sb,As از محلول حاوی موادی با پتانیسل مزاحمت بیشتر خارج می شوند لذا مزاحمت ها به حداقل می رسند. هنگامی که زمینه های[1] اسیدی تغییر کنند انحرافات

1. matrix

مختصری در پاسخ رخ می دهد. این انحرافات توسط عمل یکسان بر روی نمونه ها و استانداردها کنترل می شود. غلظت های کم فلزات گرانبها (تقریباً ۱۰۰ میکروگرم در لیتر از Pd, Pt,Au,Ag و غیره)، غلظت های بزرگتر یا مساوی ۱ میلی گرم در لیتر عناصر Pb,Ni,Cu و غلظت های بین ۰/۱ تا ۱ میلی گرم در لیتر از عناصر تشکیل دهنده هیدرید (Te,Sn,Bi) می تواند از واکنش هیدریدهای Se,Sb,As به جهت تشکیل ترکیبات مخلوط فلز Sb-As یا-Se ممانعت کند. حضور Se,Sb,As در هر ماتریکس دیگری می تواند ممانعت مشابهی را سبب شود. اکسید های نیتروژن احیاء شده که در اثر هضم HNO_3 و نیتریت ایجاد می شوند نیز ممکن است پاسخ دستگاهی را برای همه عناصر منکوب کند. غلظت های زیاد ید در تعیین Se، با احیاء Se به شکل عنصری، مزاحمت ایجاد می کند. شیشه آلاتی را که برای احیاء As(V) توسط ید استفاده شده باشد ، برای اندازه گیری Se استفاده نکنید.

ب ـ۳ مواد لازم

تمـام مـواد شـیمیایی مـورد مصرف باید با درجه خلوص تجزیه ای بوده و آب مورد مصرف باید طبق استاندارد مرجع بند ۲ـ۱ از نوع درجه ۳ باشد.

ب-۳-۱ سدیم تتراهیدروبورات (سدیم بوروهیدرید)

۸ گرم $NaBH_4$ را در ۲۰۰ میلی لیتر NaOH ۰/۱ مولار حل کنید. این محلول را هنگام استفاده و تازه تهیه کنید .

ب-۳-۲ یدید سدیم، محلول پیش احیاء کننده

۵۰ گرم NaI را در ۵۰۰ میلی لیتر آب حل کنید. این محلول را هنگام استفاده و تازه تهیه کنید.

ب-۳-۳ اسید سولفوریک، محلول ۹ مول بر لیتر

ب-۳-۴ اسید سولفوریک، محلول ۱/۲۵ مول بر لیتر

ب-۳-۵ اسید نیتریک با دانسیته ۱/۴۲ گرم بر میلی لیتر

ب-۳-۶ اسید پر کلریک با دانسیته ۱/۶۶ گرم بر میلی لیتر

ب-۳-۷ اسید هیدروکلریک با دانسیته ۱/۱۶ گرم بر میلی لیتر

ب-۳-۸ آرگون (یا نیتروژن)، نوع تجاری

ب-۳-۹ هیدروژن نوع تجاری

ب-۳-۱۰ محلول ذخیره آرسنیک As(III)

۱/۳۲۰ گرم تری اکسید آرسنیک As_2O_3 را در آب حاوی ٤ گرم سدیم هیدرکسید حل کنید و بطور کامل به بالن حجمی یک لیتری منتقل کرده با آب به حجم برسانید و خوب هم بزنید.هر میلی لیتر این محلول معادل ۱/۰۰ میلی گرم As(III) می باشد.

ب-۳-۱۱ محلول حد واسط آرسنیک As(III)

۱۰ میلی لیتر از محلول ذخیره آرسنیک را به بالن حجمی یک لیتری منتقل کرده و با آب حاوی ۵ میلـی لیتر اسید هیدروکلریک به حجم برسانید و خوب هم بزنید . هر میلی لیتر این محلول معادل ۱۰/۰ میکروگرم As(III) است.

ب-۳-۱۲ محلول استاندارد As (III)

۱۰ میلی لیتر از محلول حدواسط آرسنیک را به بالن حجمی یک لیتری منتقل کرده و با آب حاوی ۲ تـا ۵ میلـی لیـتر اسـید نیـتریک (غلظتـی کـه برای محافظت نمونه استفاده شده است) به حجم برسـانید و خـوب بـه هم بزنید. هر میلی لیتر این محلول معادل ۰/۱۰۰ میکروگرم As(III) است. این محلول را هنگام استفاده به صورت تازه تهیه کنید.

