



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

ISIRI

10112

1st.edition

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۰۱۱۲

چاپ اول

کیفیت آب - تعیین کلرید به روش آنالیز جریان
(FIA) و تزریق جریان (CFA)
و آشکارسازی فتوомتری یا پتانسیومتری -
روش آزمون

Water quality - Determination of chloride
by flow analysis(CFA and FIA)and
photometric or potentiometric detection -
Test method

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 بهمن‌ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه^{*} صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضاي کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشتہ طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین‌ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکترونیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیستمحیطی 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. مؤسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست-محیطی، آزمایشگاهها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و سایل سنجش، مؤسسه استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یک‌ها، کالیبراسیون (واسنجی) و سایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

1 - International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3 - International Organization for Legal Metrology (Organization Internationale de Métrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

تهران - خیابان ولیعصر، ضلع جنوبی میدان ونک، پلاک ۱۲۹۴، صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹

تلفن: ۸۸۸۷۹۴۶۱-۵

دورنگار: ۸۰۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۳۱۵۸۵-۱۶۳

تلفن: ۰۰۲۶۱(۲۸۰۶۰۳۱) - ۸

دورنگار: ۰۰۲۶۱(۲۸۰۸۱۱۴)

پیام نگار: standard@isiri.org.ir

وبگاه: www.isiri.org

بخش فروش، تلفن: ۰۰۲۶۱(۲۸۱۸۹۸۹)، دورنگار: ۰۰۲۶۱(۲۸۱۸۷۸۷)

بهای: ۳۱۲۵ ریال

Institute of Standards and Industrial Research of IRAN

Central Office: No.1294 Valiaser Ave. Vanak corner, Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: +98 (21) 88879461-5

Fax: +98 (21) 88887080, 88887103

Headquarters: Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163

Tel: +98 (261) 2806031-8

Fax: +98 (261) 2808114

Email: standard @ isiri.org.ir

Website: www.isiri.org

Sales Dep.: Tel: +98(261) 2818989, Fax.: +98(261) 2818787

Price 3125 Rls.

فهرست مندرجات

عنوان	صفحة
پیشگفتار.....	ب
۱- هدف و دامنه کاربرد.....	۱
۲- مراجع الزامی	۱
۳ تعیین مقدارکلرید به روش آنالیز جریان پیوسته (CFA) و تزریق جریان (FIA) با آشکارسازی فتوومتری.....	۲
۲ اساس روش	۲
۲ مزاحمت ها	۲
۳ مواد لازم	۳
۵ وسایل لازم	۴
۷ آماده سازی اولیه نمونه	۵
۷ روش اجرای آزمون	۶
۹ محاسبه نتایج	۷
۴ تعیین مقدارکلرید به روش آنالیز جریان پیوسته (CFA) و تزریق جریان (FIA) با آشکارسازی پتانسیومتری	۹
۹ اساس روش	۹
۹ مزاحمت ها	۹
۱۰ مواد لازم	۱۰
۱۱ وسایل لازم	۱۱

۱۲	۵-۴ نمونه برداری
۱۲	۶-۴ روش اجرای آزمون
۱۳	۷-۴ محاسبه نتایج
۱۴	۵ محاسبه نتایج
۱۴	۶ گزارش نتایج آزمون
۱۶	پیوست الف
۱۸	پیوست ب
۲۵	پیوست پ

**کمیسیون استاندارد کیفیت آب - تعیین کلرید به روش آنالیز جریان
پیوسته(CFA) تزریق جریان(FIA) و آشکارسازی فتوتمتری یا
پتانسیومتری - روش آزمون**

<u>رئیس</u>	<u>سمت یانمایندگی</u>
شاکری، علیرضا (دکتری شیمی)	رئیس دانشکده علوم - منابع طبیعی گرگان
<u>اعضا</u>	
اسماعیل پور، سوسن (لیسانس شیمی)	مؤسسه استاندارد تحقیقات صنعتی ایران
امینیان ندوشن، حمیدرضا کنندکان (دکتری)	سازمان حمایت مصرف کنندگان و تولید
حسینی، شهرناز (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	شرکت دخانیات تیر تاش
حسن پور، مهدی (لیسانس شیمی)	شرکت آب و فاضلاب گلستان
سلیمانی فخر، فریده (لیسانس شیمی)	شرکت دخانیات ایران - رئیس آزمایشگاه پژوهشی
فتحی رشتی، ام البنین (لیسانس شیمی)	مؤسسه استاندارد تحقیقات صنعتی ایران
فیض الله زاده، مهناز (فوق لیسانس شیمی)	موسسه تحقیقات خاک و آب
کیانفر، مریم (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	اداره کل استاندارد تحقیقات صنعتی کرمان
میرحبیبی، افتخارالسادات (دکتری شیمی)	عضو هیئت علمی /دانشگاه الزهرا
<u>دبیر</u>	
جلالی، فاطمه (لیسانس شیمی کاربردی)	اداره کل استاندارد تحقیقات صنعتی گلستان

استاندارد((کیفیت آب-تعیین کلرید به روش آنالیز جریان پیوسته (CFA) و تزریق جریان(FIA) و آشکارسازی فتمتری یا پتانسیومتری- روش آزمون)) که پیش نویس آن توسط کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده و در ۴۴۴ جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمرمورخ ۸۶/۶/۲۴ مورد تاییدقرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ با عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی باتحولات و پیشرفت‌های ملی وجهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در موقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابر این برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفت‌های هماهنگی ایجاد شود. منابع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

1-ISO15682:Water quality-Determination of chloride by flow analysis(CFA and FIA)and photometric or potentiometric detection

کیفیت آب- تعیین کلرید به روش آنالیز جریان پیوسته (CFA^۱) و تزریق جریان (FIA^۲) و آشکارسازی فتوتمتری یا پتانسیومتری- روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین کلرید به روش آنالیز جریان است این عمل به دو روش مجزا به شرح زیر انجام می شود.

- تعیین کلرید بروش آنالیز جریان پیوسته و تزریق جریان و آشکارسازی فتوتمتری
- تعیین کلرید بروش آنالیز جریان پیوسته و تزریق جریان و آشکارسازی پتانسیومتری هردو روش فوق برای اندازه گیری کلرید با غلظت یک تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر در آب و فاضلاب (شامل تصفیه بوسیله شستشو^۳) کاربرد دارد.

این روشهای برای نمونه های حاوی کلرید با غلظتی بیش از ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر پس از رقیق سازی نیز، کاربرد دارد.

- روش آشکارسازی پتانسیومتری برای نمونه های کدر و یارنگی نیز کاربرد دارد. یادآوری- از نقطه نظر اکولوژیکی روش پتانسیومتری به دلیل عدم استفاده از واکنشگرهای سمی ارجحیت دارد. هنگام استفاده از روش فتوتمتری، پسابهای فرار و جامد حاوی جیوه باید با رعایت مقررات زیست محیطی دور ریخته شوند.

۲ مراجع الزامی

مدرک الزامی زیرحاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مرجع الزامی دارای تاریخ چاپ و یا تجدیدنظر، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدرک مورد نظر نیست و در مورد مرجع بدون تاریخ چاپ و یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و یا تجدیدنظر آن مدرک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است.

۱-۲ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸ (۱۳۸۱) آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگیهای روشهای آزمون

۳ تعیین کلرید به روش آنالیز جریان پیوسته (CFA) و تزریق جریان (FIA) با آشکارسازی فتوتمتری

^۱-CFA- Continuous Flow Analysis

^۲-FIA-Flow Injection Analysis

^۳-Leachates

۱-۳ اساس روش

درروش آنالیز تزریق جریان(FIA)، نمونه از طریق یک شیر تزریق درون یک جریان حامل پیوسته(آب) تزریق می شود، در روش آنالیز جریان پیوسته (CFA)، نمونه با استفاده از یک پمپ روده ایی^۱ به داخل جریان حامل پمپ می شود. با توجه به غلظت نمونه، نمونه با آب رقیق می شود. محلول واکنشگر (محلول جیوه تیوسیانات آهن(III) نیترات^۲) نیز توسط پمپ روده ایی به داخل سیستم پمپ می شود، تا با جریان نمونه مخلوط شود. تیوسیاناتی که بوسیله کلرید آزاد می شود با یونهای آهن(III) واکنش داده و تشکیل کمپلکس قرمز رنگ آهن(III) تیوسیانات می دهد. لازم است که آزمونهای بیان شده در این استاندارد توسط پرسنل مهندس انجام شود.

