



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مشماره استاندارد ایران

3256



نمونه‌برداری و تعیین مقدار سرب در سدیم کلراید به روش طیف‌سنجی جذب اتمی با شعله

چاپ اول

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تنها سازمانی است در ایران که بر طبق قانون میتواند استاندارد رسمی فرآورده‌ها را تعیین و تدوین و اجرای آنها را با کسب موافقت شورای عالی استاندارد اجباری اعلام نماید. وظایف و هدفهای موسسه عبارتست از:

(تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی - انجام تحقیقات بمنظور تدوین استاندارد بالا بردن کیفیت کالاهای داخلی، کمک به بهبود روشهای تولید و افزایش کارایی صنایع در جهت خودکفائی کشور - ترویج استانداردهای ملی - نظارت بر اجرای استانداردهای اجباری - کنترل کیفی کالاهای صادراتی مشمول استاندارد اجباری و جلوگیری از صدور کالاهای نامرغوب بمنظور فراهم نمودن امکانات رقابت با کالاهای مشابه خارجی و حفظ بازارهای بین المللی کنترل کیفی کالاهای وارداتی مشمول استاندارد اجباری بمنظور حمایت از مصرف کنندگان و تولیدکنندگان داخلی و جلوگیری از ورود کالاهای نامرغوب خارجی راهنمایی علمی و فنی تولیدکنندگان، توزیع کنندگان و مصرف کنندگان - مطالعه و تحقیق درباره روشهای تولید، نگهداری، بسته بندی و ترازبری کالاهای مختلف - ترویج سیستم متریک و کالیبراسیون وسایل سنجش - آزمایش و تطبیق نمونه کالاها با استانداردهای مربوط، اعلام مشخصات و اظهار نظر مقایسه ای و صدور گواهینامه های لازم).

موسسه استاندارد از اعضاء سازمان بین المللی استاندارد میباشد و لذا در اجرای وظایف خود هم از آخرین پیشرفتهای علمی و فنی و صنعتی جهان استفاده مینماید و هم شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور را مورد توجه قرار میدهد.

اجرای استانداردهای ملی ایران بنفع تمام مردم و اقتصاد کشور است و باعث افزایش صادرات و فروش داخلی و تأمین ایمنی و بهداشت مصرف کنندگان و صرفه جوئی در وقت و هزینه‌ها و در نتیجه موجب افزایش درآمد ملی و رفاه عمومی و کاهش قیمتتها میشود.

