



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۲۰۹



اسید کلریدریک - ویژگیها و روشهای آزمون

(تجدیدنظر دوم)

چاپ اول

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، صاحبان مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با 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 و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در 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 بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می 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 توجه به شرایط کلی

و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده 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 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 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 کنندگان سیستم های 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 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 استاندارد اسید کلریدریک - ویژگیها و روشهای آزمون

(تجدیدنظر)

رئیس	سمت یا نمایندگی
موسوی، سید رضا (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	دانشگاه صنعتی شریف
اعضاء	
احمدی، افسانه (لیسانس شیمی)	پتروشیمی آبادان
اشرفی، فریدون (دکترای شیمی فیزیک صنعتی)	دانشگاه پیام نور
تقی‌اف، مجید (دکترای شیمی معدنی)	دانشگاه مازندران و شرکت شیمی پژوهش آسیا
رضائی‌راد، میرزا عباس (لیسانس شیمی)	سازمان صنایع دفاع (پارچین)
ریاحی، صفیه (لیسانس شیمی کاربردی)	پژوهشگاه نیرو
سیاری، رسول (لیسانس شیمی محض)	شرکت نیرو کمر
عمرانی خواه، جلیل (فوق لیسانس شیمی فیزیک)	شرکت کلرپارس
میرحبیبی، افتخارالسادات (فوق لیسانی شیمی تجزیه)	دانشگاه الزهرا
دبیر	
متین‌فر، مهناز (لیسانس شیمی کاربردی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
پ...ب،پ	پیش‌گفتار.....
۱..	۱- هدف.....
۱..	۲- دامنه کاربرد.....
۱...	۳- مراجع الزامی....
۲....	۴- اصطلاحات و تعاریف...
۲.....	۵- طبقه‌بندی..
۲.....	۶- ویژگیها.....
۴..	۷- نمونه برداری..
۸..	۸- روشهای آزمون.....
۸.....زن	۸-۱- اندازه‌گیری رنگ برحسب واحدها
۱۲...	۸-۲- اندازه‌گیری غلظت...
۱۵ ...	۸-۳- اندازه‌گیری چگالی.....
۱۵...	۸-۴- اندازه‌گیری سولفاتها (برحسب SO_4^{-2})...
۱۹.....	۸-۵- اندازه‌گیری فلزات سنگین(برحسب سرب)...

- ۶-۸- اندازه‌گیری آرسنیک... ۲۱.....
- ۷-۸- اندازه‌گیری کلروبرم آزاد (برحسب ۳۲.... (Cl)
- ۸-۸- اندازه‌گیری آهن (برحسب Fe) .. ۳۴.....
- ۹-۸- اندازه‌گیری سولفیتها
(برحسب SO_3^{-2}) ... ۴۰....
- ۱۰-۸- اندازه‌گیری ترکیبات آمونیوم
(برحسب NH_4^+) ... ۴۱.
- ۱۱-۸- اندازه‌گیری جیوه (برحسب Hg)..... ۴۳....
- ۱۲-۸- اندازه‌گیری مس (برحسب Cu). ۴۸....
- ۱۳-۸- اندازه‌گیری سرب (برحسب Pb) ... ۵۲...
- ۹- بسته‌بندی.. ۵۶.....
- ۱۰- نشانه‌گذاری.. ۵۷....
- پیوست الف... ۵۸....

پیشگفتار

استاندارد اسید کلریدریک - ویژگیها و روشهای آزمون نخستین بار در سال ۱۳۵۳ تهیه شد. این استاندارد براساس پیشنهاد های رسیده و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در دویست و چهلین جلسه

کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۸۱/۱۰/۲۸ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استاندارد ارائه شود در تجدیدنظر بعدی مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ملی ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد.

در تهیه و تجدیدنظر این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای بین‌المللی و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منابع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

۱- استاندارد ملی ایران ۲۰۹ : ۱۳۷۰ ویژگیها و روشهای آزمون اسید کلریدریک (تجدیدنظر)

۲- استاندارد ملی ایران ۲۸۵۶ : ۱۳۶۷ روش کلی اندازه‌گیری آرسنیک بطریق فتومتری بادی اتیل دی تیوکاربامات نقره.

3- ISO 904:1976 Hydrochloric acid for industrial use – Determination of total acidity – Titrimetric method

4- ISO 905: 1976 Hydrochloric acid for industrial use – evaluation of

- hydrochloric acid concentration by measurement of density.
- 5- ISO 2211: 1973 Liquid chemical products – Measurement of colour in Hazen units (platinum cobalt scale)
 - 6- ISO 2762 : 1973 Hydrochloric acid for industrial use – determination of soluble sulphates – Turbidimetric method.
 - 7- ISO 6353/1: 1982 Reagents for chemical analysis – part 1: General test methods.
 - 8- ISO 6353/2: 1983 Reagents for chemical analysis – part 2: Specifications – first series.
 - 9- ASTM E 224: 1996 Standard test methods for analysis of Hydrochloric acid.
 - 10- ASTM E 1146:1997 Standards Specification for muriatic acid (Technical Grade Hydrochloric acid)
 - 11- BS 3993: 1966 Specification for Hydrochloric acid commercial (Types 1 and 2)
 - 12- IS 265: 1976 Specification for Hydrochloric acid

اسید کلریدریک – ویژگیها و روشهای آزمون

هدف

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

دامنه کاربرد

این استاندارد برای اسید کلریدریک آزمایشگاهی و اسید کلریدریک صنعتی به غیر از مصرف در صنایع غذایی، دارویی و الکترونیک کاربرد دارد.

یادآوری: برای استفاده از ویژگیهای اسید کلریدریک به عنوان مایع اسیدی پاک کننده

کاسه توالت به استاندارد ملی ایران به شماره ۳۶۴۳: سال ۱۳۷۴ مراجعه نمائید.

۳مراجع الزامی

مدرک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و / یا تجدیدنظر، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدرک مورد نظر نیست. معهذاً بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. 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- استاندارد ملی ۱۷۲۸ - سال ۱۳۸۱ آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه
ویژگیها و روشهای آزمون.

۴اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و / یا واژه‌ها با تعاریف زیر به کار می‌رود:

۴-۱ اسید کلریدریک

ماده شیمیائی است با فرمول HCl که به نوع صنعتی آن اسید موریاتیک نیز می‌گویند.

۵طبقه‌بندی

در این استاندارد اسید کلریدریک غلیظ به دو نوع آزمایشگاهی و صنعتی طبقه‌بندی

می شود.

۶ ویژگیها

۶-۱ ویژگیهای ظاهری

اسید کلریدریک دارای خواص دود کنندگی و بوی تند می باشد و با هر نسبتی در آب حل می گردد. اگر مقدار بسیار کمی آهن، کلر آزاد یا مواد آلی در آن وجود داشته باشد، رنگش زرد می شود، در غیر این صورت شفاف و بی رنگ است.

۶-۲ ویژگیهای شیمیائی

ویژگیهای شیمیائی اسید کلریدریک غلیظ نوع صنعتی و آزمایشگاهی باید مطابق جدول شماره یک باشد.

جدول ۱- ویژگیهای شیمیائی اسید کلریدریک آزمایشگاهی و صنعتی

ردیف	ویژگیها	حدود قابل قبول		روش آزمون
		آزمایشگاه	صنعتی	
۱	رنگ برحسب واحد هازن	بیشینه ۱۰	—	بند ۸-۱
۲	غلظت، برحسب درصد جرمی HCl	کمینه ۳۵	کمینه ۳۰	بند ۸-۲
۳	چگالی در ۲۰ درجه سلسیوس برحسب گرم در میلی لیتر	کمینه ۱/۱۷۴	کمینه ۱/۱۵۰	بند ۸-۳
۴	سولفات برحسب SO_4^{-2} ، قسمت در	بیشینه ۲	بیشینه	بند ۸-۴

	۱۰۰		میلیون	
بند ۵-۸	بیشینه ۲	—	فلزات سنگین (برحسب Pb)، قسمت در	۵
			میلیون	
بند ۶-۸	بیشینه ۱	بیشینه ۰/۰۳	آرسنیک (برحسب As) قسمت در	۶
			میلیون	
بند ۷-۸	بیشینه ۲۰	بیشینه ۱	کلروبرم آزاد (برحسب Cl) قسمت در	۷
			میلیون	
بند ۸-۸	بیشینه ۵	بیشینه ۰/۵	آهن (برحسب Fe)، قسمت در میلیون	۸
بند ۹-۸	بیشینه ۵۰	بیشینه ۲	سولفیتها (برحسب SO_3^{2-})،	۹
			قسمت در میلیون	
بند ۱۰-۸	—	بیشینه ۳	ترکیبات آمونیوم (برحسب NH_4)،	۱۰
			قسمت در میلیون	
بند ۱۱-۸	بیشینه ۱	بیشینه ۰/۰۱	جیوه (برحسب Hg)، قسمت در میلیون	۱۱
بند ۱۲-۸	بیشینه ۱	بیشینه ۰/۱	مس (برحسب Cu)، قسمت در میلیون	۱۲
بند ۱۳-۸	بیشینه ۱	بیشینه ۰/۲	سرب (برحسب Pb)، قسمت در میلیون	۱۳

۷ نمونه برداری

۷-۱ مقررات عمومی

در برداشت، نگهداری و تهیه نمونه مورد آزمون، دستورات و مراقبت‌های زیر باید رعایت شود.

- وسایل نمونه برداری باید خشک و تمیز باشد.

- برای محافظت از آلودگی نمونه‌ها، موادی که از آنها نمونه برداری می‌شود، ابزار نمونه برداری و ظروف نمونه‌ها باید دقت‌های لازم صورت گیرد.

- برای تهیه نمونه نماینده، محتویات هر ظرف که برای نمونه برداری انتخاب می‌شود باید با چرخاندن، تکان دادن و یا با یک وسیله مناسب و با احتیاط لازم به خوبی مخلوط و همگن گردد.

- نمونه‌ها باید در ظروف شیشه‌ای یا پلی اتیلنی مناسب، تمیز و خشک و کاملاً دربسته نگهداری شود.

- اندازه ظرف نمونه باید به گونه‌ای انتخاب گردد که به وسیله نمونه کاملاً پر شود.

- هرکدام از ظروف نمونه باید بعد از پر شدن با یک درپوش مناسب و غیرقابل نفوذ

در برابر هوا آب‌بندی شده و روی برچسب، کلیه اطلاعات نمونه برداری و تولید قید گردد.

۷-۲ میزان نمونه برداری

- بهر

کلیه ظروف از یک تولید واحد که تشکیل یک محموله از نمونه را می‌دهند، یک بهر گویند.

اگر مشخص شده باشد که محموله از تولیدهای مختلف تشکیل شده است. باید تولیدها به طور جداگانه نشانه‌گذاری شده و ظروف هر تولید در بهر جدائی قرار گیرد.

برای تعیین تطابق در یک بهر با ویژگیهای مندرج در این استاندارد، آزمونها باید روی هر بهر به طور جداگانه انجام گیرد. برای این منظور باید از هر بهر پنج ظرف به طور تصادفی انتخاب گردد.

یادآوری ۱: اگر تعداد ظروف در هر بهر هشت عدد یا کمتر است، تعداد ظروف انتخاب شده باید با توافق خریدار و فروشنده باشد.

روش ساده برای این نمونه‌برداری به این ترتیب است که ظروف هر بهر را به ترتیب بچینید، سپس از یک ظرف شروع به شمارش کنید به صورت ۱، ۲، ۳، ... تا به عدد r برسید که r برابر جزء صحیح نسبت $N/5$ می‌باشد. (که در آن N حجم بهر^۱ (تعداد اقلام تشکیل دهنده) بوده و عدد 5 حجم نمونه^۲ می‌باشد آن گاه آن ظرف را جدا کرده و به همان ترتیب ظروف بعدی را شمارش کنید و هر بار که به عدد r رسیدید آن ظرف را به عنوان نمونه جدا کنید تا تعداد نمونه به 5 عدد برسد.

یادآوری ۲: جهت استفاده از جداول اعداد تصادفی به منظور نمونه‌برداری به استاندارد ملی ایران به شماره ۲۳۰۵ سال ۱۳۶۸ رجوع کنید.