۲-۳ مزاحمت ها

عوامل زیر در اندازه گیری مزاحمت ایجاد می کند:

۲-۳-۱ مواد شیمیایی که یون تیوسیانات(مثل جیوه تیوسیانات) آزاد می کنند برای مثال

یونهای برمید و یدید

یون برمید در غلظت های بیش از ۳۰ میلی گرم در لیتر مزاحمت ایجاد می کند. می توان غلظت جرمی یونهای برمید و یدید را بر حسب کلرید معادل اندازه گیری کرده و نتایج حاصل را در محاسبات (بند ۷-۳) در نظر گرفت.

۲-۳-۲ مواد شیمیایی که با واکنشگرهای مورد استفاده در این روش ترکیبات رنگی ایجاد

می کنند (یونهای تیوسیانات و سولفید)

در صورتی که در محیط یون سولفید وجود داشته باشد (در آبهای سطحی، زهکشی و فاضلاب) بهتر است به هر ۱۰۰ میلی لیتر از این نمونه، نیم میلی لیتر هیدروژن پراکسید (بند ۷-۳-۳) افزوده و اندازه گیری را بعداز حداقل ۵ دقیقه انجام دهید.

۲-۳-۳ نمونه با رنگ طبیعی

در این موارد رقیق سازی نمونه قبل یا حین اندازه گیری پیشنهاد می شود. توصیه می شود نمونه های دارای ذرات بزرگتر از ۱۰۰ میکرومتر (برای مثال آبهای سطحی و فاضلاب) قبل از اندازه گیری صاف شوند، در غیر این صورت ممکن است ذرات معلق موجود در نمونه، لوله های انتقال را مسدود کنند.

pH نمونه باید بین ۳ و ۱۰ تنظیم شود.

برای حذف خودجذبی^۳ ماتریکس نمونه می توان در کنار اندازه گیری سیگنال نمونه در حضور واکنشگرهای (بند ۶-۳-۵) دریک میسر موازی، سیگنال همان نمونه را بدون حضور واکنشگرهای اندازه گیری کرد.

^۱ Peristaltic

^۲-Mercury thiocyanate iron(III) nitrate solution

^۳ - Self-absorbance

میسر موازی می تواند با سیستم جریان یکی شود.(بندهای ۱-۴-۳ یا ۲-۴-۳) در این حالت اختلاف بین دو پاسخ به دست آمده (با حضور و بدون حضور واکنشگرها) برای محاسبه نتایج در معادله ۲ (بند ۷-۳) استفاده می شود.

۳-۳ مواد لازم

کلیه مواد شیمیایی مورد استفاده باید دارای خلوص تجزیه ای باشند.
۱-۳-۳ آب ، مطابق آب درجه یک، ذکر شده در استاندارد (بند ۲-۱)



هشدار : پسابهای فرارو جامد حاوی جیوه باید با رعایت مقررات زیست محیطی دور ریخته شوند.

۳-۳-۳ متانول

هشدار: متانول ماده ای سمی است، با آن با احتیاط کار کنید.

۴-۳-۳ نیتریک اسید HNO_3 ، با جرم حجمی $1/4$ گرم در میلی لیتر، ۶۵ درصد جرمی

۵-۳-۳ آهن(III) نیترات آبه، $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

۶-۳-۳ سدیم کلرید(NaCl) که در دمای 5 ± 10.5 درجه سلسیوس خشک شده باشد.

۷-۳-۳ هیدروژن پراکسید H_2O_2 ، با جرم حجمی $1/11$ گرم در میلی لیتر، ۳۰ درصد جرمی

۸-۳-۳ محلول پاک کننده^۱ ، پلی اتیلن گلیکول دودسیل اتر، $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{OH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$

با گستره نقطه انجماد 33°C درجه سلسیوس الی 41°C درجه سلسیوس، ۳۰ درصد جرمی
این محلول به مدت یک ماه پایدار است.

۹-۳-۳ محلول واکنشگر (R در شکل "ب ۱" تا "ب ۴" در پیوست ب)

۱-۹-۳-۳ ۳۱ گرم آهن(III) نیترات ۹ آبه (بند ۳-۳-۵) را در حدود ۵۰۰ میلی لیتر آب حل کنید.

۲-۹-۳-۳ دریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری، ۰/۶۲ گرم جیوه(II) تیوسیانات (بند ۳-۳-۲) را در ۱۵۰ میلی لیتر متانول (بند ۳-۳-۳) در حال هم زدن مداوم، حل کنید.

۱۰۰ میلی لیتر آب (بند ۳-۳-۱)، $3/4$ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۳-۳-۴) و محلول آهن(III) نیترات که در (بند ۳-۳-۱-۹) تهیه کرده اید را به آن اضافه کرده و با آب به حجم برسانید. محلول را به مدت دو ساعت هم بزنید و سپس صاف کنید.

این محلول در جای تاریک به مدت سه ماه پایدار است.

۳-۹-۳-۳ قبل از انجام آزمون، واکنشگرها را به مدت ده دقیقه گازدایی کنید. به عنوان مثال با استفاده از فیلتر غشایی (تحت فشار)

۱۰-۳-۳ محلول ذخیره^۲ کلرید، با جرم حجمی ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر

^۱ Detergent stock^۲

دریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری ($16/5 \pm 0/05$) گرم سدیم کلرید (بند ۳-۳-۶) را در آب (بند ۳-۳-۱) حل کنید و به حجم برسانید. این محلول به مدت یکسال پایدار است.

۳-۳-۱۱ محلول ذخیره کلرید، با جرم حجمی ۱۰۰ میلی گرم در لیتر ۵ میلی لیتراز محلول کلرید (بند ۳-۳-۱۰) را به یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و با آب به حجم برسانید. این محلول به مدت یکسال پایدار است.

۳-۳-۱۲ محلول حامل برای روش تزریق جریان (FIA) C_1 در شکل "ب۱" و "ب۲" پیوست ب آب مورد استفاده باید مطابق بند (۳-۳-۱) باشد.

۳-۳-۱۳ محلول حامل برای جریان پیوسته (CFA) C_2, C_3 در شکل "ب۴" پیوست ب C_2 : دریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری، هشت میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۳-۳-۴) را بحدود ۹۰۰ میلی لیتر آب رقیق کنید و یک میلی لیتر محلول پاک کننده (بند ۳-۳-۸) به آن افزوده و به حجم برسانید.

C_3 : دریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری، چهار میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۳-۳-۴) را بحدود ۹۰۰ میلی لیتر آب رقیق کنید و یک میلی لیتر محلول پاک کننده (بند ۳-۳-۸) به آن افزوده و به حجم برسانید.

۳-۳-۱۴ محلول کالیبراسیون محلولهای کالیبراسیون را با رقیق کردن محلولهای ذخیره کلرید (بند های ۳-۳-۱۰ و ۳-۳-۱۱) تهیه کنید.

حداقل از پنج محلول استاندارد کالیبراسیون برای هر گستره کاری استفاده کنید. بطور مثال اگر شش محلول استاندارد مورد استفاده قرار می گیرد برای گستره I تا III به صورت زیر عمل کنید.

الف - گستره III (یک تا ۱۰ میلی گرم در لیتر) به وسیله پیپت به ترتیب یک، سه، پنج، شش، هشت، ده میلی لیتر از محلول ذخیره کلرید (بند ۳-۱۱) را داخل شش بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید و با آب به حجم برسانید. غلظت کلرید در این محلولهای کالیبراسیون به ترتیب یک، سه، پنج، شش، هشت، ده میلی گرم در لیتر است. این محلولهای کالیبراسیون به مدت یک هفته پایدار هستند.

ب - گستره II (۱۰ تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر) به وسیله پیپت به ترتیب ۱۰، ۳۰، ۵۰، ۶۰، ۸۰، ۱۰۰ میلی لیتر از محلول ذخیره کلرید (بند ۳-۱۱) را داخل شش بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید و با آب به حجم برسانید. غلظت کلرید در این محلولهای کالیبراسیون به ترتیب ۱۰، ۳۰، ۵۰، ۶۰، ۸۰، ۱۰۰، ۱۰۰ میلی گرم در میلی لیتر است.

