

ISIRI

5631
1st, edition



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

JULY, 200



استاندارد ملی ایران

۵۶۳۱

چاپ اول

تیر ماه ۱۳۸۰

کلرید سدیم - اندازه‌گیری مقدار مس بروش فتوомتری

Sodium chloride - Determination of copper content
by a photometric method

نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج - شهر صنعتی،



صندوق پستی ۳۱۵۸۵-۱۶۳

دفتر مرکزی : تهران - بالاتراز میدان ولی عصر، کوچه شهید شهامتی، پلاک ۱۴

صندوق پستی ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹

تلفن مؤسسه در کرج : ۰۲۶۱ - ۰۲۸۶۰۳۱-۸



تلفن مؤسسه در تهران : ۰۹۰۴۳۰۸-۹



دورنگار : کرج ۰۲۶۱ - ۰۲۸۸۱۱۴ - ۰۲۱ - ۰۸۸۰۲۲۷۶ تهران

بخش فروش - تلفن : ۰۲۶۱ - ۰۲۸۷۰۴۵ - ۰۲۶۱ - ۰۲۸۷۰۴۵ دورنگار



پیام نگار : ISIRIINFOC@NEDA.NET



بهاء : ۷۰۰ ریال



Headquarter: Institute of Standards and Industrial Research of IRAN

P.O.Box 31585-163 Karaj - IRAN

Central office: NO.14, Shahid Shahamati St., Valiasr Ave. Tehran

P.O.Box: 14155-6139



Tel.(Karaj): 0098 261 286031-8



Tel.(Tehran): 0098 21 8909308-9



Fax(Karaj): 0098 261 288114



Fax(Tehran): 0098 21 8802276



Email: ISIRIINFOC@NEDA.NET



Price:700 Rls

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 رشته‌های مختلف توسط کمیسیون‌های فنی مركب از کارشناسان مؤسسه، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت می‌گیرد. مسی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت‌ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن‌آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمان‌های دولتی باشد. پیش‌نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمان‌های علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌شود نیز پس از طرح و بروزی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می‌گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره «۵۵» 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 بین‌المللی استاندارد می‌باشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی استفاده می‌نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند با رعایت موازن پیش‌بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را 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 به منظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازارسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه‌ها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی فراز داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهی نامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می‌نماید. ترویج سیستم بین‌المللی یکاهما، کالیبراسیون وسایل سنجش، تعیین عبار فلزات گرانبهای و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می‌باشد.

کمیسیون استاندارد کلرید سدیم - اندازه‌گیری مقدار مس بروش فتوомتری

| <u>سمت یا نمایندگی</u> | <u>ردیف</u> |
|---|--|
| سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی استان خراسان | دانشور حسینی، کاظم (دکترا شیمی تجزیه) |
| | <u>اعضا</u> |
| اداره نظارت بر مواد غذائی استان خراسان | بدرخانی، انوش (لیسانس شیمی) |
| اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان خراسان | تقریشی، پریسا (لیسانس تغذیه) |
| شرکت نمک تصفیه و یددار مفید استان خراسان | رسنده‌یان، هاجر (لیسانس شیمی) |
| اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان خراسان | صعده‌ی، جواد (لیسانس شیمی) |
| دانشگاه فردوسی مشهد | ظهوری، غلامحسین (دکترا شیمی پلیمر) |
| شرکت نمک یددار ممتاز استان خراسان | هرزو قیانی، زهره (لیسانس صنایع غذائی) |
| شرکت نمک یددار ستاره استان خراسان | نادری، شهرام (لیسانس شیمی کاربردی) |
| | <u>دستیار</u> |
| اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان خراسان | تعیزی، مسعود (دکترا شیمی) |
| اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان خراسان | وفائی، رأی (لیسانس شیمی) |

پیشگفتار

استاندارد کلرید سدیم - اندازه‌گیری مقدار مس بروش فتوомتری که توسط کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده در یکصد و هفتاد و یکمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیائی و پلیمر مورخ ۱۳۷۹/۵/۱۷ مورد تصویب قرار گرفته است. اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ یعنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همکامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی 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. بنابراین برای مراجعة 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 حدامکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفت‌هه هماهنگی ایجاد شود. منابع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

1- BS7319: Part 7:1990 Analysis Of Sodium Chloride For Industrial Use -
Method For determination of Copper Content