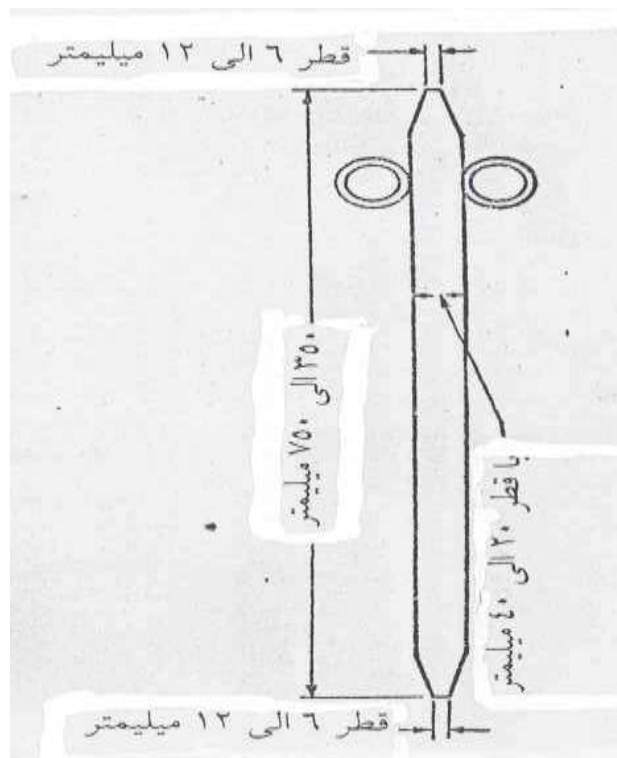
1 - Lot size

2 - Sample size

۳-۷ تهیه نمونه

۱-۳-۷ لوله نمونه برداری

لوله شیشه‌ای با قطر ۲۰ الی ۴۰ میلی‌متر و طول ۳۵۰ تا ۷۵۰ میلی‌متر که دو سر آن مخروطی شکل با قطر ۶ الی ۱۲ میلی‌متر باشد و دو حلقه در قسمت انتهای بالائی آن جهت حمل راحت‌تر این لوله شیشه‌ای تعبیه شده است. (برابر شکل شماره ۱).



شکل ۱- لوله نمونه برداری

برای ظروف کوچک، اندازه لوله نمونه برداری باید مناسب انتخاب شود.

۷-۳-۲ روش نمونه برداری

برای برداشتن نمونه، یک سر لوله را با درپوش یا انگشت شصت بسته و سر دیگر را تا عمق دلخواه وارد ظرف محتوی نمونه کرده و سپس سر لوله را برای زمان کوتاهی باز کرده تا نمونه وارد لوله شود و سپس سر لوله را ببندید و لوله را خارج نمائید.

هرکدام از ظروف انتخاب شده جهت نمونه برداری را با میله شیشه‌ای به هم بزنید و توسط لوله نمونه برداری حدود ۲۰۰ میلی لیتر اسید به عنوان یک نمونه شاخص کوچک خارج کنید. مقادیر کم ولی مساوی از هر کدام از ظروف را به کمک لوله نمونه برداری بیرون بکشید و مخلوط کنید به طوری که حجم مخلوط کمتر از ۶۰۰ میلی لیتر نباشد. این نمونه مرکب را به سه قسمت مساوی تقسیم کنید. یک قسمت برای عرضه کننده و یک قسمت برای خریدار و قسمت سوم به عنوان شاهد نگهداری می‌گردد.

باقیمانده نمونه هر ظرف را به سه قسمت مساوی تقسیم کنید. هر کدام از نمونه‌ها یک نمونه منفرد محسوب می‌گردد. اولین سری نمونه‌های منفرد هر ۵ ظرف نمونه برداری شده برای عرضه کننده دومین سری برای خریدار و سومین سری به عنوان شاهد مشخص می‌گردد.

تمام نمونه‌های مرکب و منفرد باید در بطری‌های جدا نگهداری شده و کاملاً آب بندی شده و نشانه‌گذاری شوند.

نمونه‌های شاهد، نمونه مرکب و ۵ سری نمونه‌های منفرد باید توسط خریدار و

عرضه کننده مهر و موم شده و در محلی با توافق طرفین نگهداری شود.

۷-۴ تعداد آزمونها

- اسیدیته کل برای هر کدام از پنج نمونه منفرد باید مورد آزمون قرار گیرد.

- آزمونهای مربوط به تعیین بقیه مشخصات موجود در جدول ویژگیها باید بر روی نمونه مرکب انجام گیرد.

۷-۵ معیار انطباق

۷-۵-۱ برای نمونه‌های منفرد

در مورد آزمون کل اسیدیته از ۵ نتیجه آزمون بدست آمده میانگین \bar{X} را حساب کنید و دامنه R را نیز محاسبه نمایید. که این دامنه R اختلاف بین نتایج بیشینه و کمینه بدست آمده از ۵ آزمون می‌باشد و حاصل $\bar{X} - 0.6R$ بعنوان کل اسیدیته مورد قضاوت قرار می‌گیرد.

۷-۵-۲ برای نمونه‌های مرکب

جهت انطباق نتایج آزمون سایر ویژگیهای جدول شماره یک و اعلام نتایج، آزمونها باید بر روی نمونه مرکب انجام گیرد.

۸ روشهای آزمون

یادآوری ۱: کلیه مواد شیمیائی مورد نیاز در این بند باید از نوع آزمایشگاهی باشد.

یادآوری ۲: منظور از آب مقطر در کلیه روشهای آزمون ارائه شده در این بند، آب

آزمایشگاهی مطابق استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸- سال ۱۳۸۱ «آب - مورد

مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگیها و روشهای آزمون» می‌باشد.

یادآوری ۳: در روش آزمونی که نوع اسید ذکر نشده، روش آزمون برای هر دو نوع اسید (صنعتی و آزمایشگاهی) بکار می‌رود.

یادآوری ۴: در کلیه روشهای آزمون از روشهای دستگاهی یا روشهای آزمون دیگر که دارای همان دقت روشهای آزمون مندرج در این استاندارد می‌باشند می‌توان استفاده نمود.

۸-۱ اندازه‌گیری رنگ برحسب واحدهازن^۱ در اسید کلریدریک آزمایشگاهی

۸-۱-۱ اساس کار

در این روش رنگ محلول نمونه باید با رنگ محلولهای استاندارد مقایسه شده و نتایج برحسب واحد رنگ هازن (پلاتین - کبالت) گزارش می‌گردد.

یادآوری: برای این آزمون می‌توان از دستگاههایی مانند مقایسه‌گر، رنگ سنج یا اسپکتروفتومتر استفاده کرد به شرطی که نتایج بدست آمده با نتایج بدست آمده چشمی همخوانی داشته باشد.

۸-۱-۲ اصطلاحات و تعاریف

- واحد رنگ هازن: رنگ محلولی که حاوی یک میلی‌گرم در لیتر پلاتین (به شکل اسید کلروپلاتینیک) در حضور دو میلی‌گرم در لیتر کلرید کبالت (II) ۶ آب باشد.

۸-۱-۳ مواد لازم

۸-۱-۳-۱ کلرید کبالت (II) ۶ آب: $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

۸-۱-۳-۲ اسید کلریدریک غلیظ: با چگالی تقریبی ۱/۱۹ گرم در میلی لیتر.

۸-۱-۳-۳ اسید کروپلاتینیک

۱/۰۰ گرم پلاتین را در یک جام چینی یا شیشه‌ای با مقداری تیزاب سلطانی (مخلوط اسید کلریدریک و نیتریک به نسبت ۳ به ۱) مخلوط کنید و آن را در حمام آب جوش حرارت دهید تا حل شود.

پس از حل شدن محلول را تا خشک شدن تبخیر کنید. این عمل را بیش از دو بار تکرار کنید. در این حالت ۲/۱۰ گرم اسید کروپلاتینیک (H_2PtCl_6) بدست می‌آید. یادآوری: می‌توان به جای اسید کروپلاتینیک از کروپلاتینات پتاسیم استفاده کرد.

۸-۱-۳-۴ کروپلاتینات پتاسیم (K_2PtCl_6)

۸-۱-۴-۴ وسایل لازم

۸-۱-۴-۱ وسایل معمول در آزمایشگاه

۸-۱-۴-۲ دو لوله رنگ سنجی

دو لوله ته صاف که دارای خط نشانه با ارتفاع حداقل ۱۰۰ میلی‌متر بالاتر از ته آن باشد. دو لوله باید کاملاً مشابه و از یک جنس باشد. بهتر است از دو لوله نسلر ۵۰ یا ۱۰۰ میلی‌لیتری برای این منظور استفاده کنید. برای اندازه‌گیری رنگهای ضعیفتر (کمتر از ۵۰۰ واحد هازن) ارتفاع خط نشانه از ته لوله باید بلندتر از وقتی باشد که رنگهای شدید را اندازه می‌گیریم و باید بلندی آن به گونه‌ای باشد که وقتی از بالای لوله به عمق محلول نگاه می‌کنید کاملاً به روشنی بتوانید رنگ استاندارد و نمونه را مقایسه کنید.

۸-۱-۵ طرز تهیه محلول استاندارد رنگ سنجی

۸-۱-۵-۱ محلول استاندارد رنگ سنجی: ۵۰۰ واحد هازن

۲/۰۰ گرم کلرید کبالت (II) و ۲/۱۰ گرم اسید کلروپلاتینیک یا ۲/۴۹ گرم کلروپلاتینات پتاسیم را در آب مقطر حل کرده و به یک بالن حجمی ۲۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و به آن ۲۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ افزوده و آن را با آب مقطر به حجم برسانید و خوب مخلوط کنید.

این محلول دارای رنگ معادل ۵۰۰ واحد هازن می باشد. (به یادآوری ۸-۱-۵-۲ مراجعه کنید).

۸-۱-۵-۲ محلولهای استاندارد هازن: محلولهای رقیق

در یک سری ۵ تائی بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری به وسیله پیمت حجمی حجمهای معین از محلول استاندارد رنگی ۸-۱-۵-۱ که در جدول ۲ مشخص شده بریزید و آنها را توسط آب مقطر تا خط نشانه رقیق کرده و کاملاً مخلوط کنید.

جدول ۲- محلولهای رقیق استاندارد هازن

رنگ معادل	حجم محلول استاندارد رنگی (۸-۱-۵-۱)
واحدهای هازن	میلی لیتر
۰	۰
۵	۵
۱۰	۱۰
۱۵	۱۵

یادآوری: محلولهای رنگی ۸-۱-۵-۱ و ۸-۱-۵-۲ را در محل تاریک و در ظروف دردار نگهداری کنید در این شرایط محلول استاندارد رنگی ۸-۱-۵-۱ برای مدت یک سال و محلولهای استاندارد ۸-۱-۵-۲ تقریباً یک ماه پایدار هستند. البته ترجیحاً بهتر است تازه تهیه شوند.

۸-۱-۶ روش کار

ابتدا محلول استاندارد رنگی جدول ۲ را که با رنگ محلول نمونه در مقایسه چشمی مطابقت می‌کند انتخاب کنید.

سپس دو لوله رنگ سنجی را به ترتیب با مقدار کافی از نمونه و محلول استاندارد تا خط نشانه پر کنید.

لوله‌ها را در زمینه سفیدی قرار دهید و در نور روز یا لامپی که نوری معادل نور روز ایجاد می‌نماید، از بالای لوله‌ها یکی یکی نگاه کنید. در صورت لزوم رنگ محلول را با رنگ سایر محلولهای استاندارد مقایسه کنید. تا رنگ معادل برحسب واحد هازن بدست آید.

یادآوری ۱: اگر رنگ محلول نمونه با هیچکدام از محلولهای رنگی استاندارد هازن (زرد قهوه‌ای) مطابقت نداشت در صورت امکان رنگی را تخمین زده و آن رنگ مشاهده شده را شرح دهید.

یادآوری ۲: برای کنترل‌های روزمره از یک رنگ سنج یا اسپکتروفوتومتر با طول موج ۵۷۵ نانومتر نیز می‌توان استفاده کرد. البته دستگاه باید توسط محلول‌های استاندارد رنگی (۸-۱-۵-۲) کالیبره شود و مشروط بر اینکه نتایج بدست آمده چشمی، نتایج بدست آمده از دستگاه را تأیید نماید.

یادآوری: دستگاهها و لوازم دیگری وجود دارند که مقایسه چشمی رنگ را قادر می‌سازند. به عنوان مثال می‌توان از صفحات گرد شیشه‌ای رنگی استفاده نمود که معادل استانداردهای مختلف واحد هازن می‌باشند. که استفاده از این لوازم و وسایل که دارای استانداردهای بسیار پایدار هستند وقتی مقدر است که نتایج بدست آمده از این روش با نتایج بدست آمده از طریق مقایسه با محلول‌های رنگی استانداردهای هازن یکی باشد.

۸-۲ اندازه‌گیری غلظت

۸-۲-۱ اساس کار

در این آزمون اسیدیته کل به روش حجم سنجی (تیتراسیون) در حضور شناساگر قرمز متیل یا فنل فتالئین و یا بروموکرزول سبز با استفاده از هیدروکسید سدیم

استاندارد اندازه‌گیری می‌شود و به صورت غلظت بر حسب درصد جرمی HCl گزارش می‌گردد.

۸-۲-۲ مواد لازم

۸-۲-۲-۱ محلول هیدروکسید سدیم:

محلول استاندارد ۰/۵ مول در لیتر.

۸-۲-۲-۲-۲ محلول شناساگر:

یادآوری: فقط یکی از محلولهای شناساگر زیر را استفاده کنید.