این محلولهای کالیبراسیون به مدت یک ماه پایدار هستند.
پ - گستره I (۱۰۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر)

به وسیله پیپت به ترتیب یک، سه، پنج، شش، هشت، ده میلی لیتر از محلول ذخیره کلرید (بند^{-۳}
۱۰) را داخل شش بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزیدو با آب به حجم برسانید. غلظت کلرید در این محلولهای کالیبراسیون به ترتیب ۱۰۰، ۱۰۰، ۵۰۰، ۳۰۰، ۸۰۰، ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر است. این محلولهای کالیبراسیون به مدت سه ماه پایدار هستند.
یاد آوری: از سایر گستره های غلطی در صورتیکه دقیقاً واحد های غلظت یک دهم را پوشش دهنده، نیز می توان استفاده کرد.

۴-۳ وسائل لازم

۱-۴-۳ سیستم آنالیز تزریق جریان (FIA)

سیستم آنالیز تزریق جریان (FIA) شامل اجزاء اصلی زیر باشد (شکل "ب ۱" و "ب ۲" پیوست ب)
۱-۴-۳ ظروف واکنشگر
۲-۱-۴-۳ پمپ کم ضربه^۱
۳-۱-۴-۳ لوله های پمپ دارای مقاومت شیمیایی بالا و کالیبره شده، در صورت نیاز
۴-۱-۴-۳ سیستم تزریق نمونه با حجم تزریق ۲۰ تا ۱۰۰ میکرولیتر
۳-۱-۴-۳ لوله های انتقال (قطر داخلی نیم تا ۰/۸ میلی متر) اتصالات لوله و اتصالات سه راهی^۲، از جنس مواد بی اثر و با حداقل حجم مرده^۳

۱-۴-۳ فنومتر با سل جریان، با گستره طول موج ۴۵۰ نانومتر تا ۴۸۰ نانومتر

۷-۱-۴-۳ واحد ثبت کننده (ثبات نواری، انگرال گیر یا چاپگر / پلاتر)

عموماً ارتفاع سیگنال ها ارزیابی می شود.

۸-۱-۴-۳ نمونه بردار خودکار (در صورت نیاز)

۲-۴-۳ سیستم آنالیز جریان پیوسته (CFA)

سیستم آنالیز جریان پیوسته (CFA) باید شامل اجزاء اصلی زیر باشد (مطابق شکل "ب ۳" و "ب ۴"
پیوست ب)

۱-۲-۴-۳ نمونه بردار، یا دستگاهی که قابلیت انتقال مایع و نمونه را به طور تجدید پذیر داشته باشد.

۲-۲-۴-۳ ظرف واکنشگر

۳-۲-۴-۳ پمپ کم ضربه و لوله های پمپ با مقاومت شیمیایی و کالیبره شده

۴-۲-۴-۳ رابط ورودی، از جنس شیشه یا ماده ای مقاوم در برابر مواد شیمیایی با قابلیت عبور هوا، انتقال نمونه و مایع واکنشگر، با لوله های انتقال کالیبره شده (در صورت نیاز)

^۱ Low-Pulse Pump

stock^۱

^۲ T-Connections

Dead volumes^۲

۵-۲-۴-۳ سل دیالیز (باغشای سلولزی به طول ۱۵۰ میلی متر)، در صورتی که نیاز به رقیق سازی یا شستشوی نمونه باشد.

۳-۲-۴-۶ فتومنتر باسل جریان، با گستره طول موج ۴۵۰ نانومتر تا ۴۸۰ نانومتر

۳-۲-۴-۷ واحد ثبت کننده(ثبت نواری، انتگرال گیر یا چاپگر /پلاتر) عموماً ارتفاع سیگنال ارزیابی می شود.

۳-۲-۴-۸ نمونه بردار خودکار(درصورت نیاز)

یادآوری: در شکل های "ب ۳ و "ب ۴ "پیوست ب، سیستم آنالیز جریان پیوسته با قطر داخلی دو میلی متر (با جریان زیاد^۳) تشریح شده است، سیستم مشابه با قطر یک میلی متر (با جریان کم^۴) نیز قابل استفاده است.

۳-۴-۳ وسایل جانبی

۱-۳-۴-۳ بالن های مدرج ، با ظرفیت اسمی ۱۰۰ میلی لیتر ، ۲۰۰ میلی لیتر ، ۱۰۰۰ میلی لیتر

۲-۳-۴-۳ پیپت های مدرج ، با ظرفیت اسمی یک میلی لیتر تا ۱۰۰ میلی لیتر

۳-۵-۳ آماده سازی اولیه نمونه

نمونه ها را در ظرفهای شیشه ای یا پلاستیکی حداقل تا یک ماه نگهداری کنید، به ماده نگهدارنده نیازی نیست.

۳-۶ روش اجرای آزمون

۱-۶-۳ آماده کردن سیستم اندازه گیری

۱-۱-۶-۳ سیستم آنالیز جریان پیوسته(CFA) یا تزریق جریان (FIA) را مطابق با (بندهای ۳-۴ او ۲-۴-۳، شکل "ب ۱" تا "ب ۴" پیوست ب) آماده کنید.

۲-۱-۶-۳ قبل از اندازه گیری، لوله های محلول حامل C₁C₃T₃ (۱۲-۳ و ۱۳-۳) و محلول واکنشگر (بند ۳-۳-۹) را داخل ظروف مخصوص هریک قرار دهید. سیستم را برای مدت ۵ دقیقه به کار بیندازید. تا ثابت ماندن خط مبدأ منتظر بمانید و سپس خط مبدأ را روی صفر تنظیم کنید.

۳-۱-۶-۳ وقتی خط مبدأ تغییری نداشت سیستم برای اندازه گیری آماده است. محلول واکنشگر شاهد را مطابق (بند ۳-۶-۳) آزمون و مطابق (بند ۳-۶-۴) کالیبره کنید.

۲-۶-۳ الزامات کیفی سیستم اندازه گیری

۱-۲-۶-۳ کنترل عملکرد دستگاه

۱- Macro Flow

۲- Micro Flow

مقدار جذب در هر سانتی متر از طول مسیر نور برای محلولهای کالیبراسیون (بند ۳-۴) باید در گستره ۰/۰ تا ۲ باشد.

یادآوری: اگر آشکار ساز فوتومتری هیچ جذبی را نشان ندهد میتوان جذب را از طریق مقایسه با جذبی که توسط اسپکترومتر دیگری اندازه گیری می شود تعیین کرد.

۳-۶-۲-۲ تنظیم عادی حساسیت

در صورتی که برای محاسبه نتایج از ثبات استفاده می شود، میله نمونه را به داخل محلول کالیبراسیون (بند ۳-۴) بابیشترین غلظت گستره انتخابی (به ترتیب ۱۰، ۱۰۰، ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر) وارد کنید.

وقتی که واحد ثبت کننده برای رنگ حاصل از محلول کالیبراسیون پاسخ مثبت نشان داد، دستگاه را طوری تنظیم کنید که حدود ۹۵ درصد انحراف کامل را بخواند.

۳-۶-۳ کنترل محلول واکنشگر شاهد

مقدار جذب محلول واکنشگر (بند ۳-۹) در هر سانتی متر از طول مسیر نور نباید از ۰/۳ تجاوز کند. در غیر این صورت در نظر بگیرید که آب با کلرید الوده شده است و مراحل تهیه واکنشگر را تکرار کنید. مقدار جذب را می توان توسط اسپکترومتر دیگری تعیین کرد.

۳-۶-۴ کالیبراسیون

- محلولهای کالیبراسیون مورد نیاز برای هر گستره غلظتی را طبق (بند ۳-۴) تهیه کنید.
- محلول های هر گستره را بطور جداگانه کالیبره کنید.
- در آغاز کالیبراسیون، وضعیت سیگنال خروجی را روی صفر تنظیم کنید.
- با استفاده متوالی از محلولهای کالیبراسیون و واکنشگر دستگاه را کالیبره کنید.
- مقادیر اندازه گیری شده مربوط به محلولهای کالیبراسیون استفاده شده را بدست آورید.
- روش به کار گرفته شده برای کالیبراسیون و آزمون نمونه (بند ۳-۶-۵) باید یکسان باشد.
- باید از معادله عمومی^۱ (۱) استفاده شود.

$$y = c \rho^3 + b\rho + a \quad (1)$$

که در آن:

y مقدار اندازه گیری شده بر حسب یکای مربوط به دستگاه (جذب یا یکای متناسب با جذب)

ρ غلظت جرمی کلرید در محلولهای کالیبراسیون، بر حسب میلی گرم در لیتر

a محل برخورد منحنی کالیبراسیون با محور عمودی، بر حسب یکای مربوط به دستگاه

b ضریب متغیر مرتبه اول منحنی کالیبراسیون، بر حسب یکای مربوط به دستگاه ($\frac{l}{mg}$)

۱- برای کسب اطلاعات بیشتر به استاندارد ۲-۸۴۶۶ Iso توجه کنید.

$$c \text{ ضریب متغیر مرتبه دوم منحنی کالیبراسیون، بر حسب یکای مربوط به دستگاه } \left(\frac{l^2}{mg} \right)^{\frac{1}{2}}$$

۳-۶-۵ اندازه گیری

نمونه ها و محلولهای کالیبراسیون را با استفاده از آنالیز تزریق جریان FIA یا آنالیز جریان پیوسته CFA (بند ۳-۴-۱ یا ۳-۴-۲) اندازه گیری کنید.