کمیسیون استاندارد نمونه‌برداری و تعیین مقدار سرب در سدیم کلراید

رئیس

فرهی - فرج الله

دکترای داروسازی - مواد
خوراکی

دانشکده داروسازی دانشگاه تهران

اعضاء

پناهنده - حسین

پور رعدی - محمود

جوادی - آفاق

شمس لاهیجانی - محمد
مهدی

شیرازی - مژگان

محمدی فتنیده - زهرا

هاشمی جوادی - سکینه

هالک - فرح

همت - مهوش

دکترای مهندسی شیمی

دکترای دامپزشکی

مهندس کشاورزی

لیسانس شیمی

لیسانس شیمی

مهندسی صنایع غذایی و علوم
تغذیه

فوق لیسانس مهندسی بهسازی

فوق لیسانس بیوشیمی

دانشکده فنی دانشگاه تهران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

سازمان دامپزشکی کشور

مرکز تهیه و توزیع مواد خوراکی - وزارت بازرگانی

کارخانه تماد - شرکت سهامی دارو پخش

آزمایشگاههای کنترل غذا و دارو - وزارت بهداشت،

آموزش و درمان

آزمایشگاههای کنترل غذا و دارو - وزارت بهداشت،

آموزش و درمان

مرکز پژوهش های خواص و کاربرد مواد و نیرو

انسیتو تغذیه و دانشکده علوم تغذیه

دبیر

اخوان هزاوه - زهرا

فوق لیسانس تکنولوژی هسته
ای

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

نمونه برداری و تعیین مقدار سرب در سدیم کلراید به روش طیف سنجی جذب اتمی با شعله

هدف و دامنه کاربرد

اصول

مواد شیمیایی مورد نیاز

دستگاه ها

نمونه برداری و نمونه ها

روش عمل

تفسیر نتایج

یادآوری ها

پیوست الف : تخمین تعیین مقدار حد سرب

بسمه تعالی

پیشگفتار

استاندارد نمونه برداری و تعیین مقدار سرب در سدیم کلراید به روش طیف سنجی جذب اتمی با شعله که بوسیله کمیسیون فنی مواد افزودنی خوراکی تهیه و تدوین شده و در هشتاد و هفتمین کمیته ملی استاندارد فرآورده های کشاورزی و غذائی مورخ 69/6/26 مورد تأیید قرار گرفت، اینک به استناد ماده يك قانون مواد الحاقی به قانون تأسیس موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب آذرماه 1349 بعنوان استاندارد رسمی ایران منتشر میگردد.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع و علوم، استانداردهای ایران در مواقع لزوم و یا در فواصل معین مورد تجدید نظر قرار خواهند گرفت و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها برسد در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه واقع خواهد شد.

بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین چاپ و تجدیدنظر آنها استفاده نمود.

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

بنابراین با بررسی امکانات و مهارتهای موجود و اجرای آزمایشهای لازم این استاندارد با استفاده از منابع زیر تهیه گردیده است:

Sodium Chloride Determination of total Lead Content European Committee for the Study of Salt .Standardization Commission of Analysis Methods .1982.hr 313

نمونه برداری و تعیین مقدار سرب در سدیم کلراید به روش طیف سنجی جذب اتمی¹ با شعله

1- هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد نمونه برداری و تعیین روش طیف سنجی جذب اتمی با شعله برای اندازه گیری مقدار کل سرب در سدیم کلراید میباشد.

این روش برای محصولاتی که حاوی مقداری بیش از 0/5 میلی گرم سرب (pb) در کیلوگرم نمک باشد، قابل کاربرد است (به یادآوری 7مراجعه کنید).

2- اصول

2-1- حل کردن نمونه در محلول نیتريك اسید بمنظور ركاني² کردن کامل سرب

2-2- کمپلکس کردن فلز (سرب) با استفاده از آمونیم پیرولیدین دي تیوکاربامات.

2-3- استخراج کاربامات هاي فلز (سرب) بوسیله کلروفرم و استخراج برگشتي آن بوسیله نیتريك اسید.

2-4- اندازه گیری جذبي در طول موج 283/3 نانومتر با استفاده از يك طيف سنج جذب اتمي مجهز به لامپ کاتدي سربي.

3- مواد شیمیائي مورد نیاز

در صورتي که براي مواد شیمیائي توصیه خاصی نشده باشد، در تمام مراحل آزمایش، از مواد شیمیائي با درجه خلوص آزمایشگاهی و از آب تقطير و دي یونایزید شده یا آب با خلوص معادل استفاده کنید. هر جا که در این استاندارد کلمه آب مورد استفاده قرار میگیرد، منظور آب با مشخصات فوق است.

3-1- نیتريك اسید

نیتريك اسید با دانسیته $\rho = 1/40$ گرم در ميلي لیتر، محلول 945 گرم در لیتر NO_3H

3-2- کلروفرم با دانسیته $\rho = 1/481$ گرم در ميلي لیتر NO_3H

3-3- آمونیوم پیرولیدین دي تیوکاربامات (APDC)³

محلول 20 گرم در لیتر APDC، در درجه خلوص مخصوص A.A.S.⁴ این محلول را روزانه تهیه و مصرف کنید (به یادآوری 3 مراجعه شود).

3-4- دي آمونیوم هیدروژن سیترات - محلول 113 گرم در لیتر $124(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$ گرم دي آمونیوم هایدروژن سیترات را در يك بالن ژوژه 500 ميلي لیتری حل کنید و تاخط نشانه رقیق کرده و بخوبي مخلوط کنید.