۸-۲-۲-۲-۱ محلول شناساگر قرمزمتیل: ۰/۱ درصد جرمی

۰/۱ گرم از پودر قرمز متیل را در مقداری آب مقطر حل کرده و آن را توسط آب مقطر به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۲-۲-۲-۲ محلول شناساگر بروموکروزول سبز: ۰/۱ درصد جرمی

۰/۱ گرم از پودر بروموکروزول سبز را در اتانول ۹۵ درصد حجمی (v/v) حل کرده و آن را توسط اتانول به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۲-۲-۲-۳ محلول شناساگر فنل فتالئین: ۰/۱ درصد جرمی

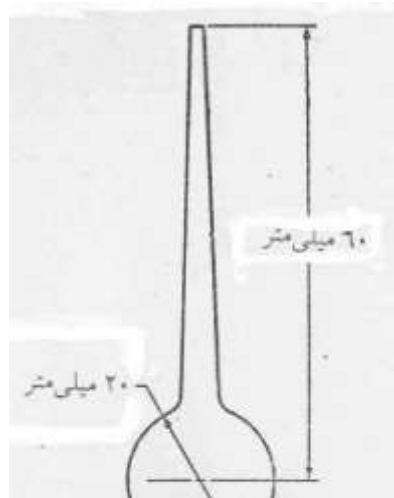
۰/۱ گرم از پودر فنل فتالئین را در مقداری اتانول ۶۰ درصد حجمی (v/v) حل کرده و آنرا توسط همان اتانول به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۲-۳ وسایل لازم

۸-۲-۳-۱ وسایل معمول در آزمایشگاه

۸-۲-۳-۲ آمپول شیشه‌ای کروی - مطابق شکل ۲

یادآوری: از ظروف توزین دیگر یا آمپولهای شیشه‌ای نمونه برداری با ابعاد متفاوت نیز می‌توانید استفاده کنید.



شکل ۲- آمپول شیشه‌ای کروی

۸-۲-۴ روش آزمون

آمپول شیشه‌ای کروی را با دقت $0/1$ میلی‌گرم توزین کنید و حباب آنرا روی شعله به آرامی حرارت دهید تا هوای آمپول خارج شود. سپس نوک باریک آمپول را داخل اسید فرو برده و پس از اینکه حدود $0/5$ الی $1/5$ میلی‌لیتر اسید وارد آمپول گردید آنرا بیرون آورده و نوکش را با کاغذ صافی خشک کرده و با حرارت دادن روی شعله با دقت آنرا ببندید. پس از خنک شدن آمپول آنرا با آب مقطر شسته و با کاغذ صافی به دقت خشک کنید و به مدت نیم ساعت در دسیکاتور قرار دهید سپس با توزین مجدد آمپول با دقت $0/1$ میلی‌گرم، وزن اسید برداشته شده را معلوم کنید. آمپول را در یک ارلن مایر در سمباده‌ای (پیرکس) 500 میلی‌لیتری که حاوی 200 میلی‌لیتر آب مقطر می‌باشد قرار داده و در آن را ببندید و در حال سرد کردن ارلن با آب و با تکان دادن ارلن آمپول را بشکنید. تکان دادن و خنک کردن بالن را آنقدر ادامه دهید تا بخارات اسید کاملاً جذب شود. در ارلن را برداشته و در سمباده‌ای و بدنه داخلی آنرا با آب مقطر بشوئید. سپس

محلول رقیق شده اسید را در مقابل چند قطره شناساگر با هیدروکسید سدیم ۰/۵ مول در لیتر (تا تغییر رنگ شناساگر متیل قرمز از قرمز به زرد، فنل فتالئین از بی‌رنگ به صورتی کمرنگ و بروموکروزول سبز از زرد به آبی) تیتیر کنید.

۸-۲-۵ محاسبه

مقدار کل اسیدیته برحسب درصد جرمی اسید کلریدریک از فرمول زیر بدست می‌آید.

$$\text{مقدار کل اسیدیته (درصد جرمی)} = \frac{3/646 \times V \times M}{m}$$

که در آن :

V = حجم هیدروکسید سدیم استاندارد مصرف شده در تیتراسیون برحسب میلی‌لیتر.

M = غلظت هیدروکسید سدیم استاندارد برحسب مول بر لیتر.

m = جرم اسید کلریدریک توزین شده جهت آزمون برحسب گرم.

۸-۳ اندازه‌گیری چگالی^۱

۸-۳-۱ اساس کار

در این آزمون چگالی اسید کلریدریک در دمای ۲۰ درجهٔ سلسیوس توسط هیدرومتر تعیین می‌گردد.

۸-۳-۲ وسایل لازم

۸-۳-۲-۱ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه

۸-۳-۲-۲ هیدرومتر: مدرج شده تا سه رقم بعد از اعشار با دقت ۰/۰۰۵ گرم در

میلی‌لیتر در محدودهٔ چگالی ۱/۱۰۰ تا ۱/۲۰۰ گرم در میلی‌لیتر و کالیبره شده در ۲۰

درجهٔ سلسیوس.

۸-۳-۲-۳ لولهٔ استوانه شیشه‌ای

با گنجایش حداقل ۵۰۰ میلی‌لیتر و با قطر حداقل ۲۵ میلی‌متر بزرگتر از قطر هیدرومتر (بند ۸-۲-۳-۲) و بلندی حداقل ۲۵ میلی‌متر بلندتر از سطح شناور هیدرومتر (بند ۸-۳-۲-۲).

۸-۳-۳ روش آزمون

حدود ۵۰۰ میلی‌لیتر از نمونهٔ اسید را در لولهٔ استوانهٔ شیشه‌ای (۸-۳-۲-۳) بریزید. و دمای آنرا در 20 ± 0.5 درجهٔ سلسیوس تنظیم کنید. سپس به آرامی هیدرومتر مناسب را درون اسید وارد کنید تا غوطه‌ور گردد و به حال تعادل برسد. سپس دما را مجدداً در 20 ± 0.5 درجهٔ سلسیوس تنظیم کنید. حال میزان چگالی اسید را یادداشت کنید.

یادآوری: در پیوست الف ارتباط غلظت و چگالی در دمای ۲۰ درجه سلسیوس داده شده است.

۸-۴ اندازه‌گیری سولفاتها (برحسب SO_4^{-2})

۸-۴-۱ اساس کار

در این روش نمونه تا خشک شدن تبخیر شده و باقیمانده در اسید کلریدریک حل می‌شود. سپس کدورت سولفات باریم ایجاد شده حاصل از افزایش کلریدباریم اندازه‌گیری می‌گردد.

این روش برای اسید کلریدریکی که کمتر از ۰/۱ درصد جرمی سولفات محلول

(برحسب SO_4^{-2}) دارد کاربرد دارد.

یادآورید صورتی که غلظت سولفات در نمونه بیشتر از ۱۰۰ میلی‌گرم در کیلوگرم باشد از این روش نمی‌توان استفاده کرد.

۸-۴-۲ مواد لازم

۸-۴-۲-۱ کلرید باریم دوآبه

دارای ذرات یک شکل با اندازه ذرات بین ۰/۵ تا ۱/۲۵ میلیمتر با استفاده از الک این اندازه ذرات را می‌توانید جدا کنید.

۸-۴-۲-۲ کربنات سدیم: تقریباً ۰/۵ مول در لیتر

حدود ۵/۳ گرم کربنات سدیم بدون آب را وزن کرده و در مقداری آب مقطر حل نموده و به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۸-۴-۲-۳ اسید کلریدریک: تقریباً یک مول در لیتر

حدود ۸/۳ میلی‌لیتر اسید کلریدریک غلیظ با چگالی تقریبی ۱/۱۹ گرم در میلی‌لیتر را با احتیاط به مقداری آب مقطر افزوده و حجم آن را به ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۸-۴-۲-۴ محلول استاندارد سولفات: شامل ۱۰۰ میکروگرم SO_4 در هر میلی‌لیتر

۰/۱۸۱۸ گرم سولفات پتاسیم را در مقداری آب مقطر حل کرده و آن را در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری به حجم برسانید.

۸-۴-۳ وسایل لازم

۸-۴-۳-۱ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه

۸-۴-۳-۲ اسپکتروفتومتر با قابلیت تنظیم در ۴۷۰ نانومتر

۸-۴-۴-۴-۸ روش کار

۸-۴-۴-۱ روش تهیه محلول آزمون

مقداری از نمونه را که شامل ۰/۵ تا ۴ میلی‌گرم SO_4 می‌باشد را با تقریب ۰/۰۱ گرم وزن کنید. در صورت کدر بودن نمونه را قبل از توزین از کاغذ صافی خشکی عبور داده و در یک ظرف خشک جمع‌آوری کنید. البته ۲۰ میلی‌لیتر اول را دور بریزید. یادآوری: در این روش سولفاتهای مواد نامحلول اندازه‌گیری نمی‌شود.

حال آزمون را به یک ظرف تبخیر با ظرفیت مناسب منتقل کرده و ۲ میلی‌لیتر محلول کربنات سدیم (بند ۸-۴-۲-۲) به آن بیافزائید و آنرا در حمام آب جوش تا خشک شدن تبخیر کنید. و باقیمانده را در ۵ میلی‌لیتر محلول اسید کلریدریک (بند ۸-۴-۲-۲-۳) و ۲۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید. چند دقیقه آن را در حمام آب جوش حرارت داده سپس سرد کنید. سپس محلول را به طور کامل به یک بالن حجمی ۵۰ میلی‌لیتری منتقل نموده و آنرا به حجم برسانید.

۸-۴-۴-۲ روش تهیه محلول شاهد

همزمان با تهیه محلول نمونه یک محلول شاهد با همان میزان از معرفهای استفاده شده جهت تهیه محلول نمونه تهیه کنید. فقط به جای استفاده از نمونه از ۵ میلی‌لیتر محلول استاندارد سولفات (بند ۸-۴-۲-۴) استفاده کنید.

یادآوری: منحنی کالیبراسیون در مقادیر ۰/۵ تا ۴ میلی‌گرم SO_4 به صورت خطی است.

۸-۴-۳ روش تهیه محلولهای استاندارد

در ۵ بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری به کمک پیپت یا بورت حجمهای ۰،۵، ۱،۰، ۲،۰، ۳،۰ و ۴،۰ میلی لیتر از استاندارد سولفات (بند ۸-۴-۲) بریزید که آنها به ترتیب دارای مقادیر ۰، ۰/۵ و ۱/۰، ۲/۰، ۳/۰ و ۴/۰ میلی گرم SO_4 می باشند به هر کدام ۲ میلی لیتر محلول کربنات سدیم (بند ۸-۴-۲) و ۵ میلی لیتر محلول اسید کلریدریک (بند ۸-۴-۲) بیافزائید و مخلوط کرده به حجم برسانید.

۸-۴-۴ واکنش کدر شدن

به ترتیب ۲۵ میلی لیتر از نمونه، محلول شاهد و هر کدام از محلولهای استاندارد (بجز محلول صفر) را به کمک پیپت یا بورت به بشرهای خشک ۱۰۰ میلی لیتری حاوی ۰/۱۵ گرم کلرید باریوم افزوده و یک دقیقه با سرعت ۲ دور در ثانیه با دست هم بزنیید تا کلرید باریوم به طور کامل حل شود. سپس آنها را به مدت ۱۵ دقیقه در دمای ± 2 درجه سلسیوس به طور ثابت قرار دهید.

۸-۴-۵ اندازه گیری

دستگاه اسپکتروفتومتر را طبق دستور کار دستگاه روشن کرده و آنرا در طول موج ۴۷۰ نانومتر تنظیم کنید. سپس با محلول صفر استاندارد، دستگاه را صفر کرده و پس از هم زدن محلولها، به ترتیب جذب محلولهای استاندارد، شاهد و نمونه را بخوانید.

منحنی جذب محلولهای استاندارد را برحسب غلظت SO_4^{-2} برحسب میلی گرم رسم نموده و با توجه به جذب محلول نمونه و شاهد، غلظت سولفات را در محلول نمونه

بدست آورید.

۸-۴-۵ محاسبه

مقدار سولفات موجود در نمونه برحسب قسمت در میلیون SO_4^{-2} از فرمول زیر بدست می آید.

$$\text{سولفات (برحسب } \text{SO}_4^{-2} \text{ قسمت در میلیون)} = \frac{m_1 - (m_2 - 0/5)}{m_0} \times 10^3 = \frac{m_1 - m_2 + 0/5}{m_0} \times 10^3$$

میلیون

m_0 = جرم نمونه جهت تهیه محلول آزمون برحسب گرم.

m_1 = جرم سولفات موجود در محلول آزمون (بند ۸-۴-۴-۱) برحسب میلی گرم.

m_2 = جرم سولفات موجود در محلول شاهد (بند ۸-۴-۱-۲) برحسب میلی گرم.

۰/۵ = جرم سولفات موجود در محلول استاندارد که به محلول شاهد افزوده شده

است برحسب میلی گرم.