ب-۳-۱۳ محلول ذخیره آرسنیک As(V)

مقدار ۱/۵۳٤ گرم از پنتااکسید آرسنیک (As_2O_5)را در آب حاوی ٤ گرم سدیم هیدروکسید حل کنید و بطور کامل به بالن حجمی یک لیتری منتقل کرده و با آب به حجم برسانید و خوب هم بزنید. هرمیلی لیتر این محلول معادل ۱/۰۰ میلی گرم (As(V می باشد.

ب-۳-۱۴ محلول حدواسط آرسنیک (As(V

۱۰ میلـی لیتر محلول ذخیره (As(V را مانند بند ب-۳-۱۱ رقیق نمایید. هر میلی لیتر این محلول معادل ۱۰/۰ میکروگرم (As(V می باشد.

ب-۳-۱۵ محلول استاندارد آرسنیک (As(V

۱۰ میلی لیتر محلول حدواسط آرسنیک(As (V را مانند بند ب-۳-۱۲ رقیق نمایید. هر میلی لیتر این محلول معادل ۰/۱۰۰ میکروگرم (As (V می باشد. این محلول را هنگام استفاده به صورت تازه تهیه کنید.

ب-۳-۱۶ محلول ذخیره سلنیوم (Se(IV

۲/۱۹۰ گرم سلنیت سدیم Na_2SeO_3 را در آب حاوی ۱۰ میلی لیتر اسید کلریدریک حل کرده و بطور کامل به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و به حجم برسانید و خوب هم بزنید.هر میلی لیتر این محلول معادل ۱/۰۰ میلی گرم (Se(IV می باشد.

ب-۳-۱۷ محلول حدواسط(Se(IV

۱۰ میلـی لیتر از محلول ذخیره (Se(IV را در داخل بالن حجمی۱۰۰۰ میلی لیتری ریخته و با آب حـاوی ۱۰ میلی لیتر اسید کلریدریک به حجم برسانید و خوب هم بزنید.هر میلی لیتر این محلول معادل ۱۰/۰ میکروگرم سلنیوم می باشد.

ب-۳-۱۸ محلول استاندارد (Se(IV

۱۰ میلی لیتر از محلول حدواسط (Se(IV را به بالن ۱۰۰۰ حجمی میلی لیتری منتقل کرده و با

آب حـاوی غلظتی اسید که برای محافظت نمونه استفاده شده است(۲ تا ۵ میلی لیتر اسید نیتریک (ب-۳-۵)) رقـیق کـرده و بـه حجـم برسـانید و خوب هم بزنید. هر میلی لیتر این محلول معادل ۰/۱۰۰ میکروگرم Se(IV) می باشد. این محلول این محلول را هنگام استفاده به صورت تازه تهیه کنید.

ب-۳-۱۹ محلول ذخیره سلنیوم(VI)

مقدار ۲/۳۹۳ گرم سلنات سدیم Na_2SeO_4 را در آب حاوی ۱۰ میلی لیتر اسید نیتریک حل کرده و بطور کامل به بالن حجمی۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کنید وبه حجم برسانید و خوب هم بزنید. هرمیلی لیتر این‌محلول معادل ۱/۰۰ میلی‌گرم Se(IV) می‌باشد.

ب-۳-۲۰ محلول حدواسط سلنیوم Se(VI)

۱۰ میلی لیتر از محلول ذخیره Se(VI) را در داخل بالن حجمی۱۰۰۰ میلی لیتری ریخته و با آب حاوی ۱۰ میلی لیتر اسید کلریدریک به حجم برسانید و خوب هم بزنید. هر میلی لیتر از این محلول معادل ۱۰/۰ میکروگرم سلنیوم (VI) می باشد.

ب-۳-۲۱ محلول استاندارد سلنیوم Se(VI)

۱۰ میلـی لیتر محلول حدواسط سلنیوم(Se(IV را مانند بند ب-۳-۱۸ رقیق کنید . هر میلی لیتر این محلول معادل ۰/۱۰۰ میکروگرم Se(VI) می باشد.