اگر غلظت های جرمی از محدوده معتبر گستره کاری انتخابی تجاوز کرد، نمونه ها را رقیق کنید یا گستره کاری را تغییر دهید.

اعتبار منحنی کالیبراسیون را در گستره کاری انتخابی، بعد از هر سری نمونه (حداکثر ۲۰ نمونه) با استفاده از غلظت ترین ورقیق محلول کالیبراسیون در هر گستره کاری کنترل کنید. در صورت لزوم دستگاه را دوباره کالیبره کنید.

۷-۳ محاسبه نتایج

با استفاده از مقدار اندازه گیری شده همان گونه که در (بند ۳-۶-۵) شرح داده شد، از معادله منحنی کالیبراسیون (۱) (بند ۳-۶-۴)، غلظت جرمی کلرید را در محلول مورد اندازه گیری بدست آورید.

برای محاسبه نتایج از منحنی کالیبراسیون مناسب استفاده کنید. از برون یابی، خارج از گستره کاری انتخابی استفاده نکنید.

مقدار ρ را از معادله (۲) محاسبه کنید

$$\rho = -\left(\frac{b}{2c}\right) - \left[\left(\frac{b}{2c}\right)^2 - \frac{(y-e)}{c}\right]^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

برای تعریف علائم در این معادله به بند (۳-۶-۴) مراجعه کنید. تمام مراحل رقیق سازی باید در محاسبات در نظر گرفته شود.

۴ تعیین مقدار کلرید به روش آنالیز جریان پیوسته (CFA) و آنالیز تزریق جریان (FIA) با آشکارسازی پتانسیومتری

۱-۴ اساس روش

در روش آنالیز تزریق جریان (FIA)، نمونه از طریق یک شیر تزریق، درون یک جریان حامل تزریق می شود. در روش آنالیز جریان پیوسته (CFA)، نمونه با جریان حامل مخلوط می شود. جریان حامل حاوی نمونه با یک محلول بافر مخلوط می شود.

یونهای کلرید توسط الکترود انتخابگر یون کلرید (به همراه یک الکترود مرجع) در سل جریان اندازه گیری می شود.

۲-۴ مزاحمت ها

یونهایی که با نقره تشکیل رسب می دهند(S^{2-}, I^-, Br^-) یا یونهایی که با یون نقره کمپلکس می دهند مانند($CN^-, S_2O_3^{2-}$) در این روش مزاحمت ایجاد می کنند.

وقتی در محیط یون سولفید وجود داشته باشد برای رفع مزاحمت این یون باید به هر ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه آب، نیم میلی لیتر هیدروژن پراکسید (بند ۳-۷) افزوده و آنالیز را بعد از حداقل ۵ دقیقه انجام دهید.

برای رفع مزاحمت یونهای (CN^-, I^-, Br^-) تا غلظت ۱/۰ گرم در لیتر، نمونه را به نسبت (۱:۲) با محلول محتوی ۱۴/۴ گرم پتابسیم برومات (بند ۳-۴) و ۷۶ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳) در ۱۰۰۰ میلی لیتر آب، مخلوط کنید، پس از ۱۰ دقیقه آزمون را انجام دهید.

۳-۴ مواد لازم

۱-۳-۴ کلیات

علاوه بر مواد و آب ذکر شده در (بند ۳-۳-۱)، باید از مواد زیر با خلوص تجزیه ای، استفاده شود.

۲-۳-۴ پتابسیم نیترات، KNO_3

۳-۳-۴ پتابسیم برومات، $KBrO_3$

۴-۳-۴ نیتریک اسید HNO_3 ، با غلظت یک مول در لیتر

۵-۳-۴ محلول های حامل در روش آنالیز تزریق جریان (FIA) (در گستره های I تا III) (در شکل "ب" پیوست ب)

در صورت عدم حضور یونهای مزاحم (بند ۴-۲) در نمونه، از آب به عنوان محلول حامل C_4 استفاده کنید. اگر یون های مزاحم در نمونه وجود داشته باشد محلول حامل C_4 را به روش زیر تهیه کنید:
- دریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری ۷/۲ گرم پتابسیم برومات (بند ۳-۴) و ۳۸۰ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳) را در حدود ۸۰۰ میلی لیتر آب حل کنید و به حجم برسانید. این محلول باید به صورت تازه و روزانه تهیه شود.

۶-۳-۴ محلول بافر تنظیم کننده قدرت یونی (ISA^۱) برای FIA (در شکل "ب" پیوست ب)

۱-۳-۶ محلول بافر تنظیم کننده قدرت یونی، برای نمونه های بدون یونهای مزاحم (بند ۴-۳) (۲-۴)

الف - برای گستره II, III (یک تا ۰ میلی گرم در لیتر و ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر کلرید) دریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری، سه میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳) و ۱۰/۱ گرم پتابسیم نیترات (بند ۴-۳-۲) را در حدود ۸۰۰ میلی لیتر آب حل کنید و به حجم برسانید. این محلول به مدت یک ماه پایدار است.

ب - در گستره I (۱۰۰۰ تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر کلرید)

^۱-Onic strength adjustment-buffer(ISA)solution

دریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری، ۵۰/۵ گرم پتاسیم نیترات (بند ۳-۴) و سه میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۳-۴) را در حدود ۸۰۰ میلی لیتر آب حل کنید و به حجم برسانید این محلول به مدت یک ماه قابل نگهداری است.

۴-۳-۶-۲-۶ محلولهای بافر تنظیم کننده قدرت یونی، برای نمونه های با یونهای مزاحم (بند ۴-۲)

در گستره (۱ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر کلرید)

دریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری، ۷/۲ گرم پتاسیم برومات (بند ۴-۳) و ۳۸ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳) را در حدود ۸۰۰ میلی لیتر آب حل کنید و به حجم برسانید. این محلول باید به صورت تازه و روزانه تهیه شود.

۴-۳-۷ محلول بافر تنظیم کننده قدرت یونی (ISA) برای CFA₂ در شکل "ب" پیوست ب برای تمام گستره ها (۱ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر کلرید)

۴-۳-۷-۱ محلول بافر تنظیم کننده قدرت یونی، برای نمونه های بدون یونهای مزاحم (بند ۴-۲)

دریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری، سه میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳) و ۵۰/۵ گرم پتاسیم نیترات (بند ۴-۳) را در حدود ۹۰۰ میلی لیتر آب حل کنید، و یک میلی لیتر محلول پاک کننده (بند ۳-۸) اضافه کرده و به حجم برسانید. این محلول به مدت یک ماه پایدار است.

۴-۳-۷-۲ محلول بافر تنظیم کننده قدرت یونی، برای نمونه های دارای یونهای مزاحم (بند ۴-۲)

دریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری، ۳۸ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳) و ۷/۲ گرم پتاسیم برومات (بند ۴-۳) را در حدود ۹۰۰ میلی لیتر آب حل کنید و یک میلی لیتر محلول پاک کننده (بند ۳-۸) اضافه نموده و به حجم برسانید. این محلول باید به صورت تازه و روزانه تهیه شود.

۴-۴ وسائل لازم

۱-۴-۴ سیستم آنالیز تزریق جریان (FIA) و جریان پیوسته (CFA)

سیستم آنالیز تزریق جریان (FIA) یا دستگاه آنالیز جریان پیوسته، شامل قسمتهایی که در (بند ۳-۴) یا (۳-۴-۲) آمده است (به شکل "ب" پیوست ب مراجعه و به یادآوری بند ۳-۴-۲-۴ توجه کنید)

به جای فتومنتر، یک الکتروداخたصاصی انتخابگر یون کلرید همراه یک الکترود مرجع و یک میلی ولت متر با مقاومت ورودی بالا (بیش از یک مگا اهم) مورد نیاز است.