۸-۵ اندازه گیری فلزات سنگین (برحسب سرب)

۸-۵-۱ اساس کار

در این روش آزمون رنگ ناشی از واکنش فلزات سنگین با یون سولفید در محیط

اسید ضعیف با رنگ ناشی از واکنش محلول استاندارد سرب با یون سولفید در همان

محیط اسیدی مقایسه می شود

۸-۵-۲ مواد لازم

۸-۵-۲-۱ محلول هیدروکسید آمونیم: محلول حدوداً ۶ مول در لیتر

حدود ۲۲۰ میلی لیتر محلول هیدروکسید آمونیم غلیظ با چگالی حدوداً ۰/۹۱ گرم در میلی لیتر را با آب مقطر به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۵-۲-۲ محلول اسید استیک: حدود ۳۳ درصد جرمی

حدود ۱۶۵ میلی لیتر اسید استیک غلیظ با چگالی حدوداً ۱/۰۵۱ گرم در میلی لیتر را با آب مقطر به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۵-۲-۳ محلول سولفید سدیم: ۱۰ درصد جرمی

۱۰ گرم سولفید سدیم را در مقدار کمی آب مقطر حل کنید و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. سپس محلول را صاف کرده و در یک بطری شیشه‌ای تیره نگهداری کنید.

۸-۵-۲-۴ محلول استاندارد سرب: محلول دارای ۱۰۰ میکروگرم در میلی لیتر سرب

۰/۱۶۰ گرم نیترات سرب را در مقداری آب مقطر حل کرده و به آن یک میلی لیتر اسید

نیتریک غلیظ با چگالی حدوداً ۱/۴۰ گرم در میلی لیتر بیافزائید و آنرا در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری توسط آب مقطر به حجم برسانید.

۸-۵-۲-۵ محلول استاندارد سرب: محلول دارای یک میکروگرم در میلی لیتر سرب

۱۰ میلی لیتر از محلول ۸-۵-۲-۴ را به کمک پیپت به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری

منتقل کرده و توسط آب مقطر به حجم برسانید. در هر میلی لیتر از این محلول یک

میکروگرم سرب برحسب Pb وجود دارد.

۸-۵-۳ وسایل لازم

۸-۵-۳-۱ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه.

۸-۵-۳-۲ لوله نسلر - با ظرفیت ۵۰ میلی لیتر.

۸-۵-۴ روش کار

۸-۵-۴-۱ روش تهیه محلول آزمونه

۴ گرم اسید مورد آزمون (یا حجم معادل آن) را با دقت ۰/۰۱ گرم توزین و به یک بشر ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و آنرا با آب مقطر تا ۲۵ میلی لیتر رقیق نمائید، محلول را با هیدروکسید آمونیوم (بند ۸-۵-۲-۱) خنثی کرده و سپس با یک میلی لیتر اسید استیک (بند ۸-۵-۲-۲) اسیدی کنید و آنرا کاملاً به درون لوله نسلر منتقل کنید، ده قطره محلول سولفید سدیم (۸-۵-۲-۳) به آن بیافزائید و تا خط نشانه آنرا رقیق کنید.

۸-۵-۴-۲ روش تهیه محلول مقایسه

۲۵ میلی لیتر آب مقطر به درون لوله نسلر دیگری بریزید و بر آن ۸ میلی لیتر محلول استاندارد سرب (۸-۵-۲-۵) و یک میلی لیتر اسید استیک (بند ۸-۵-۲-۲) و ده قطره محلول سولفید سدیم (۸-۵-۲-۳) بیافزائید و آنرا تا خط نشانه رقیق کنید.

۸-۵-۴-۳ نتیجه گیری

کدورت حاصل شده در دو لوله را با هم مقایسه کنید، کدورت محتوی محلول آزمونه نباید بیشتر از کدورت محلول استاندارد باشد.

۸-۶ اندازه گیری آرسنیک

۸-۶-۱ نوع صنعتی

۸-۶-۱-۱ اساس کار

آرسنیک موجود در اسید کلریدریک توسط فلز روی احیاء شده و به گاز آرسین

(II) (AsH_3) تبدیل می‌شود. گاز تولید شده در تماس با کاغذ آغشته به برمید جیوه

لکه‌ای ایجاد می‌کند که رنگ آن از زرد تا نارنجی و قهوه‌ای متغیر است. رنگ لکه

حاصله با رنگ لکه تولید شده از محلولی با مقدار معین آرسنیک مقایسه می‌گردد.

یادآوری: این روش برای اندازه‌گیری حداقل یک میلی‌گرم در کیلوگرم آرسنیک کاربرد

دارد.

۸-۶-۱-۲ مواد لازم

یادآوری: آب مقطر و کلیه مواد شیمیایی مورد مصرف در این آزمون باید بدون

آرسنیک بوده یا مقدار آرسنیک در آنها بسیار ناچیز باشد.

۸-۶-۱-۲-۱ محلول خنثی استات سرب: تقریباً ۵ درصد جرمی.

۵ گرم استات سرب را در مقداری آب مقطر حل نموده و سپس به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر

برسانید در صورت نیاز با اسید استیک رقیق (یک به سه) خنثی کنید.

۸-۶-۱-۲-۲ پنبه آغشته به استات سرب:

پنبه‌های گلوله‌ای شکل با قطر ۵ الی ۶ میلیمتر تهیه کرده و آنها را درون محلول

استات سرب (بند ۸-۶-۱-۲-۱) فرو برید و سپس آب اضافی آنها را با فشردن بین

دو الی سه ورق کاغذ صافی خارج نمایید.

۸-۶-۱-۲-۳ اسید سولفوریک رقیق: ۱/۴

یک حجم اسید سولفوریک غلیظ با چگالی تقریبی ۱/۸۴ گرم در میلی‌لیتر را با احتیاط

و به آرامی با ۴ حجم آب مقطر مخلوط کنید.

۸-۶-۱-۲-۴ محلول کلرید سدیم اسیدی

۱۰۰ گرم کلرید سدیم را در مقداری اسید سولفوریک رقیق (بند ۸-۶-۱-۲-۳) حل کرده و با همان اسید به حجم ۱۰۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۸-۶-۱-۲-۵ محلول سولفات مضاعف آهن (III) آمونیوم $(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2 (\text{SO}_4)_3 \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$ را در مقداری آب مقطر حل کرده و ۱۰ میلی‌لیتر محلول کلرید سدیم اسیدی (بند ۸-۶-۱-۲-۴) را به آن افزوده و تا ۱۰۰۰ میلی‌لیتر با آب مقطر رقیق کنید.

۸-۶-۱-۲-۶ محلول کلرید قلع (II)

۲۲/۶ گرم $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ را در ۵۶ میلی‌لیتر محلول کلرید سدیم اسیدی (بند ۸-۶-۱-۱-۳-۲) حل کرده و تا ۱۰۰۰ میلی‌لیتر با آب مقطر رقیق کنید درون محلول چند تکه قلع خالص افزوده و در بطری شیشه‌ای تیره‌رنگ نگهداری کنید.

۸-۶-۱-۲-۷ دانه‌های روی با قطر ۴ الی ۵ میلی‌متر

دانه‌های روی را قبل از استفاده با محلول کلرید سدیم اسیدی (بند ۸-۶-۱-۲-۳) و سپس آب مقطر بشوئید.

۸-۶-۱-۲-۸ محلول برمید جیوه (II) الکلی: ۵ درصد جرمی

۵ گرم $\text{Hg}(\text{Br})_2$ را در مقداری الکل اتیلیک ۹۵ درصد حجمی (V/V) حل کرده و با همان الکل به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۸-۶-۱-۲-۹ کاغذ صافی آغشته به برمید جیوه (II)

کاغذهای صافی (با جرم تقریبی ۸ الی ۱۲ میلی‌گرم بر سانتی‌متر مربع) تهیه کنید. بهتر است از کاغذ واتمن شماره ۴۴ یا معادل آن استفاده کنید. آنها را به مدت یک

ساعت در محلول برومید جیوه (II) (بند ۸-۶-۱-۲-۸) قرار دهید و سپس آنها را خارج نموده و آب اضافی آن را تخلیه و در یک دسیکاتور محتوی کلرید کلسیم بدون آب خشک کنید. این کاغذ صافی را به صورت قطعات $۲/۵ \times ۱۲۰$ میلی متر ببرید. سپس آنها را در محیط تاریک و ظروف سر سمباده‌ای نگهداری کنید. در هنگام استفاده از این کاغذ از انبرک استفاده کنید. (از کاغذهای آماده هم می‌توان استفاده نمود)

۸-۶-۱-۲-۱۰ کلرات پتاسیم جامد

۸-۶-۱-۲-۱۱ اسید سولفوریک غلیظ

با چگالی تقریبی $۱/۸۴$ گرم بر میلی لیتر.

۸-۶-۱-۲-۱۲ محلول هیدروکسید سدیم: ۳۵ درصد جرمی

۳۵ گرم هیدروکسید سدیم را در مقداری آب مقطر حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۶-۱-۲-۱۳ محلول استاندارد آرسنیک: محلول یک میکروگرم در میلی لیتر As

۰/۱۳۲ گرم از اکسید آرسنیک (III) را با دقت $۰/۱$ میلی گرم توزین و در ۲۰ میلی لیتر محلول هیدروکسید سدیم ۳۵ درصد جرمی حل کنید و با آب مقطر تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. سپس به آرامی ۱۰ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ به آن افزوده و در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری توسط آب مقطر به حجم برسانید. سپس ۱۰ میلی لیتر از آن را با پیپت به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و به حجم برسانید. هر میلی لیتر از این محلول محتوی یک میکروگرم آرسنیک می‌باشد.

۸-۶-۱-۳ وسایل لازم

یادآوری: کلیه ظروف مورد استفاده باید عاری از آرسنیک باشد.

۸-۶-۱-۳-۱ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه

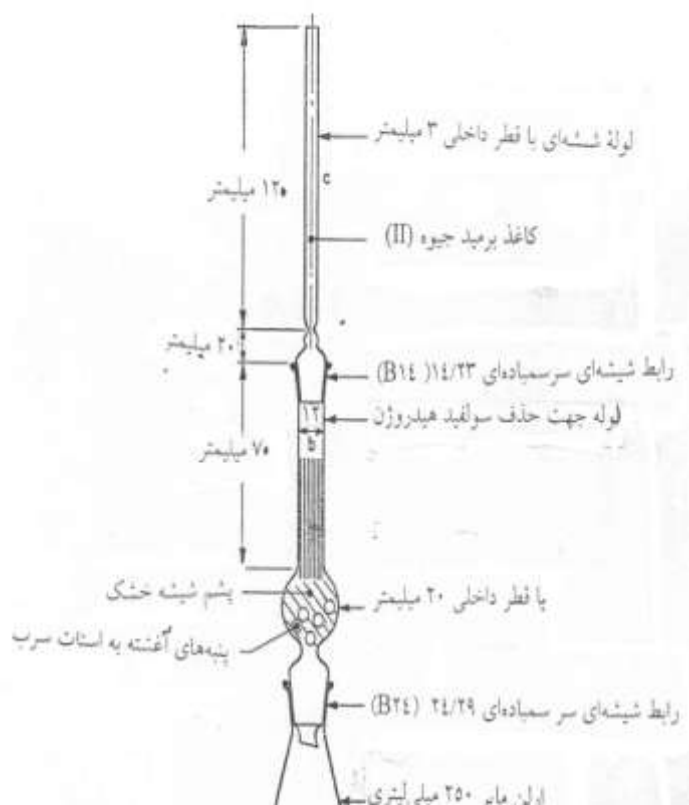
۸-۶-۱-۳-۲ وسیله شیشه‌ای مخصوص، جهت اندازه‌گیری آرسنیک مطابق شکل ۳ که شامل قسمتهای زیر می‌باشد.

ارلن a: ارلن مایر ۲۵۰ میلی‌لیتری از جنس بورو سیلیکات که با رابط سر سمباده‌ای به قسمتهای بعدی متصل می‌گردد.

لوله b: لوله جهت خروج سولفید هیدروژن با قطر داخلی ۱۲ میلیمتر و ارتفاع ۷۰ میلیمتر بالای حبابی با قطر ۲۰ میلیمتر که در انتهای حباب، یک لایه نازکی از پشم شیشه مخلوط با گلوله‌های پنبه‌ای آغشته به استات سرب قرار دارد به طوری که این گلوله‌های پنبه‌ای ۱/۳ حجم حباب را در برمی‌گیرد.

لوله C: لوله شیشه‌ای با قطر داخلی ۳ میلیمتر و بلندی ۱۲۰ میلیمتر که در قسمت

انتهای پائین کاملاً باریک می‌باشد که در این لوله کاغذ آغشته به برومید جیوه (II) قرار داده می‌شود.