کلرید سدیم - اندازه‌گیری مقدار مس بروش فتومنtri

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش آزمون اندازه‌گیری مس در کلرید سدیم^(۱) می‌باشد. روش آزمون تعیین شده در این استاندارد برای اندازه‌گیری میزان مس در کلرید سدیم بروش فتومنtri که دارای مقدار مس برابر با یا بیشتر از ۰.۵٪ میلی گرم بر کیلوگرم است کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و یا تجدید نظر، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای 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:

استاندارد ملی ۳۲۵۷: سال ۱۳۷۱ نمونه برداری و تعیین مقدار کادمیوم در کلرید سدیم بروش

طیف سنجی جذب اتمی با شعله

استاندارد ملی ۳۷۷۱: سال ۱۳۷۵ نمک طعام - اندازه‌گیری کاهش جرم در دمای ۱۱۰°C

۱- Sodium Chloride (NaCl)

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و یا واژه‌ها با تعاریف زیر بکار می‌رود:

۱-۱ نمونه آزمایشگاهی^(۱): نمونه‌ای است که توسط نمونه بردار به آزمایشگاه جهت تجزیه شیمیائی ارسال شده است.

۱-۲ آزمایه^(۲): نمونه‌ای است که از نمونه آزمایشگاهی جهت انجام آزمایشهای مختلف تهیه می‌شود.

۱-۳ آزمونه^(۳): مقدار نمونه‌ای است که برای انجام هر آزمایش از آزمایه برداشته می‌شود.

۴ نمونه برداری

یک نمونه میانگین کلرید سدیم به عیزان ۵۰۰ گرم را براساس استاندارد ملی ایران ۳۲۵۷ سال ۱۳۷۱، بند ۵ تهیه نمائید.

۵ اصول روش

۱-۱ حل کامل نمونه در محلول اسید کلریدیک با جوشاندن

۱-۲ تشکیل کمپلکس رنگی مس بوسیله محلول دی‌بنزیل دی‌تیوکاربامات روی و استخراج آن در تتراکلرور کربن.

۱-۳ اندازه‌گیری فتوومتری کمپلکس رنگی در طول مرج تقریبی ۴۱۵ نانومتر
یادآوری - با انجام نادن اندازه‌گیری در محیط اسیدی مراحمتها بخصوص از طرف آهن، منگنز،
نیکل و کبالت از بین رفته و یا بمقدار قابل ملاحظه‌ای کاهش می‌یابد.

1- Laboratory Sample

2- Test Sample

3- Test Portion

۶ مواد لازم

یادآوری سه این آزمون باید از مواد شیمیائی خالص و آب مقطر آزمایشگاهی استفاده شود.

۶-۱ تتراکلرورکربن: دوباره تقطیر شده

۶-۲ محلول اسید کلرئیدریک، ۲ مل در لیتر: ۱۶۰ میلی لیتر اسید کلرئیدریک غلیظ (وزن مخصوص ۱/۱۹) با خلوص ۳۷ درصد را تا ۱۰۰۰ میلی لیتر با آب مقطر رقیق نمائید.

۶-۳ محلول دی بنزیل دی تیوکاربامات روی^(۱): ۵٪ گرم دی بنزیل دی تیوکاربامات روی را در ۱۰۰ میلی لیتر تتراکلرورکربن "طبق بند ۶-۱" حل نمائید.

۶-۴ محلول ذخیره استاندارد مس، ۱۰٪ گرم مس در لیتر: مقدار ۰/۳۹۳ گرم سولفات مس (II) پنج آب^(۲) را با دقت ۰/۰۰۱ گرم وزن نموده و به یک بالن ژوژه یک لیتری منتقل نمائید. تقریباً ۵۰ میلی لیتر آب مقطر به بالن ژوژه افزوده و تکان دهید تا نمک حل شود. ۵۰ میلی لیتر محلول اسید کلرئیدریک "طبق بند ۶-۲" افزوده و محلول را با آب مقطر به حجم برسانید. یادآوری یک - یک میلی لیتر از این محلول دارای ۱۰۰ میکرو گرم مس می باشد.

یادآوری دو - این محلول را هر هفته تازه تهیه نمائید.