۴-۴-۲ دستگاههای جانبی

دستگاههای که در (بند ۳-۴-۳) بیان شده را به کاربرید.

۴-۴ نمونه برداری

مانند (بند ۳-۵) عمل کنید.

۶-۴ روش اجرای آزمون

۱-۶-۴ آماده کردن سیستم اندازه گیری

برای ثابت ماندن خط مبنا، قبل از انجام آزمون، محلولهای بند های (۴-۳-۴، ۵-۳-۴ و ۴-۳-۷) را به مدت ۱۰ دقیقه پمپاژ کنید.

وقتی خط مبنا تغییری نداشت، دستگاه برای آزمون نمونه آماده است.

۲-۶-۴ الزامات کیفی سیستم اندازه گیری

۱-۲-۶ گستره I و II

برای محلولهای کالیبراسیون (بند ۳-۳-۱۴) با غلظت های جرمی ۱۰ و ۱۰۰ میلی گرم در لیتر و ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر، اختلاف پتانسیل باید حداقل ۵۵ میلی ولت باشد.

۲-۲-۶ گستره III

برای محلولهای کالیبراسیون (بند ۳-۳-۱۴) با غلظت های جرمی یک تا ۱۰ میلی گرم در لیتر، اختلاف پتانسیل باید حداقل ۲۵ میلی ولت باشد.

۳-۶-۴ کالیبراسیون

- قبل از انجام هر آزمون، باید صفر دستگاه تنظیم شود.

- گستره کاری مناسب (I، II، III) را انتخاب کرده و محلولهای کالیبراسیون (بند ۳-۳-۱۴) را تهیه کنید. هر گستره کاری را به طور جداگانه کالیبره کنید.

- با استفاده متوالی از محلولهای کالیبراسیون و واکنشگر شاهد دستگاه را کالیبره کنید. به جای نمونه از آب (بند ۳-۳-۱) استفاده کنید.

- مقادیر اندازه گیری شده حاصل از محلولهای کالیبراسیون را مطابق باروش شرح داده شده در این استاندارد بدست آورید.

شرایط کالیبراسیون و اندازه گیری نمونه ها (بند ۳-۶-۵) باید یکسان باشد. شدت پیک اندازه گیری شده تابعی از غلظت جرمی کلرید است.

از معادله های (۳) و (۴) استفاده کنید. برای گستره ترکیبی ۱۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر به پیوست پ رجوع کنید.

الف - گستره III (یک تا ۱۰ میلی گرم در لیتر)

$$y = cp^3 + bp + a \quad (3)$$

ب - گستره I (۱۰۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر) و گستره II (۱۰ تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر)

$$y = d \lg p + e \quad (4)$$

که در آن ها:

y, e, b, a طبق تعاریف بند (۶-۴-۳)

d محل برخورد منحنی کالیبراسیون (۴) با محور عمودی بر حسب یکای مربوط به دستگاه

c شب لگاریتمی منحنی کالیبراسیون (۴)

چنانچه محلول های کالیبراسیون (بند ۳-۳-۱۴) قبل از کالیبراسیون رقيق شده باشند] به طور مثال با دیالیز، در مسیر (قسمت bدرشکل "ب"پیوست ب) [برای انتخاب معادله (۳) یا (۴) باید غلطت موثر کلرید درنظر گرفته شود.

مثال: اگر محلول کالیبراسیون در گستره II (۱۰۰ تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر) به نسبت (۱:۱۰) در طول مسیر رقيق شود، باید از معادله ۳ استفاده شود.

۴-۶-۴ اندازه گیری

- آزمون نمونه ها و محلولهای کالیبراسیون را، با استفاده از آنالیز تزریق جریان یا جریان پیوسته (بند ۴-۴-۱) انجام دهید.

- اگر غلطت های جرمی، از محدوده معتبر گستره کاری انتخابی تجاوز کند، نمونه ها را رقيق کنید یا گستره کاری را تغییر دهید.

- اعتبار منحنی کالیبراسیون را در گستره کاری انتخابی، بعد از هر سری نمونه (حداکثر ۲۰ نمونه)، با استفاده از غلیظ ترین و رقيق ترین محلول کالیبراسیون در هر گستره کاری کنترل کنید. در صورت لزوم دستگاه را دوباره کالیبره کنید.

۷-۴ محاسبه نتایج

غلطت جرمی کلرید را در محلول مورد اندازه گیری، از معادله منحنی کالیبراسیون (۳) و (۴) (بند ۴-۳-۶)، با استفاده از مقدار اندازه گیری شده که به روش شرح داده شده در (بند ۴-۶-۴) به دست آمده، تعیین کنید.

برای محاسبه نتایج از منحنی کالیبراسیون مناسب استفاده کنید. از بروون یا بی خارج از گستره کاری انتخابی استفاده نکنید.

اگر پتانسیم برومات (بند ۴-۳-۳) و نیتریک اسید (بند ۴-۳-۴) به نمونه اضافه کرده اید بند های (۲-۴)، (۵-۳-۴) و (۲-۶-۳)، سیگنال خروجی واکنشگر شاهدرا بطور جداگانه تعیین کنید (پاراگراف سوم بند ۴-۶-۳) و آن را از مقدار α اندازه گیری شده [معادله (۳) یا (۴)] کم کنید.

مقدار ρ را از معادله (۵) یا (۶) محاسبه کنید.

الف - گستره III (یک تا ده میلی گرم در لیتر)

$$\rho = \left(\frac{b}{2c} \right) - \left[\left(\frac{b}{2c} \right)^2 - \frac{(a-y)}{c} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (5)$$

ب - گستره I (۱۰۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر) و II (۱۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر)

$$\rho = \gamma \cdot \frac{(y-e)}{d} \uparrow_{\mathbb{N}} \rho = \frac{(y-e)}{d} \lg$$

اگر نمونه ها قبل از اندازه گیری رقیق شده باشد (قسمت "b" در شکل ب عویست ب) با توجه به غلظت مؤثر کلرید در نمونه های رقیق شده، از معادله (۵) و (۶) استفاده کنید.

اگر گستره ترکیبی ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر بکار رفته باشد، به پیوست "پ" مراجعه کنید.
برای تعریف علائم در این معادله ها به (بند ۴-۶-۳) مراجعه کنید. در انجام محاسبات باید تمام مراحل رفیق سازی در نظر گرفته شود.

۵ نتایج محاسبہ

نتایج را بر حسب میلی گرم در لیتر یا گرم در لیتر بابیش از دو رقم معنی دار گزارش کنید.
مثال: کلرید

۱۷ میلی گرم در لیتر

۱/۲ گرم در لیتر

$10^3 \times 5/4$ میلی گرم در لیتر

۶ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد.

۱-۶ مشخصات نمونه

۶- اشاره به شماره این استاندارد ملی

۳-۶ اشاره به روش استفاده شده

۶-۴ شرح آماده سازی نمونه

۶-۵ شرح دستگاه های استفاده شده

٦- نتایج بدست آمده (مطابق با بند ۵)

۶- هر شرایطی که ممکن است بر روی نتایج تاثیر گذاشته باشد.

٨-٦ تاریخ انجام آزمون

پیوست الف

(اطلاعاتی)

مشخصه های کاربردی

داده های آماری از جدولهای الف-۱ تا الف-۳ براساس آزمون بین آزمایشگاهی که توسط DIN المان در نوامبر سال ۱۹۹۶ انجام شده، ارائه شده است.