شکل ۳- دستگاه شیشه‌ای جهت اندازه‌گیری آرسنیک

۸-۶-۱-۴ روش آزمون

۸-۶-۱-۴ روش تهیه نمونه

۵ گرم از اسید مورد آزمون (یا حجم معادل آن را با توجه به چگالی بدست آمده) با

دقت ۰/۰۱ گرم توزین و به درون بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. مقدار کمی

کریستال کلرات پتاسیم و ۵ میلی‌لیتر اسید سولفوریک غلیظ به آن افزوده و در حمام

شنی تبخیر نمائید. تا بخار سفید نمایان شود. آنرا سرد نموده و به دقت به ارلن مایر

۲۵۰ میلی‌لیتری a منتقل کنید و ۱۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن بیافزائید.

۸-۶-۱-۴ روش تهیه محلول استاندارد

۵ میلی‌لیتر از محلول استاندارد آرسنیک (بند ۸-۶-۱-۲-۱۳) را به ارلن مایر ۲۵۰

میلی‌لیتری (a) دیگری بریزید و ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن بیافزائید.

۸-۶-۱-۴ انجام واکنش

سپس به هر کدام از ارلن مایرهای a محتوی نمونه و محلول استاندارد به ترتیب ۱۰

میلی‌لیتر محلول سولفات آمونیم آهن (III) (بند ۸-۶-۱-۲-۵) و ۲۰ میلی‌لیتر محلول

کلرید قلع (II) بند ۸-۶-۱-۲-۶) به آن بیافزائید و آنها را تا ۲۰ درجه سلسیوس با قراردادن در آب سرد خنک کنید. ۱۰ گرم روی دانه‌ای (۸-۶-۱-۲-۷) به هر کدام افزوده و فوراً به لوله‌های جذبی b و c متصل کنید.(مطابق شکل ۱) و در درون آب ۲۰ الی ۲۵ درجه سلسیوس قرار دهید. و اجازه دهید تا یک ساعت واکنش کامل شود. سپس کاغذ آغشته به برمید جیوه (II) نمونه و محلول استاندارد را خارج نموده و رنگ حاصل را با هم مقایسه کنید. رنگ حاصل از آزمون نباید از رنگ حاصل از محلول استاندارد بیشتر باشد.

یادآوری: کاغذهای برمید جیوه (II) رنگی شده را می‌توان در محل تاریک و ظرف دربسته به مدت چندماه نگهداری نمود.

۸-۶-۲ نوع آزمایشگاهی

۸-۶-۲-۱ اساس کار

در این روش آرسنیک موجود در اسید کلریدریک به وسیله روی احیاء شده و به آرسین (AsH_3) تبدیل می‌شود. گاز آرسین در محلول دی اتیل دی تیوکاربامات نقره در پیریدین جذب می‌گردد و ایجاد رنگ قرمز می‌نماید. رنگ حاصل از محلول نمونه با رنگ حاصل از واکنش آرسنیک موجود در محلول استاندارد مقایسه چشمی می‌شود.

۸-۶-۲-۲ مواد لازم

یادآوری: آب مقطر و کلیه مواد شیمیائی مورد مصرف در این آزمون باید بدون آرسنیک بوده و یا مقدار آرسنیک در آنها بسیار ناچیز باشد.

۸-۶-۲-۱ محلول خنثی استات سرب: تقریباً ۵ درصد جرمی

۵ گرم استات سرب را در مقداری آب مقطر حل نموده و سپس به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید و در صورت نیاز با اسید استیک رقیق (یک به سه) خنثی کنید.

۸-۶-۲-۲-۲ محلول هیدروکسید سدیم: ۵ درصد جرمی

۵ گرم هیدروکسید سدیم را در مقداری آب مقطر حل کنید و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۶-۲-۲-۳ محلول استاندارد آرسنیک: محلول ۱۰۰ میکروگرم در میلی لیتر As

۰/۱۳۲ گرم اکسید آرسنیک (III) را با دقت ۰/۱ میلی گرم توزین و به آن ۲ میلی لیتر محلول هیدروکسید سدیم ۵ درصد جرمی بیافزائید تا حل شود. سپس محلول را به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و توسط آب مقطر به حجم برسانید.

۸-۶-۲-۲-۴ محلول استاندارد آرسنیک: محلول ۰/۵ میکروگرم در میلی لیتر As

۵ میلی لیتر از محلول استاندارد آرسنیک (۸-۶-۲-۲-۳) را به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و توسط آب مقطر به حجم برسانید. یادآوری: این محلول را تازه تهیه کنید.

۸-۶-۲-۲-۵ محلول استاندارد آرسنیک: محلول ۰/۰۵ میکروگرم در میلی لیتر As

۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد آرسنیک (۸-۶-۲-۲-۴) را به یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و توسط آب مقطر به حجم برسانید. یادآوری: این محلول را تازه تهیه کنید.

۸-۶-۲-۲-۶ پنبه آغشته به استات سرب

۵۰ گرم استات سرب با سه مولکول آب تبلور را در ۲۵۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید

و پنبه کوچکی (متناسب با حجم لوله) را به این محلول آغشته نمائید. سپس آب اضافی آنها را با فشردن بین دو الی سه ورق کاغذ صافی خارج کنید. پنبه را در زیر هواکش در دمای معمولی قرار دهید تا خشک شود.

پنبه‌ها را در یک ظرف غیرقابل نفوذ در مقابل هوا، نگهداری کنید.

۸-۶-۲-۲-۷ محلول دی اتیل دی تیوکاربامات نقره: محلول ۰/۵ درصد جرمی در پیریدین.

یادآوری ۱: به علت سمی بودن پیریدین و بوی نامطبوع آن باید در زیر هود و با احتیاط به کار برده شود.

یک گرم دی اتیل دی تیوکاربامات نقره را در پیریدین با چگالی تقریبی ۰/۹۸ گرم در میلی‌لیتر حل کنید و با همان محلول پیریدین به حجم ۲۰۰ میلی‌لیتر برسانید. محلول را در بطری شیشه‌ای تیره‌رنگ دربسته، دور از نور نگهداری کنید.

یادآوری ۲: این محلول تا دو هفته قابل استفاده است.

۸-۶-۲-۲-۸ محلول یدید پتاسیم: محلول ۱۵ درصد جرمی.

۱۵ گرم یدید پتاسیم را در مقداری آب مقطر حل کرده و با آب مقطر به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۸-۶-۲-۲-۹ محلول اسیدی کلرید قلع (II): محلول تقریباً ۰/۴ درصد جرمی

۰/۴ گرم کلرید قلع (II) با دو مولکول آب تبلور ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) را در مخلوط ۲۵ میلی‌لیتر آب مقطر و ۷۵ میلی‌لیتر اسید کلریدریک با چگالی حدوداً ۱/۱۹ گرم در میلی‌لیتر حل کنید.

۸-۶-۲-۲-۱۰ روی گرانولی: با قطر تقریباً ۰/۵ تا یک میلیمتر.

۸-۶-۲-۲-۱۱ محلول سولفات مس (II): محلول تقریباً ۲ درصد جرمی.

۲ گرم سولفات مس (II) ۵ آبه را در مقداری آب مقطر حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۶-۲-۳ وسایل لازم

یادآوری: کلیه ظروف مورد استفاده باید عاری از آرسنیک باشد.

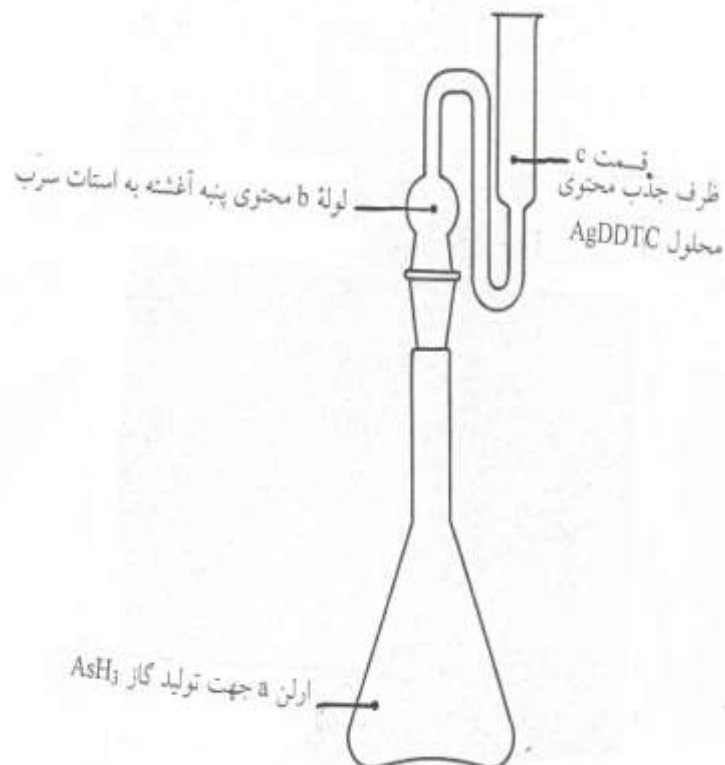
۸-۶-۲-۳-۱ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه

۸-۶-۲-۳-۲ وسیله شیشه‌ای مخصوص، جهت اندازه‌گیری آرسنیک مطابق شکل ۴ که شامل قسمت‌های زیر می‌باشد.

ارلن a: ارلن مایر ۱۰۰ میلی لیتری برای آزادسازی آرسین.

ارلن b: لوله رابط به منظور جذب سولفید هیدروژن.

قسمت C: ظرف جذب.



شکل ۴- دستگاه شیشه‌ای جهت اندازه‌گیری آرسنیک

۸-۶-۲-۴ روش کار

۸-۶-۲-۴ روش تهیه محلول آزمون

- ۲۰ گرم (یا حجم معادل آن) اسید کلریدریک آزمایشگاهی را با دقت ۰/۰۱ گرم وزن کرده و در ارلن a تا حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر رقیق کنید و به آن ۱۰ میلی‌لیتر محلول اسیدی کلرید قلع (II)(۸-۶-۲-۹) ۵ میلی‌لیتر محلول یدید پتاسیم. (۸-۶-۲-۸)، یک میلی‌لیتر محلول سولفات مس (۸-۶-۲-۱۱) بیافزائید و بگذارید ۱۵ دقیقه بماند.
- یک قطعه پنبه اشباع شده با استات سرب در لوله رابط b به منظور جذب هیدروژن سولفید که ممکن است همراه با آرسین متصاعد شود قرار دهید.
- اتصالات سمباده‌ای را با نوعی گریس که قابل حل در پیریدین نباشد چرب کنید پنج میلی‌لیتر دی اتیل دی تیوکاربامات نقره (۸-۶-۲-۷) در ظرف جذب بریزید و لوله رابط را با گیره اطمینان به ظرف جذب متصل کنید.
- بعد از ۱۵ دقیقه ۸ گرم روی به وسیله قیف مناسبی به داخل ارلن مایر a بریزید و بلافاصله دستگاه را مطابق شکل سوار کنید.

برای تکمیل واکنش بگذارید به مدت ۴۵ دقیقه بماند.

ظرف جذب را جدا کنید و آنرا به طور چرخشی هم بزنید تا رسوب قرمز تشکیل شده در قسمت پائین‌تر حل شود. سپس محلول را کاملاً بهم بزنید.

یادآوری: رنگ محلول در تاریکی به مدت ۲ ساعت پایدار است و آزمایش باید در این مدت انجام شود.

۸-۶-۲-۴-۲ روش تهیه محلول استاندارد

با استفاده از همان مقادیر از معرفها و به همان ترتیب که در تهیه محلول آزمون شرح داده شد. یک محلول مقایسه استاندارد بدون نمونه و با استفاده از یک میلی‌لیتر محلول ۰/۰۵ میکروگرم در میلی‌لیتر آرسنیک (۸-۶-۲-۲-۵) به جای نمونه تهیه کنید.

۸-۶-۲-۴-۳ نتیجه‌گیری

پس از انجام واکنش رنگ محلول آزمون و رنگ محلول استاندارد را با هم مقایسه کنید. شدت رنگ محلول آزمون نباید از شدت رنگ محلول استاندارد بیشتر باشد.

یادآوری: برای اندازه‌گیری آرسنیک در اسیدکلریدریک صنعتی و به ویژه

آزمایشگاهی به علت مقدار کم آرسنیک موجود می‌توان از دستگاههای مختلف نظیر دستگاه جذب اتمی مجهز به سیستم تولید بخار یا ICP و یا دستگاههای دیگر با توجه به کتابچه دستگاه و توصیه‌های لازم استفاده کرد.

۸-۷ اندازه‌گیری کلروبرم آزاد (برحسب Cl)

۸-۷-۱۱ اساس کار

کلروبرم موجود در اسید کلریدریک، یدید افزوده شده به آن را اکسید کرده و ید آزاد

شده توسط محلول استاندارد تیوسولفات سدیم در حضور چسب نشاسته تا بی‌رنگ شدن محلول آبی تیترا می‌شود.