ب-۳-۲۲ محلول ذخیره آنتیموان (Sb)

۲ گرم پتاسیم آنتی مونیل تارتارات نیم آبه[1] $(C_4H_4O_7SbK,0.5H_2O)$ را به مدت یک ساعت در دمای ^oC ۱۰۰ خشک کنید سپس ۱/٦٦۹ گرم از آن را حل کرده و بطور کامل به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و به حجم برسانید و خوب هم بزنید.

1.semi hydrate

هر میلی لیتر این محلول معادل ۱/۰۰ میلی گرم Sb می باشد.

ب-۳-۲۳ محلول حدواسط Sb

۱۰ میلی لیتر از محلول ذخیره را در داخل بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری ریخته و با آب حاوی۱۰ میلی‌لیتر اسیدکلریدریک به حجم برسانید و خوب هم بزنید. هر میلی لیتر این محلول معادل ۱۰/۰ میکروگرم Sb می باشد.

ب-۳-۲۴ محلول استاندارد Sb

۱۰ میلی لیتر از محلول حدواسط Sb را به بالن حجمی۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و با آب حاوی غلظتی اسید که برای محافظت نمونه استفاده شده است(۲ تا ۵ میلی لیتر اسید نیتریک (بندب-۳-۵)) رقیق کرده و به حجم برسانید و خوب هم بزنید. هر میلی لیتر این محلول معادل ۰/۱۰۰ میکروگرم Sb می باشد.

ب- ۴ وسایل لازم

شیشه آلات و دستگاههای معمول آزمایشگاهی همراه با موارد زیر :

ب ـ ۴ـ۱ اسپکترومترجذب اتمی، مجهز به فلومترهای گازی برای آرگون (یا نیتروژن) و هیدروژن، لامپ های دشارژ بدون الکترود Sb,Se وAs با تصحیح زمینه برای طول موج های مورد اندازه گیری و ثبات مناسب.

یادآوری ـ اتم کننده های جذب اتمی و سل های واکنش هیدریدی مخصوص برای استفاده با واکنشگر سدیم بورهیدرید در دسترس می باشند.

ب ۴ـ۲ اتم کننده

یکی از موارد زیر را استفاده کنید :

ب-٤-٢-١ سر شعله نوع بولینگ[1] برای شعله هیدروژن ـ هوای حامل ـ آرگون (یا نیتروژن)

ب-٤-٢-٢ سل کوارتز استوانه ای با طول ۱۰ تا ۲۰ سانتی متر ،که بطور الکتریکی توسط سیم Ni-Cr خارجی تا دمای 800 تا 900 درجه سلسیوس گرم می شود.

ب-٤-٢-٣ سل کوارتز استوانه ای با شعله داخلی و سوخت غنی از هیدروژن ـ اکسیژن (هوا)

یادآوری ۱- شفافیت سل های کوارتز پس از چندین ماه استفاده، از بین می رود . برای آنکه آنها را دوباره شفاف نمایید از محلول هیدروفلوریک اسید ٤٠درصد استفاده نمایید.

یادآوری ۲- هنگام کار با HF دقت کنید زیرا سمی و خورنده می باشد و از تماس طولانی کوارتز با HF جلوگیری کنید.

ب ـ۴ـ۳ سل واکنش برای تولید هیدریدهای Sb,As یا Se

نمونه ای از سل واکنش در شکل ب ـ ۱ داده شده است. سیستم اتمیزه کننده ـ سل واکنش هیدریدی که انتخاب می شود باید، ملاحظات کنترل کیفی زیر را برآورده کند :