علائم بکاررفته به صورت زیر است :

x : میانگین کل P : تعداد آزمایشگاه ها

R_R : نرخ بازیابی، بر حسب درصد n : تعداد مقادیر پرت

θ : نسبت کسری از مقادیر پرت، بر حسب درصد μ : مقادیر واقعی قراردادی

CV_r : ضریب تغییرات تکرار پذیری S_r : براورد ضریب انحراف معیار تکرار پذیری

CV_R : ضریب تغییرات تجدید پذیری S_R : براورد انحراف معیار تکرار پذیری

جدول الف - ۱ - داده های آماری تعیین کلرید با استفاده از آنالیز جریان پیوسته (CFA) و

آشکارسازی فتوомتری براساس استاندارد ISO5725-2

شماره نمونه	نوع بافت	P	n	θ %	μ^d mg/l	x mg/l	R_R %	S_r mg/l	CV_r %	S_R mg/l	CV_R %
۱	a آب	۹	۲۴	۲۵	۴/۹۱	۴/۸۹	۱۰۰	۰/۰۶۹	۱/۴۲	۰/۱۱۵	۲/۳۵
۲	b سطحی	۱۰	۳۲	۲۰	۱۴۲/۵	۱۳۷/۵	۹۷	۱/۳۱	۰/۹۵	۳/۱۳۱	۲/۲۸
۳	C فاضلاب	۹	۲۸	۲۲/۲	۴۱۰۰	۳۹۰۴	۹۵	۲۹/۱۵	۰/۷۵	۸۵/۷۸	۲/۲۰
آب ، مطابق آب درجه ۱ استاندارد بند ۱-۲											
آب رودخانه رایین											
فاضلاب صنعتی (صناعی شیمیایی)											
مقدار واقعی μ به روش کروماتوگرافی یونی طبق استاندارد ۱۰۳۰۴-۱ یا ۱۰۳۰۴-۲ به دست آمده است											
a b c d											

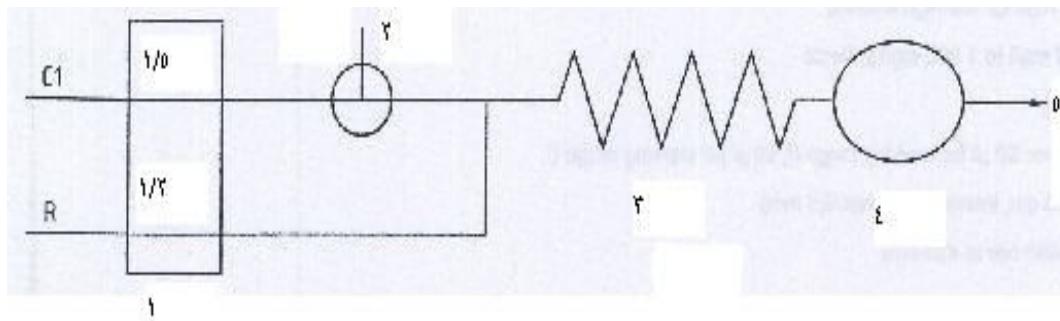
جدول الف ۲ - داده های آماری تعیین کلرید با استفاده از آنالیز تزریق جریان (FIA) و آشکارسازی فتوомتری براساس استاندارد ISO5725-2

شماره نمونه	نوع بافت	P	n	0 %	μ^d mg/l	x mg/l	R_R %	S_r mg/l	CVR %	S_R mg/l	CV _R %
۱	a آب	۱۲	۴۵	۰	۴/۹۱	۴/۸۸۶	۱۰۰	۰/۱۱۷	۲/۴	۰/۲۳۶	۴/۸۲
۲	b آب سطحی	۱۰	۳۴	۱۰/۵	۱۴۲/۵	۱۳۶/۱	۹۶	۱/۰۸۷	۰/۸۰	۳/۲۷۹	۲/۴۱
۳	c فاضلاب	۱۱	۳۶	۰	۴۱۰۰	۳۸۹۳	۹۵	۲۵/۶	۰/۶۶	۶۸/۹۹	۱/۷۰
آب ، مطابق آب درجه ۱ استاندارد بند ۱-۲ آب رودخانه راین فاضلاب صنعتی (صنایع شیمیایی) مقدار واقعی μ بروش کروماتوگرافی یونی طبق استاندارد ۱۰۳۰۴-۱ یا ۱۰۳۰۴-۲ به دست آمده است											a b c d

جدول الف ۳ - داده های آماری تعیین کلرید با استفاده از آنالیز جریان پیوسته (CFA) و آنالیز تزریق جریان (FIA) و آشکارسازی فتوومتری براساس استاندارد ISO5725-2

شماره نمونه	نوع بافت	P	n	۰ %	μ^d mg/l	x mg/l	R_R %	S_r mg/l	CVR %	S_R mg/l	CV _R %
۱	a آب	۸	۲۸	۰	۴/۹۱	۴/۸۰۶	۹۸	۰/۰۶۰	۱۲/۴	۰/۲۳۶	۴/۸۲
۲	b آب سطحی	۸	۲۸	۰	۱۴۲/۵	۱۳۵/۳	۹۵	۱/۸۱۶	۰/۸۰	۳/۲۷۹	۲/۴۱
۳	c فاضلاب	۸	۲۸	۰	۴۱۰۰	۳۸۸۸	۹۴/۸	۴۳/۶۹	۰/۶۶	۶۸/۹۹	۱/۷۷
آب ، مطابق آب درجه ۱ استاندارد بند ۱-۲ آب رودخانه راین فاضلاب صنعتی (صنایع شیمیایی) مقدار واقعی μ بروش کروماتوگرافی یونی طبق استاندارد ۱۰۳۰۴-۱ یا ۱۰۳۰۴-۲ به دست آمده است											a b c d

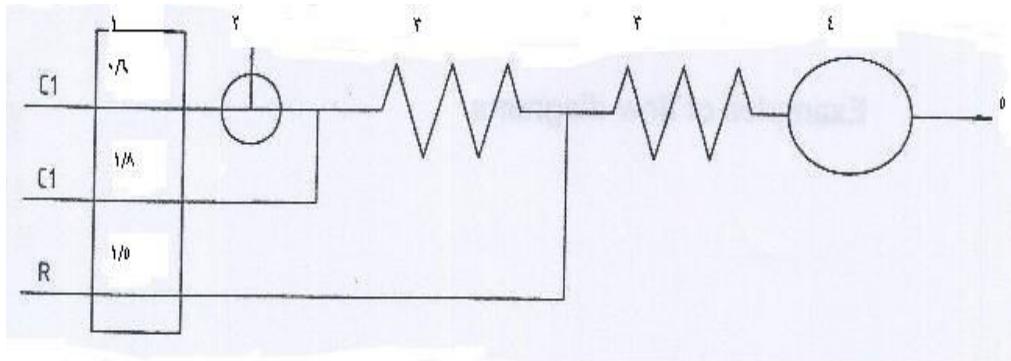
پیوست (ب)
اطلاعاتی
مثالهایی از نمودار جریان



راهنما:

- ۱ پمپ(شدت جریان، به میلی لیتر در دقیقه)
 - ۲ تزریق کننده (حجم تزریق .۰۰۱ میکرولیتر)
 - ۳ سیم پیچ واکنش(طول ۳۰ سانتی متر و قطر داخلی ۵/۰ میلی متر)
 - ۴ آشکارساز(طول موج ۴۵۰ نانومتر تا ۴۸۰ نانومتر)
 - ۵ پساب
- C₁ : محلول حامل(بند ۳-۳-۱۲)=آب
R : محلول واکنشگر(بند ۳-۳-۹)

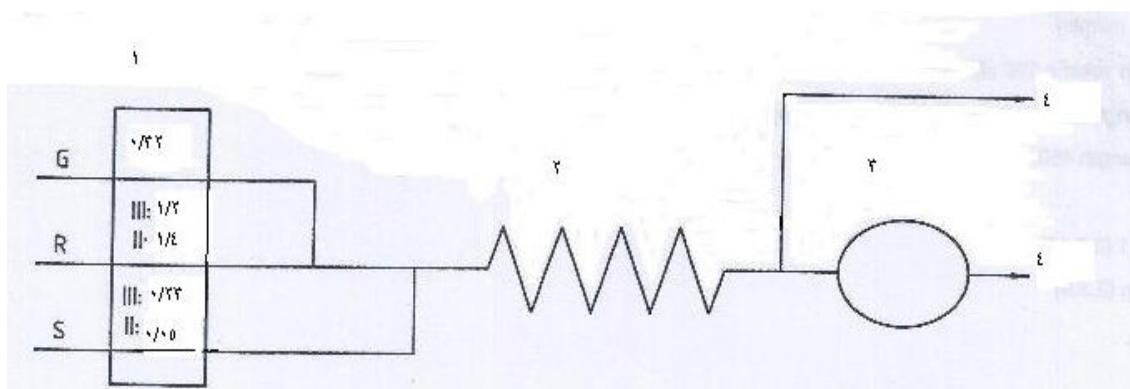
شکل (ب-۱): مثالی از دیاگرام جریان برای تعیین کلرید، گستره یک تا ده میلی گرم در لیتر با روش FIA و آشکارسازی فتوомتری (بند ۳-۴-۱)