این محلول را مطابق روش زیر خالص کنید:

100 ميلي لیتر از محلول فوق را با 10 ميلي لیتر محلول APDC (3-3) بخوبي تکان دهید. سه بار و هر بار به ترتیب با 10، 5 و 5 ميلي لیتر کلروفرم (2-3) استخراج کنید. محلول استخراجي فوق را بوسیله نیتريك اسید طبق روش 2-5-6- استخراج کنید. عمل استخراج را آنقدر تکرار کنید، تا جذب محلول هاي استخراجي با نیتريك اسید در طول موج 283/3 نانومتر 10 مرتبه کمتر از جذب 20 ميلي لیتر کلروفرم استخراج شده در يك ميلي لیتر نیتريك اسید (1-3) و 9/0 ميلي لیتر آب باشد.

100 ميلي لیتر از محلول خالص شده را در يك بالن ژوژه 200 ميلي لیتری منتقل کنید و 20 ميلي لیتر محلول آمونیاک ($\rho = 0/19$ گرم در ميلي لیتر) بر آن افزوده و تا خط نشانه به حجم برسانید.

3-5- محلول استاندارد ذخیره سرب 1000 ميلي گرم در لیتر - 1598 ميلي گرم نیترات سرب $(\text{NO}_3)_2\text{Pb}$ را با دقت 0/1 ميلي گرم وزن کنید و آن را در 10 ميلي لیتر نیتريك اسید (1-3) حل کنید.

محلول را با دقت در يك بالن ژوژه يك لیتری منتقل کنید و تا خط نشانه به حجم رسانده و به هم بزنید.

یادآوری - چنانچه محلول استاندارد سرب تجارتي آماده برای طیف سنجي جذب اتمي در دسترس باشد، نیز مي توانيد استفاده كنيد.

6-3- محلول استاندارد سرب 10 ميلي گرم در ليتر - با استفاده از پيپت ژوژه 10 ميلي ليتر از محلول استاندارد نخيره (5-3) را در بالن ژوژه يك ليتري منتقل كنيد و يك ميلي ليتر نيتريك اسيد (1-2) را نیز با پيپت ژوژه برداريد و بر آن افزوده تا خط نشانه به حجم برسانيد و به هم بزنييد.

4 - دستگاه ها

- وسائل آزمایشگاهی معمولي مورد استفاده قرار مي گيرد و ساير موارد به شرح زیر است :

4-1- طيف سنج جذب اتمي مجهز به مشعل هوا استيلن که داراي سيستم هاي مناسب براي تبديل مقدار سرب در مقیاس قابل خواندن باشد.

یادآوری - برای کاهش تداخل ناشي از جذب غير اتمي، توصیه مي شود از سيستم تصحيح خطاي زمينه استفاده كنيد.

4-2- لامپ کاتدي سرب⁵

4-3- قيف هاي جدا کننده 500 ميلي ليتري

4-4- قيف هاي جداکننده 100 ميلي ليتري

5 - نمونه برداري و نمونه ها

يك نمونه میانگين به ميزان 500 گرم را طوري انتخاب كنيد که به طور اطمینان بخش معرف کل ساخت باشد. این نمونه را طبق روش زیر با توجه به اندازه ذرات مختلف سدیم کلراید تهیه کنید:

5-1- نمونه سدیم کلراید اولیه با اندازه ذرات کوچکتر از يك ميلي متر

حدود 5 كيلو گرم از نمونه سدیم کلراید که اندازه ذرات آن کوچکتر از يك ميلي متر باشد را برداشته و با استفاده از روشهاي معمولي، 500 گرم از آن را جهت آزمون، نمونه برداري كنيد.

5-2- نمونه سدیم کلراید اولیه با اندازه ذرات بزرگتر از يك ميلي متر و کوچکتر از 10 ميلي متر

مقدار 15 كيلوگرم از نمونه را انتخاب كنيد و آن را آسیاب کرده تا ابعاد ذرات آن کمتر از يك ملي متر شود مخلوط كنيد تا كاملا يکنواخت شود.