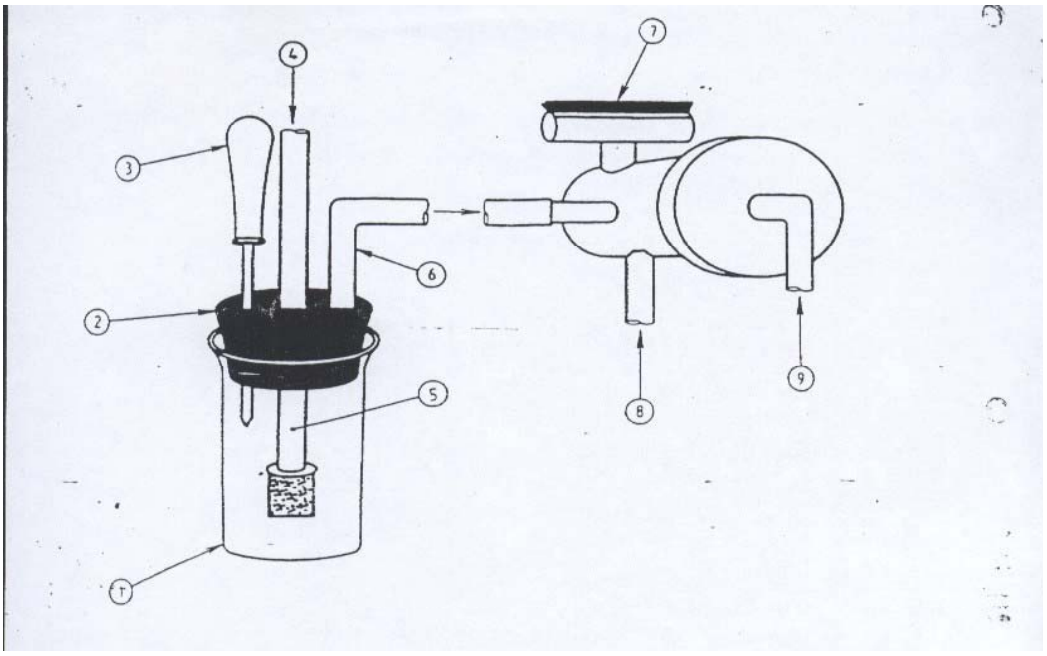
الف) باید منحنی کالیبراسیون دقیق و تکرارپذیر بین ۰ و ۲۰ میکروگرم در لیتر Sb,As یا Se حد آشکارسازی بین ۰/۱ و ۰/۵ میکروگرم بر لیترSb,As یا Se را فراهم کند.

ب) هنگام انجام کل روش آزمون، پاسخ دستگاه نسبت به حالت اکسیدی جفت های As(V) ـ As (III) یا Se (IV) ـ Se(VI) باید یکسان باشد.

پ ـ راندمان هضم نمونه باید ۹۰ درصد یا بزرگتر از بازیابی As (III)، As(V)، Se (VI) ، Se(IV) یا Sb افزوده شده، باشد.

۱- بولینگ (Boling) نام مخترع این نوع مشعل برای احتراق سریع این هیدریدها می باشد.

ب ـ۴ـ۴ قطره چکان و سرنگ با قابلیت انتقال ۰/۵ تا ۳/۰ میلی لیتر واکنشگر سدیم بورهیدرید به منظور اینکه تولید گاز هیدروژن در بین اندازه گیری ها تغییرات قابل توجهی نداشته باشد، افزایش دقیق و تجدیدپذیر ضروری است.



کلید : ۱ـ بشر مخصوص ۲۵۰ میلی لیتری ۲ـ در پوشش لاستیکی ۳ـ قطره چکان ٤ـ نیتروژن کمکی ٥ ـ لوله پخش گاز ٦ ـ لوله خروج ۷ـ شعله ۸ ـ هیدروژن ۹ـ نیتروژن

شکل ب ـ۱ سل واکنش هیدریدی

ب ـ ۵ روش آزمون

ب- ۵ -۱ آماده سازی دستگاهها

ورودی سل واکنش را به گاز کمکی که توسط فلومتر کنترل می شود. اگر سل خشک کننده بین سل واکنش و اتم کننده لازم باشد، فقط از $CaCl_2$ بدون آب استفاده کنید و از $CaSO_4$ استفاده نکنید زیرا آن SeH_2 را می تواند در خود نگه دارد.

قبل از استفاده از سیستم آنالیز و تولید کننده هیدرید، پارامترهای عملیاتی را بهینه کنید. محلول های آبیSe,Sb,As را مستقیماً از طریق مکش بداخل شعله هدایت کنید تا تنظیم اتمیزه کننده تسهیل شود. اتمیزه کننده های کوارتزی را برای جذب حداکثر تنظیم کنید. جریان گاز پالایش، غلظت و سرعت افزایش واکنشگر سدیم بورهیدرید، حجم محلول و سرعت همزن را طوری تثبیت کنید که پاسخ های دستگاه برای نمونه های مورد آزمون بهینه باشد.اگر از اتم کننده کوارتزی استفاده می شود، دمای سل نیز باید بهینه شود.