راهنما:

- ۱ پمپ(شدت جریان، میلی لیتر در دقیقه)
 - ۲ تزریق کننده (حجم تزریق ۵۰ میکرولیتر برای گستره Π ، ۲۰ میکرو لیتر برای گستره I)
 - ۳ سیم پیچ واکنش(طول ۳۰ سانتی متر و قطر داخلی ۵/۰ میلی متر)
 - ۴ آشکارساز(طول موج ۴۵۰ نانومترتا ۴۸۰ نانومتر)
 - ۵ پساب
- C_1 محلول حامل(بند ۳-۲)=آب
 R محلول واکنشگر(بند ۳-۹)

شکل (ب-۲): مثالی از دیاگرام جریان برای اندازه گیری کلرید، گستره ۱۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر با روش FIA و آشکارساز فتوомتری (بند ۳-۴-۱)



راهنما :

III : گستره یک تا ۱۰ میلی گرم در لیتر، کلرید

II : گستره ۱۰ تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر، کلرید

۱ پمپ(شدت جریان، به میلی لیتردردقیقه)

۲ سیم پیچ واکنش(طول ۱۲۰ سانتی متر و قطر داخلی ۲ میلی متر)

۳ آشکارساز(طول موج ۴۵۰ نانومتر تا ۴۸۰ نانومتر)

۴ پساب

G گاز جداکننده(هوای)

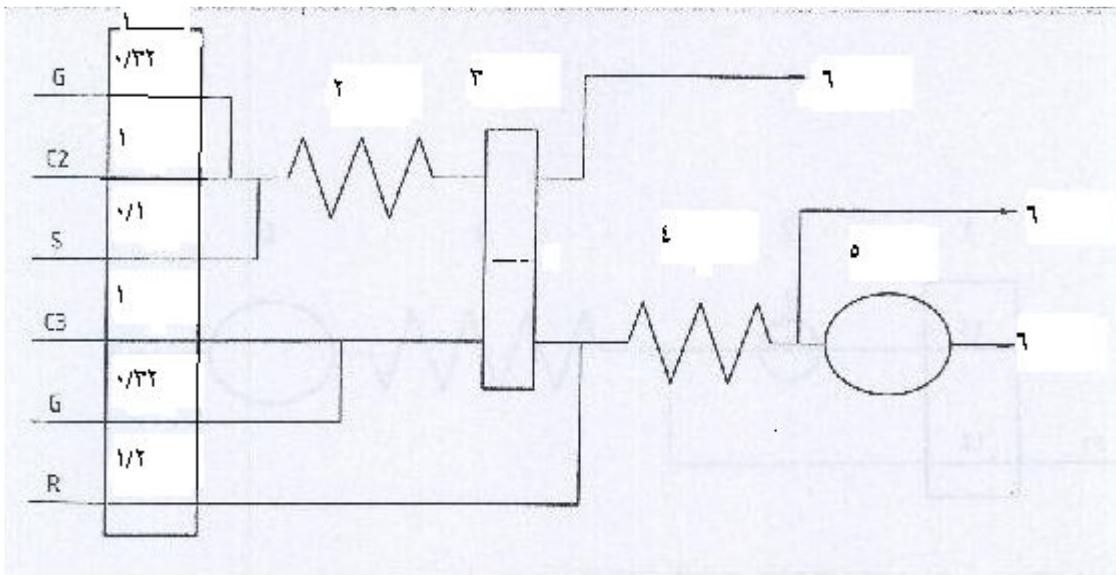
S نمونه

R محلول واکنشگر((بند ۳-۳-۹))

C₂ : محلول حامل ۲ (بند ۳-۳-۱۳)

C₃ : محلول حامل ۳ (بند ۳-۳-۱۳)

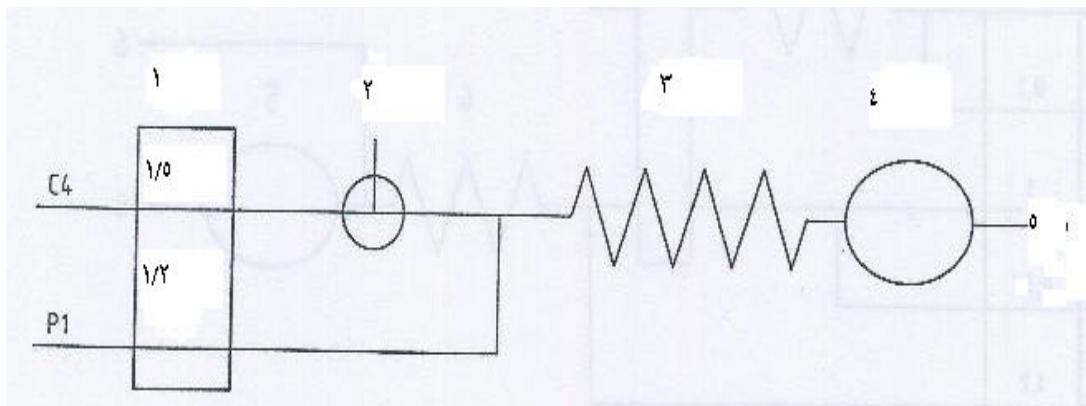
شکل (ب-۳): مثالی از دیاگرام جریان برای اندازه گیری کلرید، گستره یک تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر با روش CFA و آشکارسازی پتانسیومتری (بند ۳-۴-۲)



راهنما :

- ۱ پمپ(شدت جریان، به میلی لیتردقیقه)
- ۲ سیم پیچ واکنش(طول ۳۰ سانتی متر و قطر داخلی ۲میلی متر)
- ۳ دیالیز کننده(طول حدود ۱۵۰ سانتی متر)
- ۴ سیم پیچ واکنش(طول ۱۲۰ سانتی متر و قطر داخلی ۲میلی متر)
- ۵ آشکارساز(طول موج ۴۵۰ نانومتر تا ۴۸۰نانومتر)
- ۶ پساب
- G گاز جدا کننده(هوای)
- S نمونه
- محلول واکنشگر(بند ۳-۳-۹)
- R محلول واکنشگر((بند ۳-۳-۹))
- C₂ : محلول حامل ۲ (بند ۳-۳-۱۳)
- .C₃ . محلول حامل ۳(بند ۳-۳-۱۳)

شكل (ب-۴):مثالی از دیاگرام جریان برای اندازه گیری کلرید، گستره ۱۰۰ میلی گرم در لیتر با روش CFA و آشکارسازی پتانسیومتری(بند ۳-۴-۲)

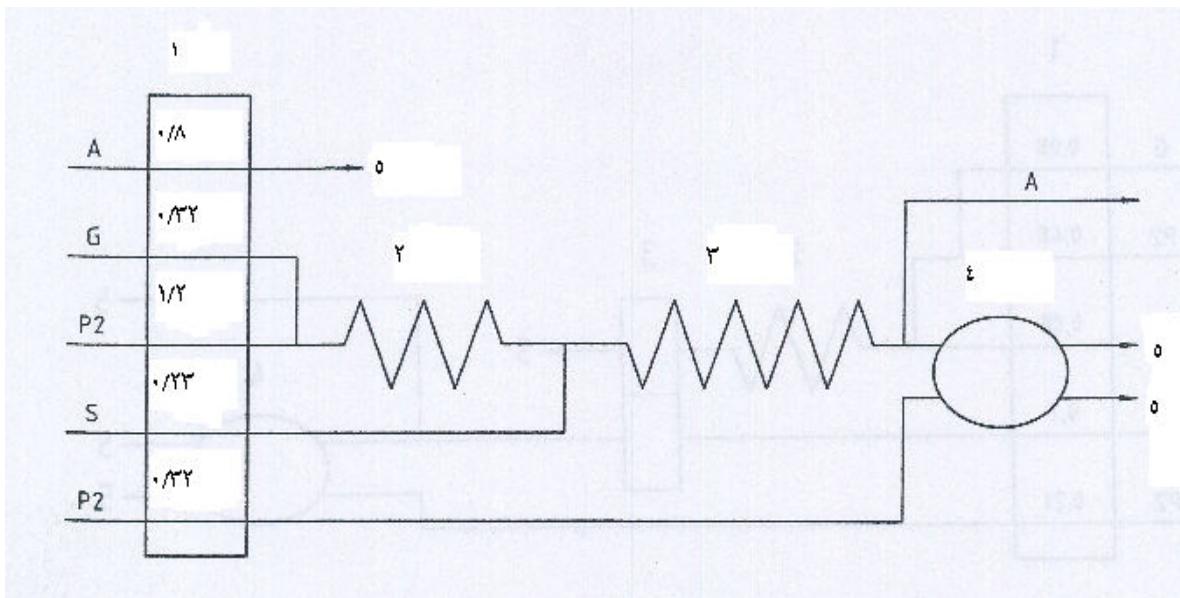


راهنما :