مقدار 5 كيلوگرم از مخلوط فوق را برداريد و نمونه برداري را طبق بند 5-1 ادامه دهيد.

5-3- نمونه سدیم کلراید اولیه با اندازه ذرات بزرگتر از 10 ميلي متر

حداقل 20 كيلوگرم نمونه برداشته، آسیاب كنيد تا قطر ذرات آن حداکثر 10 ميلي متر شود، به خوبي بهز بزنييد تا يکنواخت شود.

حدود 15 كيلوگرم از مخلوط فوق را برداريد و طبق بند 5-3 نمونه برداري كنيد.

در هر مرحله بایستی اطمینان داشته باشید که نمونه اولیه معرف کل ساخت باشد.

6 - روش عمل

1-6- بخش آزمودنی⁶ - 250 گرم از نمونه آزمودنی (آزمونه) را با دقت حدود یک گرم وزن کنید.

2-6- محلول آزمودنی⁷ - بخش آزمودنی (1-6) را در یک بشر 2 لیتری بریزید و 850 میلی لیتر آب بر آن افزوده، به هم بزنید تا حل شود.

3-6- آزمون نهی⁸ - (شاهد) - (به یادآوری 7 مراجعه شود)

850 میلی لیتر آب را در بشر 2 لیتری بریزید.

4-6- کانی کردن - بر روی هر یک از بشرهای 2 لیتری (2-6) و (3-6)، طبق روش زیر عمل کنید :

با یک پیپت ژوژه 10 میلی لیتر نیتریک اسید (1-3) را بر آن افزوده و به هم بزنید. چند مروراید شیشه ای (سنگ جوش) بر آن افزوده، حرارت دهید و برای مدت 30 دقیقه در حال جوشیده نگهدارید.

توجه کنید که هرگز کل حجم از 800 میلی لیتر کمتر نشود و در صورت نیاز می توانید کمی آب به آن اضافه کنید.

صبر کنید تا سرد شود (به یادآوری 4 مراجعه شود) سپس آن را با دقت در یک بالن ژوژه یک لیتری بریزید، تا خط نشانه با آب رقیق کنید و به هم بزنید.

5-6- تعیین مقدار

1-5-6- روش تهیه محلول های مقایسه ای استاندارد

1-1-5-6- روش تهیه محلول های مقایسه ای استاندارد برای محلول آزمودنی - بدون هر یک یک از چهار قیف جداکننده 500 میلی لیتری (3-4) 200 میلی لیتر محلول آزمودنی کانی شده (4-6) بریزید و بر آن ها حجمی از محلول استاندارد سرب (3-6) را که طبق جدول زیر نشان داده شده است، اضافه کنید.

شماره محلول های استاندارد مقایسه ای	حجم محلول استاندارد سرب (۲-۶) بر حسب میلی لیتر	جرم تطبیقی سرب بر حسب میکروگرم
۱	۰	۰
۲	۲/۵	۲۵
۳	۵/۰	۵۰
۴	۱۰/۰	۱۰۰

در مورد محلول استاندارد مقایسه ای شماره 10 به یادآوری 5 مراجعه شود.

طبق جمله دوم بند 2-5-6 عمل کنید.

2-1-5-6- روش تهیه محلول های مقایسه ای استاندارد برای محلول تهی (شاهد) بدون هر یک از چهار بالن ژوژه 50 میلی لیتری، حجم های معینی از محلول استاندارد سرب (3-6) نشان داده شده در جدول 1-1-5-6، بریزید.

بر روی هر یک از آنها 5/0 میلی لیتر نیتريك اسید (1-3) افزوده و تا خط نشانه رقیق کنید و به هم بزنید.

طبق روش عمل 4-5-6 انجام دهید.

2-5-6- کمپلکس کردن و استخراج نمودن سرب - 200 میلی لیتر محلول تهی (شاهد) کانی شدن را طبق بند (4-6) به درون یک قیف جداکننده 500 میلی لیتری (3-4) بریزید. بر روی این قیف جداکننده 500 میلی لیتری و چهار قیف جداکننده دیگر مربوط به (1-1-5-6) طبق روش زیر عمل کنید:

به هر یک از قیف های جداکننده، 20/0 میلی لیتر از محلول دی آمونیم هایدرژن سیترات (3-4) اضافه کنید و 5/0 میلی لیتر محلول APDC (3-3) را بر آن ها افزوده و برای مدت 30 ثانیه تکان دهید.