اکر واکنشگر سدیم بورهیدرید خیلی سریع اضافه شود، سرعت آزادشدن هیدروژن سیستم را نامتعادل خواهد کرد. اگر حجم محلول مکش شده خیلی زیاد باشد، سیگنال جذب یا مقدار جذب کاهش خواهد یافت . توصیه می شود طول موج ها به ترتیب برای As ۱۹۳/۷ نانومتر، برای Se ۰ /۱۹٦ نانومتر و برای Sb ۲۱۷/٦ نانومتر باشد.

ب-۵-۲ تهیه محلول های کالیبراسیون

به ترتیب ۰/۰۰ ، ۱/۰۰ ، ۲/۰۰ ، ۵/۰۰ ، ۱۰/۰۰ ، ۱۵/۰۰ و ۲۰/۰۰ میلی لیتر از محلولهای استاندارد Se(IV)، As (III) یا Sb رابه بالن های ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و با آب حاوی همان غلظت از اسید استفاده شده برای حفاظت نمونه (عموماً ۲ تا ۵ میلی لیتر اسید نیتریک(بند ب-۳-۵)) به حجم برسانید. غلظت این محلولهای کالیبراسیون به ترتیب ۰،۱،۲،۵،۱۰و۲۰ میکروگرم در لیتر Se،As یاSb می باشد. این محلولها را هر روز تازه تهیه کنید.

ب-۵-۳ تهیه محلولهای استاندارد و محلولهای آزمون

۵۰ میلی لیتر از نمونه یا از محلول استاندارد (As(III ، Se(VI) یا Sb را به بشر ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کنید. سپس ۷ میلی لیتر از اسید سولفوریک ۹مول در لیتر و ۵ میلی لیتر اسید نیتریک(بند ب-۳-۵) افزوده ودر صورت لزوم سنگ جوش نیز اضافه کنید و تا ظهور بخار SO_3 حرارت

دهید. شرایط اکسیداسیون را در تمام مدت با افزودن مقادیر کمی اسید نیتریک حفظ کنید تا از تیره شدن محلول جلوگیری شود .پایان مرحله هضم معمولاً با تغییر رنگ مشخص می شود. پس از آن بشر را به آرامی خنک کرده و ۲۵ میلی لیتر آب و یک میلی لیتر اسید پرکلریک(بندب-۳-٦) افزوده و دوباره تا ظهور بخارSO_3 حرارت دهید تا اکسیدهای نیتروژن خارج شود.

برای پایش تاثیر فرآیند هضم از افزودن ۵ میلی لیتر محلول استاندارد آرسنیک ، ۵ میلی لیتر محلول استاندارد سلنیوم یا ۵ میلی لیتر محلول استاندارد آنتیموان به ۵۰ میلی لیتر نمونه و از اندازه گیری مقدار بازیابی شده ،استفاده کنید.

میانگین بازیابی ها باید بزرگتر از ۹۰درصد باشد. به جای روش فوق و برای بهبود اثر هضم می توان از ظروف ۱۰۰ میلی لیتری کجلدال برای هضم استفاده کرد. پس از تبخیر نهاییSO_3 ، برای اندازه گیری آرسنیک آن را تا حجم ۵۰ میلی لیتر و برای اندازه گیری سلنیوم و آنتیموان آن را تا حجم ۳۰ میلی لیتر رقیق کنید.

ب-۵-۴ تعیین آرسنیک با سدیم بوروهیدرید

۵۰ میلی لیتر از محلول استاندارد یا محلول ازمون هضم شده را به یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کرده و ۵ میلی لیتر اسید کلریدریک اضافه کرده و هم بزنید. سپس ۵ میلی لیتر از محلول پیش احیاء کننده یدیدسدیم(ب-۳-۲) اضافه کنید. آن را هم بزنید و حداقل ۳۰ دقیقه بگذارید بماند.

ابتدا یک بشر را به درپوش لاستیکی حاوی لوله پخش کننده گاز ، ورودی واکنشگر سدیم بوروهیدرید و خروجی به اتم کننده متصل کنید. سپس ثبات را روشن کرده و تا تثبیت خط پایه منتظر بمانید باید گاز پالاینده تمام هوای داخل سل را خارج کند. ۰/۵ میلی لیتر واکنشگر سدیم بوروهیدرید(ب-۳-۱) اضافه نمایید. پس از آنکه جذب دستگاه به ماکزیمم رسید و به خط پایه برگشت، بشر را خارج کرده، لوله پخش کننده را با آب شستشو دهید. سپس روی محلول

استاندارد یا محلول آزمون بعدی عمل کنید. برای بررسی تثبیت پاسخ دهی دستگاه ، منحنی های استانداردهای As(III) و As(V) را بطور متناوب مقایسه کنید.