- ۱ پمپ(شدت جریان،به میلی لیتردردقیقه)
 - ۲ تزریق کننده (حجم تزریق ۵۰ میکرولیتر برای گستره Π ، ۲۰ میکرو لیتر برای گستره I)
 - ۳ سیم پیچ واکنش (طول ۶۰ سانتی متر و قطر داخلی ۵/۰ میلی متر)
 - ۴ آشکارساز انتخابگر یون بالکترود مرجع
 - ۵ پساب
- P_1 محلول بافر تنظیم کننده قدرت یونی (ISA) (بند ۴-۳-۶)
- C_4 محلول حامل (بند ۴-۳-۵)

منحنی کالیبراسیون: برای گستره (Π) یک تا ده میلی گرم در لیتر معادله (3) و برای گستره های (I) و (Π) ده تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر و ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر معادله (4) را به کار بردید.
محاسبه نتایج: برای گستره یک تا ده میلی گرم در لیتر معادله (5) و برای گستره های ده تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر و ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر معادله (6) را به کار بردید.

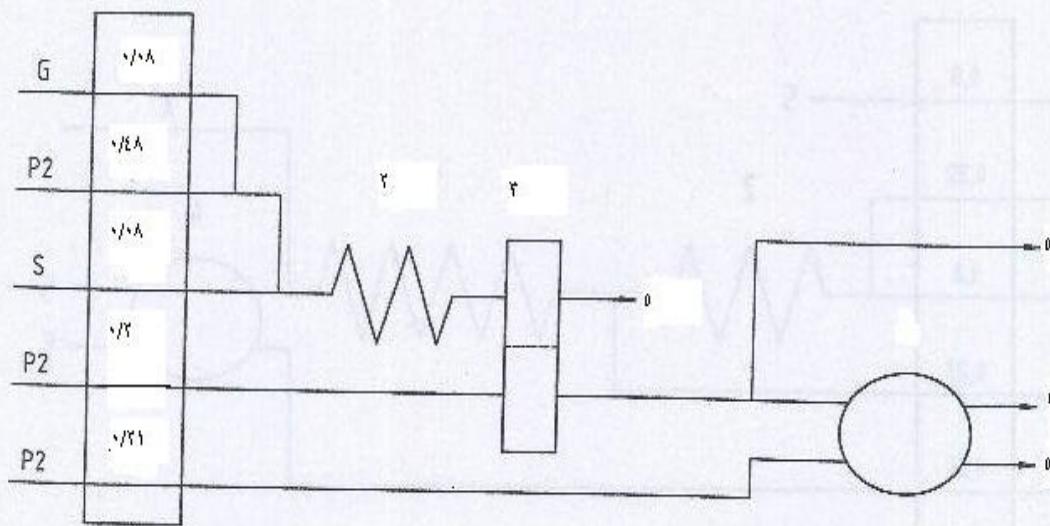
شکل (ب-۵): مثالی از دیاگرام جریان برای اندازه گیری کلرید، گستره یک تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر با روش FIA و آشکارسازی پتانسیومتری (بند ۴-۳-۱)



راهنما :

- ۱ پمپ(شدت جریان، میلی لیتر در دقیقه)
 - ۲ سیم پیچ واکنش (طول ۲۵ سانتی متر و قطر داخلی ۲ میلی متر)
 - ۳ سیم پیچ واکنش (طول ۵۰ سانتی متر و قطر داخلی ۲ میلی متر)
 - ۴ آشکارساز انتخابگر یون بالکترود مرجع
 - ۵ پساب
 - G گاز جدا کننده(هوای)
 - S نمونه
- P_2 محلول بافر با تنظیم کننده قدرت یونی (ISA) (بند ۴-۳-۷)
- A انتقال مخلوط واکنشگر به پساب (بند ۳-۴-۵)
- a - سیستم "جریان زیاد" برای گستره یک تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر

شكل (ب-۶): مثالی از دیاگرام جریان برای اندازه گیری کلرید با روش CFA و آشکارسازی پتانسیومتری (بند ۴-۴-۱)



راهنما :

- ۱ پمپ(شدت جریان، میلی لیتر در دقیقه)
- ۲ سیم پیچ واکنش(طول ۵۰ سانتی متر و قطر داخلی ۱ میلی متر)
- ۳ دیالیز کننده(طول حدود ۱۵ سانتی متر)
- ۴ آشکارساز انتخابگر یون بالکترود مرجع
- ۵ پساب

G گاز جدا کننده(هوای)

S نمونه

P_2 : محلول بافر تنظیم کننده قدرت یونی (ISA) (بند ۴-۳-۷)

منحنی کالیبراسیون معادله (۳) رابه کار برید.

برای محاسبه نتایج معادله (۵) رابه کار برید.

b- سیستم "جریان کم" برای گستره ده تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر

شکل (ب-۶): مثالی از دیاگرام جریان برای اندازه گیری کلرید با روش CFA و آشکارسازی پتانسیومتری (بند ۴-۴-۱)

پیوست ب
(اطلاعاتی)

اندازه گیری کلرید به روش آنالیز جریان پیوسته (CFA) و تزریق جریان (FIA) و آشکارسازی پتانسیومتری با یک منحنی کالیبراسیون برای گستره ۱۰۰ میلی گرم در لیتر ب - ۱ کلیات

به جای دو گستره I (۱۰ تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر) و II (۱۰۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر) با مقداری کاهش در صحت، می توان یک گستره ترکیبی (۱۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر) به کار برد. در این حالت، روش شرح داده شده در بنده ۴ این استاندارد، با تغییرات زیرمی تواند به کار رود.

پ - ۲ : محلول های کالیبراسیون

محلول های کالیبراسیون باید گستره ۱۰ تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر را در بر گیرد. این محلول ها با رقیق کردن محلولهای ذخیره کلرید I یا II (بندهای ۳-۳-۱۰ یا ۳-۱۰)، آماده می شوند. حداقل ۱۰ محلول کالیبراسیون پیشنهاد می شود (گستره های غلظتی مختلف باید تعداد محلول یکسان داشته باشد).

به طور مثال برای تهیه ۱۱ محلول کالیبراسیون از روش زیر استفاده کنید:
به وسیله پیپت به ترتیب ۱۰، ۳۰، ۵۰، ۸۰، ۱۰۰ میلی لیتر از محلول ذخیره کلرید II (بندهای ۳-۱۰) و سه، پنج، شش، هشت، ده میلی لیتر از محلول ذخیره کلرید I (بندهای ۳-۱۰-۱۱) را داخل یک سری بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزیدو با آب به حجم برسانید. غلظت جرمی کلرید در این محلولهای کالیبراسیون به ترتیب ۱۰، ۳۰، ۵۰، ۸۰، ۱۰۰، ۳۰۰، ۵۰۰، ۶۰۰، ۸۰۰، ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر است. پایداری این محلول ها مطابق آنچه در (بندهای ۳-۱۰-۱۱) گفته شده است. یادآوری - غلظت جرمی ۱۰، ۳۰، ۵۰، ۸۰، ۱۰۰ میلی گرم در لیتر به ترتیب، متعلق به گستره II و غلظت های جرمی ۳۰۰، ۵۰۰، ۸۰۰، ۶۰۰، ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر متعلق به گستره I هستند. هر گستره شش غلظت مختلف را در بر می گیرد.

پ - ۳ کالیبراسیون

به (بندهای ۶-۴-۳) مراجعه کنید.

برای گستره ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر کلرید، معادله (۴) را به کار برد.

پ - ۴ اندازه گیری

به بندهای ۷-۴ مراجعه کنید.

برای گستره ۱۰۰۰ میلی گرم بر لیتر کلرید، معادله (۶) را به کار برد.

پ - ۵ مثالهایی از دیاگرام جریان

به شکلهای "ب و ب" مراجعه کنید.

شدت جریان ها یا حجم های تزریق نیاز به کمی تغییر دارند.

ICS: 13

صفحه : ۲۵