۲-۷-۸ مواد لازم

۱-۲-۷-۸ محلول یدید پتاسیم ۱۰ درصد جرمی

۱۰ گرم یدید پتاسیم را در مقداری آب مقطر حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۲-۲-۷-۸ محلول نشاسته

۰/۵ گرم پودر نشاسته را با ۲/۵ میلی‌لیتر آب مقطر مخلوط کنید و خمیر ایجاد شده را به ۲۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر بیافزائید و کاملاً هم بزنید و به مدت ۱۵ دقیقه همراه هم زدن بجوشانید. سپس آن را در یک ظرف کوچک که به وسیله آب مقطر به مدت ۲ ساعت جوشیده و استریل شده نگهداری کنید.

۳-۲-۷-۸ محلول تیوسولفات سدیم: محلول استاندارد ۰/۱ مول بر لیتر

۴-۲-۷-۸ محلول تیوسولفات سدیم: محلول استاندارد ۰/۰۲۵ مول بر لیتر.

توسط پمپیت حجمی ۲۵ میلی‌لیتر از محلول استاندارد تیوسولفات سدیم ۰/۱ مول بر لیتر (بند ۳-۲-۷-۸) را به بالن حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و آنرا با آب مقطر به حجم برسانید.

۵-۲-۷-۸ محلول تیوسولفات سدیم: محلول استاندارد ۰/۰۰۲۵ مول بر لیتر

توسط پمپیت حجمی ۲۵ میلی‌لیتر از محلول تیوسولفات سدیم ۰/۱ مول بر لیتر (بند ۳-۲-۷-۸) را به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و آنرا با آب مقطر به حجم

برسانید.

۳-۷-۸ وسایل لازم

۱-۳-۷-۸ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه

۲-۳-۷-۸ میکرو بورت

۴-۷-۸ روش کار

۲۰ میلی لیتر اسید کلریدریک آزمایشگاهی و یا اسید کلریدریک صنعتی را توسط پیپت یا بورت به ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری منتقل نموده و ۲۰ میلی لیتر آب مقطر تازه جوشیده سرد شده به آن بیافزائید سپس یک میلی لیتر محلول یدید پتاسیم (بند ۷-۸-۱-۲) و یک میلی لیتر محلول نشاسته (بند ۲-۲-۷-۸) به آن افزوده و پس از هم زدن ۱۰ دقیقه آن را در جای تاریک قرار دهید.

در صورت تشکیل رنگ آبی اسیدکلریدریک صنعتی را با محلول استاندارد تیوسولفات سدیم ۰/۰۲۵ مول در لیتر (بند ۴-۲-۷-۸) و اسیدکلریدریک آزمایشگاهی را با محلول استاندارد تیوسولفات سدیم ۰/۰۰۲۵ مول در لیتر (بند ۵-۲-۷-۸) تیترو کنید

۵-۷-۸ محاسبه

مقدار کلرو برم آزاد موجود در نمونه برحسب قسمت در میلیون Cl از فرمول زیر بدست می آید.

$$\text{کلرو برم آزاد (برحسب Cl) قسمت در میلیون} = \frac{35/453 \times 10^3 V_1 \times M}{V_2 \times d}$$

که در آن:

V_1 = حجم محلول تیوسولفات سدیم استاندارد مصرفی برحسب میلی لیتر.

M = غلظت محلول تیوسولفات سدیم استاندارد مصرفی برحسب مول بر لیتر.

V_2 = حجم نمونه اسید کلریدریک مورد آزمون برحسب میلی لیتر.

d = چگالی نمونه اسیدکلریدریک در دمای آزمایشگاه برحسب گرم بر میلی لیتر.

۸-۸ اندازه گیری آهن (برحسب Fe)

یادآوری: برای اندازه گیری آهن در اسید کلریدریک صنعتی به غیر از دو روش ارائه

شده در زیر می توانید از استاندارد ملی ایران به شماره ۱۰۸۳- سال ۱۳۷۱ -

اسیدکلریدریک برای مصارف صنعتی - اندازه گیری آهن روش اسپکترومتری

استفاده کنید.

۸-۸-۱ روش اندازه گیری آهن به وسیله رنگ سنجی با ۱ و ۱۰ فنانترولین

۸-۸-۱-۱ اساس روش

در این روش آهن احیاء شده و با ۱ و ۱۰ فنانترولین (اورتوفنانترولین) کمپلکس

نارنجی قرمز ایجاد می کند. شدت این رنگ با فتومتری اندازه گیری می شود. کروم به

اشکال کرومیت و کرومات ایجاد پوشش کرده و مس و انتیموان، کبالت، جیوه (I) و

قلع (IV, II) در غلظت های ۱۰ تا ۵۰ میلی گرم در کیلوگرم ایجاد مزاحمت می کند.

کادمیم، جیوه (II)، روی و کمپلکس های نیکل نیز ممکن است ایجاد مزاحمت نماید ولی

می توان با مقدار اضافی از معرف ۱ و ۱۰ فنانترولین این مزاحمت ها را از بین برد.

یادآوری: این روش برای اندازه گیری حداقل یک میکروگرم در گرم آهن (برحسب Fe)

کاربرد دارد.

۸-۸-۱-۲ مواد لازم

۸-۸-۱-۲-۱ اسید استیک: گلاسیال حدوداً با غلظت ۱۰۰ درصد جرمی

۸-۸-۱-۲-۲ محلول استات آمونیم در اسید استیک

۱۰۰ گرم $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ را در حدود ۶۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کرده و صاف

کنید سپس ۲۰۰ میلی لیتر اسید استیک گلاسیال (۸-۸-۱-۲-۱) به آن افزوده و توسط آب مقطر به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۸-۱-۲-۳ محلول هیدروکسید آمونیوم: محلول ۱/۱

۵۰۰ میلی لیتر آمونیاک غلیظ (با دانسیته حدوداً ۰/۹۱ گرم بر میلی لیتر را با ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر مخلوط کرده و کاملاً هم بزنید).

۸-۸-۱-۲-۴ کاغذ قرمز کنگو

۸-۸-۱-۲-۵ محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید: محلول ۱۰۰ گرم در لیتر

۱۰۰ گرم هیدروکسیل آمین هیدروکلرید ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) را در حدود ۶۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کرده و بعد از صاف کردن به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۸-۱-۲-۶ محلول استاندارد آهن: محلول ۱ میکروگرم در میلی لیتر Fe

۰/۱۰۰۰ گرم فلز آهن را با دقت ۰/۱ میلی گرم توزین و به یک بشر ۴۰۰ میلی لیتر منتقل

نمائید و به آن ۱۰ میلی لیتر اسید کلریدریک (۱/۱) بیافزائید تا کاملاً حل شود. سپس

یک میلی لیتر آب برم^۱ به آن افزوده و بجوشانید تا اضافی برم خارج گردد. سپس ۲۰۰

میلی لیتر اسید کلریدریک (۱/۱) به آن افزوده سرد کنید و توسط آب مقطر به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید. مجدداً ۱۰ میلی لیتر از این محلول را توسط آب مقطر به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۸-۱-۲-۷ محلول ۱ و ۱۰ فنانترولین (محلول ۳ گرم در لیتر اورتوفنانترولین) ۳ گرم اورتوفنانترولین یک آبه را در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کرده و یک میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ (حدوداً با چگالی ۱/۱۹ گرم بر میلی لیتر) به آن بیافزائید و با آب مقطر به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۸-۱-۲-۸ محلول اسید سولفوریک: محلول ۱/۱ با احتیاط و به آرامی و در حال به هم زدن یک حجم اسید سولفوریک غلیظ (با چگالی حدوداً ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر) را با یک حجم آب مقطر مخلوط کنید.

۸-۸-۱-۳ وسایل لازم

۸-۸-۱-۳-۱ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه

۸-۸-۱-۳-۲ اسپکتروفتومتر: با قابلیت اندازه‌گیری در طول موج ۵۰۰ تا ۵۲۵ نانومتر با سلهای ۲ سانتی متری.

یادآوری: از سلهای دیگر با اندازه‌های متفاوت نیز می‌توان استفاده کرد به شرطی که مقدار نمونه و معرفها را متناسب با اندازه سل استفاده نمود.

۸-۸-۱-۴ روش آزمون

۸-۸-۱-۴-۱ روش تهیه محلول آزمون

۲۰ میلی لیتر اسید کلریدریک صنعتی و ۵ میلی لیتر اسید کلریدریک آزمایشگاهی را

توسط پیپت یا بورت به یک بشر ۱۵۰ میلی لیتری منتقل نموده و یک میلی لیتر اسید سولفوریک (۱/۱) (بند ۸-۸-۱-۲-۸) به آن بیافزائید. و آنرا در زیر هود در یک حمام بخار تا تقریباً خشک شدن حرارت دهید. آنرا سرد نموده و ۲۵ میلی لیتر آب مقطر به آن بیافزائید.

۸-۸-۱-۴-۲ روش تهیه محلول شاهد

همزمان با آزمون بر روی نمونه، یک محلول شاهد نیز بدون نمونه و با همان روش تهیه محلول آزمون و با استفاده از همان معرفها تهیه کنید.

۸-۸-۱-۴-۳ روش تهیه محلولهای استاندارد

در ۴ بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری به ترتیب حجمهای ۲، ۴، ۸، ۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد آهن (بند ۸-۸-۱-۲-۶) که به ترتیب دارای ۲، ۴، ۸ و ۱۰ میکروگرم Fe می باشند بریزید و به هر کدام از بالنها ۲۰ میلی لیتر آب مقطر بیافزائید.

۸-۸-۱-۴-۴ ظهور رنگ

به هر کدام از بالنهای حجمی نمونه، شاهد و استاندارد، یک میلی لیتر محلول

هیدروکسیل آمین هیدروکلرید (بند ۸-۸-۱-۲-۵)، ۵ میلی لیتر محلول ۱ و ۱۰

فنانترولین (بند ۸-۸-۱-۲-۷) بریزید و از محلول آمونیاک (۱+۱) (بند ۸-۸-۱-۲-۳)

آنقدر بیافزائید تا pH محلول به ۳/۵ الی ۴/۰ برسد (یعنی با کاغذ قرمز کنگو قلیائی

شود). سپس ۵ میلی لیتر محلول استات آمونیوم در اسید استیک (بند ۸-۸-۱-۲-۲)

به آن افزوده و تا خط نشانه رقیق کنید و خوب به هم بزنید و تا ۱۵ دقیقه صبر کنید

تا واکنش کامل شود.

سپس دستگاه اسپکتروفتومتر را طبق دستور کار دستگاه در طول موج ۵۱۵ نانومتر تنظیم نموده و با محلول شاهد صفر دستگاه را تنظیم نمائید و به ترتیب جذب محلولهای استاندارد و نمونه را بخوانید.

منحنی جذب محلولهای استاندارد را برحسب میکرو گرم Fe رسم نموده و با توجه به جذب محلول آزمونه جرم آهن موجود در محلول آزمونه را بدست آورید. یادآوری: در صورتی که شدت رنگ ایجاد شده در محلول آزمونه بیشتر از شدت رنگ بالاترین غلظت محلول استاندارد بود از مقدار کمتری از نمونه جهت تهیه محلول آزمونه استفاده کنید.

۸-۸-۱-۴-۵ محاسبه

مقدار آهن موجود در نمونه بر حسب قسمت در میلیون Fe از فرمول زیر بدست می آید.

$$\text{آهن (بر حسب Fe) قسمت در میلیون} = \frac{m}{V \times d}$$

که در آن

m = جرم آهن موجود در محلول آزمونه (بند ۸-۸-۱-۴-۱) بدست آمده از منحنی استاندارد (بر حسب میکروگرم)

V = حجمی از نمونه که برای تهیه محلول آزمونه (بند ۸-۸-۱-۴-۱) بکار رفته است. (بر حسب میلی لیتر).

d = چگالی نمونه اسید کلریدریک در دمای آزمایشگاه بر حسب گرم بر میلی لیتر.

۸-۸-۲ روش اندازه گیری آهن با استفاده از تشکیل کمپلکس تیوسیانات.

۸-۲-۸-۱ اساس روش

آهن (II) موجود در اسید کلریدریک به وسیلهٔ پرسولفات آمونیوم به آهن (III) اکسید شده و کل آهن (III) موجود با محلول تیوسیانات پتاسیم بوتانولی کمپلکس قرمز رنگی ایجاد می‌نماید که شدت رنگ کمپلکس موجود در نمونه باشدت رنگ حاصل از کمپلکس محلول استاندارد مقایسه می‌شود.

۸-۲-۲-۲ مواد لازم

۸-۲-۲-۱ پرسولفات آمونیوم جامد: $(NH_4)_2S_2O_8$

۸-۲-۲-۲ محلول تیوسیانات پتاسیم در بوتانول:

۱۰ گرم تیوسیانات پتاسیم را در ده میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید و به آن مقدار کافی بوتانول نرمال بیافزایید تا حجم آن به صد میلی‌لیتر برسد. محلول را به شدت هم بزنید تا محلول زلال حاصل شود.

۸-۲-۲-۳ محلول استاندارد آهن: محلول ۱۰۰ میکروگرم در میلی‌لیتر Fe

۰/۷۰۲۲ گرم سولفات آمونیم آهن (II) $[FeSO_4(NH_4)_2SO_4.6H_2O]$ را در مقداری آب مقطر حل کرده و به آن ۴ میلی‌لیتر اسید سولفوریک غلیظ افزوده و در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری به حجم برسانید.