ده میلی لیتر کلروفرم (2-3) بر آن ها افزوده و برای مدت یک دقیقه به شدت تکان دهید. بعد از جداسدن دو فاز از یکدیگر، لایه، آلی زیرین را به یک قیف جداکننده 100 میلی لیتری (4-4) دیگری که قبلاً خشک شده است و حاوی یک میلی لیتر نیتريك اسید (1-3) می باشد، بریزید. این عمل استخراج را دوبار تکرار کنید و در هر بار پنج میلی لیتر کلروفرم (2-3) به کار برید.

فازهای آلی حاصل از استخراج را با یکدیگر در یک قیف جداکننده بریزید و برای مدت 30 ثانیه به شدت تکان دهید. 9 میلی لیتر آب بر آن افزوده و برای مدت یک دقیقه به شدت تکان دهید.

هنگامی که لایه ها از یکدیگر جدا شدند، لایه آلی زیرین را دور بریزید و لایه مائی فوقانی را در یک لوله خشک جمع آوری کنید.

3-5-6- تنظیم دستگاه - طیف سنج (1-4) را به لامپ سرب (2-4) مجهز کنید. جریان لامپ را برقرار کنید. شکاف و فشار استیلن هوا را طبق دستورالعمل دستگاه میزان کنید. طول موج را در ماکزیم جذب 283/3 نانومتر تنظیم کنید.

4-5-6- اندازه گیری طیف سنجی - تمام محلول های نهائی (2-5-6) و محلول مقایسه ای استاندارد برای محلول تهی (شاهد) (2-1-5-6) را به داخل شعله استیلن هوا بکشید و در همان زمان، جذب مربوط به هر یک از موارد را طبق روش زیر تعیین مقدار کنید.

1-4-5-6- چهار محلول مقایسه ای استاندارد برای محلول آزمودنی تهی (2-1-5-6) شماره های 1، 2، 3، 4 (جدول)

2-4-5-6- محلول نهائی آزمودنی تهی (3-6) طبق (2-5-6)

2-4-5-6- محلولی از (1-4-5-6) که نزدیکترین جذب، به جذب محلول (2-4-5-6) را داشته باشد.

4-4-5-6- سه محلول مقایسه ای استاندارد نهائی برای محلول آزمودنی (1-4-5-6) شماره های 2، 3 و 4 جدول، طبق (2-5-6)

5-4-5-6- محلول آزمودني نهائي (6-5-1-1- شماره 1 جدول، 6-5-2)

6-4-5-6- محلول 4-4-4-5-6 که نزدیکترین جذب را نسبت به 5-4-5-6 داشته باشد.

بعد از هر اندازه گیری آب بکشید.

7 - تفسیر نتایج

1-7- روش محاسبه

1-1-7- ضرایب درجه بندی و کالیبراسیون)

1-1-1-7- ضرایب درجه بندی برای محلول آزمودني - ضریب درجه بندی سه محلول استاندارد مقایسه ای برای محلول آزمودني (6-5-1-1) از فرمول زیر به دست می آید :

$$F_1 = \frac{m_1}{A_1 - A_2}$$

که در آن: m_1 عبارتست از جرم سرب افزوده شده به محلول مقایسه ای استاندارد (6-5-1-1- شماره های 2، 3 و 4 جدول) بر حسب میکروگرم.

A_1 عبارتست از جذب به دست آمده برای هر محلول مقایسه ای استاندارد 6-5-1-1 اندازه گیری شده در 6-4-5-4.

A_2 عبارتست از جذب محلول نهائي اندازه گیری شده در 6-4-5-5.