۶-۵ محلول استاندارد مس، ۱۰٪ گرم مس در لیتر: ۱۰٪ میلی لیتر از محلول ذخیره استاندارد مس "طبق بند ۶-۴" را به یک بالن ژوژه یک لیتری منتقل نموده و با آب مقطر به حجم برسانید.

یادآوری یک - یک میلی لیتر از این محلول استاندارد دارای ۱ میکرو گرم مس می باشد.

یادآوری دو - این محلول را در زمان نیاز تازه، تهیه نمائید.

۷ وسائل لازم

۷-۱ وسائل عمومی آزمایشگاهی

۷-۲ اسپکترو متر یا فتو متر مجهز به غیلترها با ماکزیمم انتقال نور بین ۴۳۰ و ۴۴۰ نانومتر

1- Zinc dibenzylidithiocarbamate

2- CuSO₄ . 5H₂O

۸ روش اجرای آزمون

۱-۸ آماده سازی وسائل شیشه‌ای

تمام وسائل شیشه‌ای مورد استفاده در آزمون را بطريق زیر شستشو نمائید:

الف - وسائل شیشه‌ای با بدنه چرب را با برس و ماده پاک کننده

ب - با محلول اسیدنیتریک غلیظ و سپس چند دفعه شستشو با آب مقطر

۲-۸ آزمون

مقدار ۱۰۰ گرم از آزمایه را بآردقت ۱/۰ گرم وزن نمائید.

۳-۸ تهیه مذکونی استاندارد

۱-۳-۸ تهیه محلولهای استاندارد رنگ سنجی

به هریک از پنج قیف جداگننده ۵۰۰ میلی لیتری ۲۵ میلی لیتر محلول اسیدکلرئیدریک طبق بند ۶-۲ بیافراشید. بوسیله پیپتیهای حباب‌دار مناسب مقادیر محلول استاندارد مس "طبق بند ۶-۵" را بشرح جدول ۱ به قیفهای جداگننده اضافه نمائید.

جدول ۱ - جرم مس در محلولهای استاندارد

| مقدار مس مربوطه به میکروگرم | میلی لیتر محلول استانداردمس طبق بند ۶-۵ افزوده شده |
|-----------------------------|---|
| ۰ | ۰ |
| ۵ | ۵ |
| ۱۰ | ۱۰ |
| ۱۵ | ۱۵ |
| ۲۰ | ۲۰ |

یادآوری: در صورت نیاز می‌توان مذکونی استاندارد را تا میزان ۵۰ میکروگرم که خطی است گسترش دهید

زیرنویس ۱: مربوط به محلول شاهد

۲-۳-۸ تنشکیل کمپلکس رنگی

محتوی هریک از قیفهای جداگننده طبق بند ۶-۲-۸ را با آب مقطر تا حجم تقریبی ۲۵ میلی لیتر

رقیق نموده و بهم بزنید. ۰/۲۵ میلی لیتر محلول دی بنزیل دی تیوکاربامات روی "طبق بند ۳-۶" به هریک از قیفهای جداگانده افزوده و پس از گذاشتن درب بمدت یک دقیقه کاملاً تکان دهید. صبر نمائید تا لایه‌ها از یکدیگر جدا شوند. لایه زیرین را پس از عبور از کاغذ صافی^(۱) به یک سل^(۲) اندازه‌گیری با ضخامت ۱ سانتی‌متر منتقل نمائید.

یادآوری - بجای سل با ضخامت ۱ سانتی‌متر میتوانید از سل با ضخامت بیشتر استفاده نمائید.

۳-۳-۸ اندازه‌گیری جذب نوری

جذب دستگاه "طبق بند ۲-۷" را قبل از اندازه‌گیری با استفاده از تراکلرور کربن "طبق بند ۱-۶" روی صفر تنظیم نمائید. جذب هر محلول رنگی "طبق بند ۲-۳-۸" را در یک سل با ضخامت ۱ سانتی‌متر اندازه بگیرید (به یادآوری بند ۲-۳-۸ توجه نمائید). برای اندازه‌گیری از یک اسپکترومتر "طبق بند ۲-۷" که در طول موج تقریبی ۴۲۵ نانومتر تنظیم شده یا فتومنتر "طبق بند ۲-۷" که دارای فیلترهای تعیین شده است استفاده نمائید. جذب مربوط به محلول شاهد را از جذب بدست آمده برای هریک از محلولهای رنگی "طبق بند ۱-۳-۸" کسر نمائید.