۸-۲-۲-۴ محلول استاندارد آهن: محلول ۵ میکروگرم در میلی‌لیتر Fe

۵۰ میلی‌لیتر از محلول استاندارد آهن (۸-۲-۲-۳) را توسط پیپت به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و توسط آب مقطر به حجم برسانید.

۸-۲-۲-۵ محلول استاندارد آهن: محلول ۰/۵ میکروگرم در میلی‌لیتر Fe

۵ میلی لیتر از محلول استاندارد آهن (۸-۸-۲-۳) را توسط پیپت به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و با آب مقطر به حجم برسانید.

۸-۲-۳ وسایل لازم

۸-۲-۳-۱ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه

۸-۲-۳-۲ لوله نسلر با ظرفیت ۱۰۰ میلی لیتر

۸-۲-۴ روش کار

۸-۲-۴-۱ نوع صنعتی

یک گرم از اسید مورد آزمون را با دقت ۰/۱ میلی گرم وزن کرده و در یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید. ۱۰ میلی لیتر از این محلول را توسط پیپت به یک لوله نسلر منتقل کنید و تقریباً ۳۰ میلی گرم پرسولفات آمونیم و ۱۵ میلی لیتر محلول تیوسیانات پتاسیم در بوتانول به آن بیافزائید و حجم آنرا توسط آب مقطر به ۵۰ میلی لیتر برسانید و به مدت ۳۰ ثانیه به شدت آنرا هم بزنید. سپس آرام بگذارید تا لایه‌ها از هم جدا شود.

در لوله دیگری یک میلی لیتر از استاندارد آهن ۰/۵ میکروگرم در میلی لیتر (۸-۲-۸) ریخته و تقریباً ۳۰ میلی گرم پرسولفات آمونیم و ۱۵ میلی لیتر محلول تیوسیانات پتاسیم در بوتانول بیافزائید و حجم آنرا توسط آب مقطر به ۵۰ میلی لیتر برسانید و به مدت ۳۰ ثانیه به شدت آنرا هم بزنید سپس آرام بگذارید تا لایه‌ها از هم جدا شود. حال شدت رنگ دو لوله را با هم مقایسه کنید. شدت رنگ محلول نمونه نباید از شدت رنگ محلول استاندارد بیشتر باشد.

۸-۲-۴-۲-۸-۲ نوع آزمایشگاهی

۵۰ گرم (یا حجم معادل آن) اسید آزمایشگاهی را با دقت ۰/۱ گرم توزین و در یک بشر ۱۵۰ میلی لیتری آنرا تا خشک شدن تبخیر نمائید باقیمانده را توسط آب مقطر به لوله نسلر منتقل کرده و آنرا تا ۳۰ میلی لیتر توسط آب مقطر رقیق کنید و ۳۰ میلی گرم پرسولفات آمونیم و ۱۵ میلی لیتر محلول تیوسیانات پتاسیم در بوتانول بیافزائید و حجم آنرا توسط آب مقطر به ۵۰ میلی لیتر برسانید و به مدت ۳۰ ثانیه بشدت هم بزنید سپس آرام بگذارید تا لایه‌ها از هم جدا شود.

در لوله دیگری ۵ میلی لیتر از استاندارد آهن ۵ میکروگرم در میلی لیتر (۸-۲-۴-۲-۸-۲) ریخته و تقریباً ۳۰ میلی گرم پرسولفات آمونیم و ۱۵ میلی لیتر محلول تیوسیانات پتاسیم در بوتانول بیافزائید و حجم آنرا توسط آب مقطر به ۵۰ میلی لیتر برسانید و به مدت ۳۰ ثانیه به شدت آنرا به هم بزنید و سپس آرام بگذارید تا لایه‌ها از هم جدا شود.

حال شدت رنگ دو لوله را با هم مقایسه کنید. شدت رنگ محلول نمونه نباید از شدت رنگ محلول استاندارد بیشتر باشد.

۸-۹ اندازه‌گیری سولفیتها (برحسب SO_3^{-2})

۸-۹-۱۱ اساس کار

سولفیت‌های موجود در اسید کلریدریک با محلول استاندارد ید واکنش داده و ید را به یدید تبدیل می‌کنند. در نقطه پایانی، معرف نشاسته موجود در محلول با اولین قطره اضافی ید ایجاد رنگ آبی پریده پایدار می‌نماید.

۸-۹-۲ مواد لازم

۸-۹-۲-۱ محلول یدید پتاسیم: ۱۰ درصد جرمی

۱۰ گرم یدید پتاسیم را در مقداری آب مقطر حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۹-۲-۲ محلول استاندارد ید: محلول ۰/۱ مول بر لیتر

۸-۹-۲-۳ محلول استاندارد ید: محلول ۰/۰۰۵ مول در لیتر

۲۰ میلی لیتر از محلول استاندارد ید ۰/۱ مول در لیتر (۸-۹-۲-۲) را توسط پیپت به بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و با آب مقطر به حجم برسانید.

۸-۹-۲-۴ اسید کلریدریک غلیظ: با چگالی حدوداً ۱/۱۹ گرم در میلی لیتر.

۸-۹-۲-۵ محلول نشاسته

۰/۵ گرم پودر نشاسته را با ۲/۵ میلی لیتر آب مقطر مخلوط کنید و به خمیر ایجاد

شده ۲۰۰ میلی لیتر آب مقطر بیافزائید و کاملاً هم بزنید و به مدت ۱۵ دقیقه همراه همزدن بجوشانید. سپس آنرا در یک ظرف کوچک که به وسیله آب مقطر به مدت ۲ ساعت جوشیده و استریل شده نگهداری کنید.

۸-۹-۳ وسایل لازم

۸-۹-۳-۱ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه

۸-۹-۳-۲ میکرو بورت

۸-۹-۴ روش کار

۸-۹-۴-۱ در یک ارلن مایر ۵۰۰ میلی لیتری، ۴۰۰ میلی لیتر آب مقطر جوشیده و سرد

۸-۱۰-۲-۲ محلول استاندارد آمونیم: محلول ۱۰۰۰ میکروگرم در لیتر

۲/۹۷۰۰ گرم کلرید آمونیم (NH_4Cl) را با دقت ۰/۱ میلی‌گرم توزین و در مقداری آب

مقطر حل کرده و در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری آن را به حجم برسانید.

۸-۱۰-۲-۳ محلول استاندارد آمونیم: محلول ۱۰ میکروگرم در لیتر

یک میلی‌لیتر از محلول استاندارد ۸-۱۰-۲-۲ را با پیپت به بالن حجمی ۱۰۰

میلی‌لیتری ریخته و آن را به حجم برسانید.

یادآوری: این محلول را بلافاصله قبل از استفاده تهیه کنید.

۸-۱۰-۲-۴ معرف نسلر

۳۵ گرم یدید پتاسیم و ۱۲/۵ گرم کلرید جیوه (II) را در ۸۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل

کرده و به آن کم کم محلول کلرید جیوه (II) اشباع بیافزائید تا یک رسوب ناچیز

دائمی ایجاد شود. ۱۲۰ گرم هیدروکسید سدیم به آن بیافزائید تا حل شود. سپس

مقدار کمی محلول کلرید جیوه (II) مجدداً به آن بیافزائید و تا حجم ۱۰۰۰ میلی‌لیتر با

آب مقطر رقیق کنید. و کاملاً هم بزنید. سپس اجازه دهید تا رسوبها ته نشین شود و

محلول شفاف جدا گردد. این محلول را تا چندین روز می‌توانید نگهداری و استفاده

کنید.

۸-۱۰-۲-۵ کاغذ لتیموس

۸-۱۰-۳ وسایل لازم

۸-۱۰-۳-۱ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه

۸-۱۰-۳-۲ لوله نسلر با ظرفیت ۱۰۰ میلی‌لیتر

۸-۱۰-۴ روش کار

۳/۳ گرم از نمونه اسید کلریدریک را با دقت یک میلی‌گرم وزن کرده و به یک لوله نسلر منتقل کرده و با آب مقطر تا ۲۰ میلی‌لیتر رقیق کنید و به آن محلول هیدروکسید سدیم (۸-۱۰-۲-۱) به تدریج بیافزائید تا حدی که با کاغذ لیتموس قلیائی شود. سپس با آب مقطر تا ۵۰ میلی‌لیتر رقیق کنید.

توسط پیپت یا بورت یک میلی‌لیتر از محلول استاندارد آمونیم (۸-۱۰-۲-۳) را به لوله نسلر دیگری منتقل کرده و با آب مقطر تا ۵۰ میلی‌لیتر رقیق کنید و به هر دو لوله نسلر ۲ میلی‌لیتر معرف نسلر (۸-۱۰-۲-۴) بیافزائید و شدت رنگ زرد حاصله را در دو لوله با هم مقایسه کنید.

شدت رنگ زرد محلول نمونه نباید از شدت رنگ محلول استاندارد بیشتر باشد. یادآوری: می‌توان از دستگاه اسپکتروفتومتر در طول موج ۴۲۵ نانومتر جهت مقایسه شدت رنگ دو محلول استفاده کرد.

۸-۱۱ اندازه‌گیری جیوه (برحسب Hg)

۸-۱۱-۱ نوع صنعتی

۸-۱۱-۱-۱ اساس کار

جیوه موجود در اسید کلریدریک به وسیله محلول دی‌تیزون استخراج شده و در

طول موج ۶۰۵ نانومتر توسط دستگاه اسپکتروفتومتر اندازه‌گیری می‌شود

۸-۱۱-۱-۲ مواد لازم

۸-۱۱-۱-۲-۱ کلروفرم دوبار تقطیر شده

۸-۱۱-۱-۲-۲ محلول آمونیاک با چگالی ۰/۸۸ گرم در میلی لیتر و بدون جیوه.

۸-۱۱-۱-۲-۳ اسید کلریدریک غلیظ: با چگالی ۱/۱۸ گرم در میلی لیتر و بدون جیوه.

۸-۱۱-۱-۲-۴ اسید سولفوریک غلیظ: محلول تقریباً ۱۸ مول در لیتر.

۸-۱۱-۱-۲-۵ اسید سولفوریک رقیق: تقریباً ۰/۵ مول در لیتر.

حدود ۱۴ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را با احتیاط و به آرامی به ۲۵۰ میلی لیتر آب مقطر افزوده و حجم آن را به ۵۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۱۱-۱-۲-۶ محلول پرمنگنات پتاسیم: محلول اشباع.

۸-۱۱-۱-۲-۷ محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید

۲۵ گرم هیدروکسیل آمین هیدروکلرید را وزن کرده و در مقداری آب مقطر حل کنید و به حجم ۲۵۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۱۱-۱-۲-۸ محلول دی تیزون: محلول مادر ۰/۰۲۵ درصد جرمی

۰/۰۵ گرم از دی تیزون را توزین نموده و در مقداری کلروفرم دوبار تقطیر شده حل نمائید سپس توسط کلروفرم دوباره تقطیر شده به حجم ۲۰۰ میلی لیتر برسانید.

یادآوری: محلول دی تیزون زمان محدودی پایدار است و باید در همان محدوده زمانی نگهداری شود. این محلول را بلافاصله قبل از استفاده تهیه کنید و در بطری دردار تیره رنگ نگهداری کنید.

۸-۱۱-۱-۲-۹ محلول دی تیزون: محلول ۶ میکروگرم در میلی لیتر.

۲۴ میلی لیتر از محلول مادر دی تیزون (۰/۰۲۵ درصد جرمی) را توسط کلروفرم دوبار تقطیر شده به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. این محلول دارای ۶ میکروگرم در

میلی لیتر دی تیزون می باشد. این محلول را بلافاصله قبل از استفاده تهیه کنید.

یادآوری ۲: غلظت این محلول به گونه ای باید تنظیم شود که مقدار جذب خوانده شده در محدوده خطی منحنی کالیبراسیون باشد. در صورتی که خارج از این حد باشد می توان با افزودن کلروفورم یا دی تیزون غلیظتر (۰/۰۲۵ درصد جرمی) غلظت آن را تنظیم نمود.

۱۱-۸-۱-۲-۱۰ محلول استاندارد جیوه: دارای ۱۰۰۰ میکروگرم در میلی لیتر Hg
۱/۳۵۴۰ گرم کلرید جیوه (II) $HgCl_2$ را در ۱۰ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ با چگالی تقریباً ۱/۴۰ گرم در میلی لیتر حل کرده و در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری توسط آب مقطر به حجم برسانید و کاملاً هم بزنید.

۱۱-۸-۱-۲-۱۱ محلول استاندارد جیوه: دارای ۱۰ میکروگرم در میلی لیتر Hg
۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد جیوه (۱۱-۸-۱-۲-۱۰) را توسط پیپت یا بورت به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و آنرا توسط آب مقطر به حجم برسانید و کاملاً هم بزنید.