2-1-1-7- ضریب درجه بندی محلول آزمودني تهی (شاهد) - ضریب درجه بندی سه محلول مقایسه ای استاندارد برای آزمودني تهی (6-5-1-2) از فرمول زیر به دست می آید :

$$F_3 = \frac{m_1}{A_3 - A_4}$$

که در آن:

m_1 عبارتست از جرم سرب افزوده شده به محلول مقایسه ای (6-5-1-2) شماره های 2، 3 و 4 جدول.

A_3 عبارتست از جذب به دست آمده برای هر محلول مقایسه ای استاندارد 6-5-1-2 شماره های 2، 3 و 4 جدول اندازه گیری شده در 6-4-5-1.

A_4 عبارتست از جذب محلول مقایسه ای استاندارد 6-5-1-2 شماره 1 جدول اندازه گیری شده در 6-4-5-1.

2-1-7- میانگین ضرایب درجه بندی - میانگین ضرایب درجه بندی عبارتند از:

متوسط حسابی هر گروه از سه ضریب درجه بندی به دست آمده در (7-1-1) که در آن :

F_{1m} عبارتست از، میانگین ضریب درجه بندی برای محلول آزمودنی

F_{3m} عبارتست از، میانگین ضریب درجه بندی برای محلول آزمودنی تهی (به 6-8 مراجعه شود).

3-1-7- مقدار سرب - مقدار سرب بر حسب میلی گرم در کیلوگرم نمک از فرمول زیر به دست می آید :

$$\frac{1}{m} (5 A_2 \cdot F_{1m} - A_5 \cdot F_{3m})$$

که در آن :

A_2 جذب اندازه گیری شده برای محلول نهایی محلول آزمودنی (6-4-5) می باشد.

A_5 جذب بخش آزمودنی (6-1) بر حسب گرم است.

2-7- قابلیت تکرار انفرادی⁹ و همگانی¹⁰

برای تحصیل نتایج آماری زیر، تجزیه بر روی سه نمونه انجام می گیرد، که برای این منظور در هر آزمایشگاه توسط یک آزمایش کننده و بر روی هر نمونه دو تجزیه انجام می شود.

(۵) نمک دریا	(۴) نمک مگنی	(۳) نمک سنگ	
۱۵	۱۴	۱۵	تعداد آزمایشگاهها
			میانگین (میلی گرم سرب در کیلوگرم نمک)
۰/۸۰۸	۰/۰۲۵	۰/۰۴۵	
			انحراف معیار برای قابلیت تکرار
۰/۱۲۵۴	۰/۰۴۸۲	۰/۰۵۶۶	انفرادی (6r)
			انحراف معیار برای قابلیت تکرار
۰/۴۱۴۱	۰/۱۵۶۶	۰/۱۲۹۹	همگانی (6R)