۴-۳-۸ رسم منحنی استاندارد

منحنی استاندارد را برای مثال با قراردادن مقدار مس موجود در محلولهای استاندارد رنگ سنجدی "طبق بند ۱-۳-۸" که به میکروگرم ذکر شده در محور افقی و مقادیر جذب نوری در محور عمودی رسم نمائید.

یادآوری - منحنی استاندارد را هر وقت محلول ذخیره استاندارد مس "طبق بند ۴-۶" تازه تهیه شد مجدداً باید رسم نمائید.

۴-۸ اندازه‌گیری نمونه

۱-۴-۸ تهیه محلول نمونه

آزمونه "طبق بند ۲-۸" را به یک بشر ۰۰۰ میلی لیتری منتقل نموده و به آن ۰۳۵ میلی لیتر آب مقطر سرد و ۰/۵۰ میلی لیتر محلول اسید کلرئیدریک "طبق بند ۲-۶" بیافزایید. محلول نمونه را جوشانده تا کاملاً حل شده و سپس تا حدود ۲۰ درجه سلسیوس خنک نمائید. محلول حاصل را با دقت کامل

به یک بائن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری منتقل نموده و با آب مقطر به حجم رسانده و کاملاً بهم بزنید.
یادآوری - اگر محلول نهائی کدر است آنرا صاف نمائید.

۲-۴-۸ تشكیل کمپلکس رنگی

حجمی از محلول نمونه طبق بند ۱-۴-۸ را که مقدار مس آن در حد ۵ تا ۲۰ میکروگرم باشد به یک قیف جداگانه ۵۰۰ میلی لیتری منتقل نموده و به آن ۲۵٪ میلی لیتر محلول دی بنزیل دی تیو کاربامات روی طبق بند ۲-۶ بیافزایید. درب قیف جداگانه را بسته و به مدت یک دقیقه کاملاً تکان دهید و اجازه دهید تا لایه ها از یکدیگر جدا شوند. لایه زیرین را از یک کاغذ صافی^(۱) عبور داده و به یک سل نوری با ضخامت ۱ سانتی متر منتقل نمائید.

یادآوری - در صورت استفاده از سل نوری با ضخامت بیشتر برای تهیه منحنی استاندارد طبق بند ۲-۸ از سل مشابه جهت اندازه گیری نمونه باید استفاده شود.

۳-۴-۸ اندازه گیری جذب نوری

جذب دستگاه طبق بند ۲-۷ را با استفاده از تراکلورکربن طبق بند ۱-۶ قبل از هر اندازه گیری روی صفر تنظیم نمائید. جذب مربوط به محلول نمونه طبق بند ۱-۴-۸ و محلول شاهد طبق بند ۱-۳-۸ را در یک سل نوری ۱ سانتی متری (یادآوری بند ۲-۸ را ببینید) با استفاده از یک اسپکترو متر طبق بند ۲-۷ که در طول موج ماکزیمم ۴۲۵ نانومتری و یا یک فتو متر مجهز به فیلتر های ذکر شده در بند ۲-۷ اندازد بگیرید. جذب مربوط به محلول شاهد طبق بند ۱-۳-۸ را از جذب مربوط به محلول نمونه کم نمائید.

۹ بیان نتایج و گزارش آزمون

۱-۹ روش محاسبه

با استفاده از منحنی استاندارد طبق بند ۲-۸ مقدار مس موجود به میکروگرم را در محلول نمونه تعیین نمائید. مقدار کل مس موجود برحسب میلی گرم در کیلوگرم نمونه را با حذف رطوبت از رابطه زیر محاسبه نمائید.

$$m_1 = \frac{500}{(V m_0)} \times \frac{100}{(100-H)}$$

مقدار کل مس موجود در نمونه (میلی گرم)
کیلو گرم

که در آن:

m_0 مقدار آزمونه بر حسب گرم طبق بند ۲-۸

m_1 مقدار مس بدست آمده در محلول برداشته شده از محلول نمونه آزمون
طبق بند ۲-۴-۲ بر حسب میکرو گرم.

H درصد وزنی رطوبت نمونه آزمون براساس استاندارد ملی ایران ۳۷۷۱: سال ۱۳۷۵

V حجم به میلی لیتر محلول برداشته شده از محلول نمونه طبق بند ۲-۴-۸
یادآوری - عدد ۵۰۰ میلی لیتر محلول تهیه شده می باشد.