حضور مزاحمت ها برای آرسنیک را بررسی کنید. این عمل را با استفاده از یک نمونه هضم شده با ۱۰ میکروگرم در لیتر As(III) یا As(V) انجام دهید. میانگین بازیابی ها نباید کمتر از ۹۰درصد باشد.

ب-۵-۵ تعیین سلنیوم با سدیم بوروهیدرید

۳۰ میلی لیتر از محلول نمونه یا محلول استاندارد هضم شده یا ۳۰ میلی لیتر از محلول آزمون یا محلول استاندارد هضم نشده را به یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کرده و ۱۵ میلی لیتر اسید کلریدریک(بند ب-۳-۷) افزوده و هم بزنید. برای یک مدت زمان از پیش تعیین شده در دمای بین ۹۰ تا ۱۰۰ درجه سلسیوس حرارت دهید و یا بمدت ٦۰ دقیقه در ظرف دربسته در دمای ۱۲۱ درجه سلسیوس اتوکلاو کنید. تعیین مدت زمان حرارت دهی براساس منحنی های کالیبراسیون بدست آمده از استاندارد Se(IV) و Se(VI) میباشد. مدت زمان حرارت موثر بر تبدیل Se(VI) به Se(IV) بدون کاهش Se(IV) ، وقتی از بشر باز یا لوله آزمایش استفاده شود، بین ۵ تا ٦۰ دقیقه می باشد. پس از پیش احیاءی Se(VI) و Se(IV) بشرها را به دستگاه متصل کرده و برای هرکدام ثبات را روشن کرده و تا تثبیت خط پایه صبر کنید. سپس ۰/۵ میلی لیتر از واکنشگر سدیم بوروهیدرید(بند ب-۳-۱) اضافه کنید. پس از آنکه جذب دستگاه به ماکزیمم رسید و به خط پایه برگشت، بشر را خارج کرده و لوله پخش کننده را با آب شستشو داده و محلول استاندارد یا محلول آزمون بعدی را انجام دهید. حضور مزاحمت ها را بررسی کنید. این عمل را با استفاده از یک نمونه هضم شده با ۱۰ میکروگرم در لیتر Se(IV) انجام دهید. میانگین بازیابی ها نباید کمتر از ۹۰درصد باشد.

ب- ۵-۶ تعیین آنتیموان با سدیم بوروهیدرید

۳۰ میلی لیتر از محلول نمونه یا محلول استاندارد هضم شده یا ۳۰ میلی لیتر از محلول آزمون یا محلول استاندارد هضم نشده را به یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کرده و ۱۵ میلی لیتر اسید کلریدریک(بند ب-۳-۷) افزوده و هم بزنید. برای یک مدت زمان از پیش تعیین شده(بین ۵ تا ۶۰ دقیقه) در دمای بین ۹۰ تا ۱۰۰ درجه سلسیوس حرارت دهید. پس از پیش احیاءی Sb بشرها را یک به یک، به دستگاه متصل کرده و برای هرکدام ثبات را روشن کرده و تا تثبیت خط پایه صبر کنید. سپس ۰/۵ میلی لیتر از واکنشگر سدیم بورهیدرید(بند ب-۳-۱) اضافه کنید. پس از آنکه جذب دستگاه به ماکزیمم رسید و به خط پایه برگشت، بشر را خارج کرده و لوله پخش کننده را با آب شستشو داده و محلول استاندارد یا محلول آزمون بعدی را انجام دهید. حضور مزاحمت ها را بررسی کنید. این عمل را با استفاده از یک نمونه هضم شده با ۱۰ میکروگرم در لیترSb انجام دهید. میانگین بازیابی ها نباید کمتر از ۹۰درصد باشد.

ب-۶ محاسبات

هر منحنی کالیبراسیون با استفاده از ارتفاع پیک محلول های استاندارد در مقابل غلظت رسم می شود. ارتفاع پیک هر نمونه را اندازه گرفته و غلظت آن را از منحنی کالیبراسیون بخوانید. اگر نمونه قبل از هضم رقیق شده باشد، ضریب مناسبی را در محاسبات اعمال نمایید.

صفحه : ۳۲

ICS: 71.090