3-Rock Salt

4-Vaccum Salt

5-Sea Salt

8- یادآوری ها

- 1 - با کمال دقت مراقبت کنید، هیچگونه آثار سرب وارد جریان تجزیه نشود.
- 2 - تمام وسائل و لوازم شیشه ای مورد استفاده برای این تعیین مقدار باید به ترتیب زیر شستشو شود و پس از هر عمل، با دقت بسیار با آب پاک گردد.
چنانچه جدارها چرب باشد، با استفاده از یک برس و مواد پاک کننده تمیز کنید.
با استفاده از محلول نیتریک اسید (1:2) بشوئید
- 3- آمونیوم پیرولیدین دی تیوکاربامات APDC جامد میتواند با کمترین گروه آمونیوم دار تجزیه شود.
چنانچه فرآورده حاصل از تجزیه موجود باشد، به صورت جرم یا کفی بر روی سطح محلول مائی قرار می گیرد که به سهولت به وسیله صاف کردن جدا می شود.
- 4- در مورد ویژه ای که نمک حاوی مواد نامحلول در اسید باشد، جزئیات هرگونه عملیاتی در این استاندارد پیش بینی نشده است، یا در حد قابل قبولی تلقی می شود که همراه هر گونه حادثه ای که می تواند تأثیری روی نتایج داشته باشد، باید گزارش گردد.
- 5 - محلول 1-1-5-6 شماره 1 در جدول عبارتست از محلول آزمايشي.
- 6- اگر نمودار درجه بندی (کالیبراسیون) خط مستقیم نباشد، ضرایب درجه بندی مورد استفاده در فرمول 1-7-3 از روی نمودار درجه بندی قرانت خواهد شد و F_{1m} و F_{3m} که میانگین ضرایب درجه بندی هستند، به کار نخواهند رفت.
- 7 - چنانچه تعیین مقدار سرب در مقادیر کمتر از حد 0/5 میلی گرم سرب در یک کیلوگرم نمک مورد نظر باشد، بایستی نکات زیر مورد توجه خاص قرار گیرد :
 - آزمایش کننده بایستی ماهر و برای این روش دارای تجربه کافی باشد.
 - ظروف بایستی کاملاً تمیز باشد.
 - دستگاه در حالت بهینه تنظیم شود.
 - محلول های استاندارد پایدار به کار رود.
 - مواد شیمیائی خالص عاری از سرب به کار رود.
- تاکنون استاندارد بین المللی برای تعیین مقدار سرب در حد پائین تر در دسترس قرار نگرفته است. برای تخمین اندازه گیری این مقدار می توان از روش توضیح داده شده در پیوست استفاده نمود.
- 8 - اگر سرب و کادمیوم هر دو در یک نمونه نمک مورد اندازه گیری باشند، می توان آنها را با هم مورد آزمون قرار داد. در این صورت محلول های استاندارد مقایسه ای را طبق روش ارائه شده توسط کمیسیون استاندارد کمیته اروپائی مطالعه نمک شماره 314 مربوط به تعیین مقدار کادمیوم تهیه کنید.

پیوست الف - تخمین تعیین مقدار حد سرب

برای انجام تجزیه های با حساسیت زیاد در غلظت های نزدیک به مرز و یا حد تعیین مقدار، لازم است که انحراف معیار مقادیر تهی کنترل شود. این کنترل به منظور حصول اطمینان از اینکه نتایج به دست آمده، دارای معنی و مفهوم باشد و اینکه مقدار واقعی حد اندازه گیری مذکور، به انحراف معیار (که هر آزمایشگاهی می تواند به دست آورد) بستگی دارد، انجام می گیرد.

محاسبه تعیین مقدار حد سرب

یک سری از نمونه ها شامل 10 تعیین مقدار زیر در نظر بگیرید. انحراف معیار کل نمونه های تهی را طبق روش زیر محاسبه کنید:

که در آن :

S_{b1} = انحراف معیار نمونه تهی

x_{ib1} = مقدار هر یک از نمونه های تهی

\bar{x}_{b1} = میانگین حسابی مقادیر مربوط به نمونه های تهی

n = تعداد اندازه گیری های انجام شده بمنظور محاسبه ($n = 10$) S_{b1}

برای محاسبه LD میتوان از رابطه زیر استفاده نمود :

$$LD = \frac{1.0 \sqrt{\gamma}}{\sqrt{m}} \cdot S_{b1}$$

m = تعداد اندازه گیری ها برای نمونه های تهی که در طول تجزیه نمونه انجام شده است که در عمل $m = 1$ میباشد .

مقدار S_{b1} را منطما" کنترل کنید .

2-Mineralization

3-Ammonium Pyrropidine dithiocarbamate(APDC)

4-Atomic Absorption Spectrometric

5-Back Ground Correction(B.G.C.)

6-Cadmium Hollow -Cathode Lamp.

7-Test Portion

8-Test Solution

9-Blank Test

10-Calibration

11-قابلیت تکرار انفرادی، قابلیت تکرار در یک آزمایشگاه است و به وسیله یک آزمایش کننده انجام می شود.
(Repeatability)

12-قابلیت تکرار همگانی، قابلیت تکرار در چند آزمایشگاه می باشد
(Reproducibility)



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN
S
Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

3256



SAMPLING AND DETERMINATION OF TOTAL LEAD CONTENT IN SODIUM
CHLORIDE BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRIC METHOD

First Edition