۱۱-۸-۱-۲-۱۲ کاغذهای شناساگر نواری: با محدوده pH ۵/۵ الی ۷/۰

۱۱-۸-۱-۳ وسایل لازم

۱۱-۸-۱-۳-۱ وسایل شیشه ای معمول در آزمایشگاه

۱۱-۸-۱-۳-۲ اسپکتروفتومتر با سل یک سانتی متری با قابلیت تنظیم در طول موج

۶۰۵ نانومتر.

یادآوری: از سلهای دیگر با اندازه های متفاوت نیز می توان استفاده کرد ، به شرطی که

مقدار نمونه و معرفها را متناسب با اندازه سل استفاده نمود.

۸-۱۱-۱-۴ روش کار

یادآوری: دی تیزون به نور ماوراء بنفش بسیار حساس می باشد و باید در آزمایشگاه از نور مستقیم خورشید و نور فلورسنت محافظت شود.

۸-۱۱-۱-۴ روش تهیه محلولهای رنگی استاندارد و نمونه

۶ ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری را شسته و در یکی از آنها، ۱۰ میلی لیتر از نمونه اسیدکلریدریک بریزید و به هر کدام از ۵ ارلن دیگر ۱۰ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ بدون جیوه (۸-۱۱-۱-۲-۳) بیافزائید.

حجم هر ۶ ارلن مایر را با آب مقطر به حجم تقریبی ۵۰ میلی لیتر برسانید و در حالی که محلولها را سرد می کنید با محلول آمونیاک (۸-۱۱-۱-۲-۲) و با استفاده از کاغذهای باریک pH یا دستگاه pH متر ، pH محلول ها را به ۷ برسانید.

- ۱۰ میلی لیتر محلول اسید سولفوریک ۰/۵ مولار (۸-۱۱-۱-۲-۵) به آن افزوده و قطره قطره محلول اشباع پرمنگنات پتاسیم (۸-۱۱-۱-۲-۶) به آنها بیافزائید تا رنگ صورتی که به مدت یک دقیقه پایدار باشد تشکیل گردد.

- ۵ میلی لیتر محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید به هر کدام بیافزائید و کاملاً مخلوط کنید و صبر کنید تا رنگ صورتی از بین برود.

- اگر محلولها شفاف نبودند، آنها را با استفاده از کاغذهای صافی خشک که قبلاً با اسید شسته شده اند (واتمن شماره ۴۲) صاف نموده و با آب مقطر شستشو دهید به طوری که حجم آن کمتر از ۱۰۰ میلی لیتر باشد.

- سپس آنها را به ۶ قیف جدا کننده (دکانتور) ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کرده و تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید، ۲ میلی لیتر کلروفرم دوبار تقطیر شده به هر کدام بیافزائید و به شدت تکان دهید و اجازه دهید تا لایه ها از هم جدا شود.

- به کمک بورت به هر کدام ۲۰٪ میلی لیتر از محلول دی تیرون ۶ میکروگرم در میلی لیتر (۸-۱۱-۱-۲-۸-۳) افزوده و به مدت یک دقیقه بهم بزنید و اجازه دهید تا لایه ها جدا شود.

یادآوری ۱: در مورد نمونه، اگر لایه کلروفرمی نارنجی رنگ باشد، مجدداً ۲۰٪ میلی لیتر محلول دی تیزون ۶ میکروگرم در میلی لیتر (۸-۱۱-۱-۲-۸-۳) افزوده و به مدت یک دقیقه بهم بزنید و اجازه دهید تا لایه ها جدا شود.

- مقداری از لایه کلروفرم را از کاغذ صافی خشکی که قبلاً با اسید شسته شده است (کاغذ واتمن ۴۲) عبور دهید به طوری که سل یک سانتی متری را پر کند.

- حال اسپکتوفتومتر را در طول موج ۶۰۵ نانومتر تنظیم نموده و در حالی که سل شاهد دارای کلروفرم دوبار تقطیر شده است، جذب محلولهای مربوط به هر استاندارد و نمونه را بخوانید.

- با استفاده از مقدار جیوه (میکروگرم) و میزان جذب محلولهای استاندارد یک منحنی استاندارد (کالیبراسیون) جذب نسبت به مقدار جیوه (میکروگرم) رسم کنید. حال مقدار جذب مربوط به نمونه را بر روی منحنی استاندارد منتقل کرده و مقدار جیوه موجود در محلول را بدست آورید.

یادآوری ۲: اگر در نمونه بیشتر از یک مرتبه از ۲۰ میلی لیتر دی تیزون ۶ میکروگرم

در لیتر جهت استخراج استفاده کرده‌اید، مقدار جیوه بدست آمده را در تعداد استخراجها ضرب کنید.

۸-۱۱-۱-۵ محاسبه

مقدار جیوه در نمونه برحسب قسمت در میلیون از فرمول زیر بدست می‌آید:

$$\text{جیوه (برحسب Hg) قسمت در میلیون} = \frac{0 \text{ } \mu\text{m}}{d}$$

که در آن:

m = جرم جیوه در محلول نمونه بدست آمده از منحنی کالیبراسیون برحسب میکروگرم.

d = چگالی نمونه اسید کلریدریک در دمای اتاق برحسب گرم در میلی‌لیتر.

۸-۱۱-۲ نوع آزمایشگاهی

برای اندازه‌گیری جیوه در اسید کلریدریک آزمایشگاهی به علت مقدار کم جیوه موجود از دستگاه‌های مختلف نظیر دستگاه جذب اتمی مجهز به سیستم تولید بخار سرد، کوره گرافیتی یا ICP و یا دستگاه‌های دیگر با توجه به کتابچه دستگاه و توصیه‌های لازم استفاده کنید.

یادآوری: از این دستگاهها برای اندازه‌گیری جیوه در اسید کلریدریک صنعتی نیز می‌توان استفاده کرد.

۸-۱۲ اندازه‌گیری مس (برحسب Cu)

۸-۱۲-۱ اساس کار

مس موجود توسط اسید اسکوربیک احیاء شده و با افزودن ۲ و ۲' بی‌کینولیل^۱ تشکیل کمپلکس بنفش رنگ می‌دهد. این کمپلکس توسط آمیل الکل استخراج شده و میزان آن با روش اسپکتروفتومتری یا چشمی اندازه‌گیری می‌گردد. این روش برای اندازه‌گیری مس از ۱۰ تا ۱۰۰ میکروگرم کاربرد دارد.

۸-۱۲-۲ مواد لازم

۸-۱۲-۲-۱ سولفات سدیم بدون آب

۸-۱۲-۲-۲ آمیل الکل

۸-۱۲-۲-۳ محلول اسید کلریدریک: محلول یک مول در لیتر

۸-۱۲-۲-۴ اسید کلریدریک غلیظ: با چگالی حدوداً ۱/۱۸ گرم در میلی‌لیتر.

۸-۱۲-۲-۵ اسید تارتاریک: محلول ۵۰ درصد جرمی

۱۰۰ گرم اسید تارتاریک را در مقداری آب مقطر حل کرده و حجم آنرا به میلی‌لیتر برسانید.

۸-۱۲-۲-۶ محلول هیدروکسید سدیم: محلول ۲۰ درصد جرمی

۱۰۰ گرم هیدروکسید سدیم را در مقداری آب مقطر حل کرده و حجم آنرا به میلی‌لیتر برسانید.

۸-۱۲-۲-۷ محلول اسید اسکوربیک: محلول ۱۰ درصد جرمی

۱۰۰ گرم اسید اسکوربیک را در مقداری آب مقطر حل کرده و حجم آن را به میلی‌لیتر برسانید.

یادآوری: این محلول را تازه تهیه کنید.

۸-۱۲-۲-۸ محلول ۲ و ۲ بی‌کینولیل: محلول ۰/۰۵ درصد جرمی

۰/۲۵ گرم ۲ و ۲ بی‌کینولیل را در مقداری آمیل الکل حل کرده و با آمیل الکل به حجم ۵۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۸-۱۲-۲-۹ اسید سولفوریک رقیق: ۱/۶

یک حجم اسید سولفوریک غلیظ با چگالی حدوداً ۱/۸۴ گرم در میلی‌لیتر را با احتیاط و به آرامی و در حالیکه هم می‌زنید به ۶ حجم آب مقطر بیافزائید.

۸-۱۲-۲-۱۰ محلول استاندارد مس (II): محلول ۱۰۰۰ میکروگرم در میلی‌لیتر

۰/۳۹۲۸ گرم سولفات مس (II) ۵ آب را در مقداری آب مقطر حل نموده و به آن ۲۵

میلی‌لیتر اسید سولفوریک ۱/۶ (۸-۱۲-۲-۹) بیافزائید و در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری توسط آب مقطر به حجم برسانید.

۸-۱۲-۲-۱۱ محلول استاندارد مس: محلول ۱۰ میکروگرم در میلی‌لیتر.

۱۰ میلی‌لیتر از محلول استاندارد مس (۸-۱۲-۲-۱۰) را توسط پیپت به بالن حجمی

۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و با آب مقطر آنرا به حجم برسانید.

۸-۱۲-۲-۱۲ کاغذهای شناساگر pH: با محدوده pH ۵/۵ الی ۷/۰

۸-۱۲-۳ وسایل لازم

۸-۱۲-۳-۱ وسایل شیشه‌ای معمول در آزمایشگاه

۸-۱۲-۳-۲ اسپکتروفتومتر با قابلیت اندازه‌گیری در طول موج ۵۴۵ نانومتر

۸-۱۲-۴ روش کار

۸-۱۲-۴-۱ روش تهیه محلول آزمون

۲۰ میلی لیتر از نمونه اسید کلریدریک صنعتی و یا ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه اسید

کلریدریک آزمایشگاهی را توسط پیپت یا بورت به یک جام چینی منتقل کرده و تا خشک شدن تبخیر کنید سپس آنرا خنک کرده و دو میلی لیتر اسید کلریدریک یک مول در لیتر (۸-۱۲-۲-۳) بیافزائید و محلول را به قیف جدا کننده (دکانتور) ۵۰۰ میلی لیتری دردار منتقل کنید و یک میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ به آن بیافزائید و تا ۴۰۰ میلی لیتر با آب مقطر رقیق کنید.

۸-۱۲-۴-۲ روش تهیه محلول شاهد

همزمان با تهیه محلول نمونه یک محلول شاهد بدون نمونه و با استفاده از تمامی معرفهای مورد استفاده جهت تهیه محلول نمونه تهیه کنید و آنرا به یک قیف جدا کننده ۵۰۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۸-۱۲-۴-۳ روش تهیه محلولهای استاندارد

توسط پیپت حجمهای ۱۰، ۸، ۶، ۴، ۲، ۰ میلی لیتر از محلول استاندارد مس (۸-۱۲-۲-۱۱) که به ترتیب دارای مقادیر ۲۰، ۴۰، ۶۰، ۸۰ و ۱۰۰ میکروگرم می باشد را به ۶ بشر ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و تا حدود ۳۰ میلی لیتر با آب مقطر آنها را رقیق کنید و آنها را به ۶ قیف جدا کننده ۵۰۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۸-۱۲-۴-۴ ظهور رنگ

به هر کدام از قیفهای جدا کننده محتوی محلول شاهد، استاندارد و نمونه به ترتیب ۲ میلی لیتر اسید تارتاریک بیافزائید و با افزودن تدریجی محلول هیدروکسید سدیم (۸-۲-

۱۲-۲-۶) و با استفاده از کاغذهای pH متری، pH آنها را در ۶/۰ تنظیم کنید. ۲ میلی لیتر محلول اسید اسکوربیک افزوده و کاملاً هم بزنید تا مخلوط گردد. سپس ۵ دقیقه صبر کنید. ۱۰ میلی لیتر محلول ۲ و ۲' بی کینولیل به آن افزوده و برای دو دقیقه تکان دهید. سپس با دو قسمت ۲۰ میلی لیتری از آمیل الکل کمپلکس مس موجود را استخراج نمائید و محلول استخراجی را به بشر ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و حدود ۲ گرم سولفات سدیم بی آب به آن افزوده و هم بزنید تا مقادیر ناچیز آب نیز از آن جدا شود. سپس آن را به درون بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری صاف کرده و سولفات سدیم کریستالی را دوبار با ۲ میلی لیتر آمیل الکل بشوئید. حاصل شستشو را به بالن منتقل نموده و با آمیل الکل آنرا به حجم برسانید. حال از روی رنگ محلولهای استاندارد، شاهد و نمونه و مقایسه آنها می توانید مقدار مس موجود در نمونه را توسط چشم تعیین کنید، در صورتی که از دستگاه اسپکتروفتومتر استفاده می کنید. دستگاه را در طول موج ۵۴۵ نانومتر تنظیم نموده و به ترتیب جذب محلولهای استاندارد، شاهد و نمونه را بخوانید. با استفاده از جرم مس و میزان جذب محلولهای استاندارد یک منحنی استاندارد (کالیبراسیون) جذب برحسب جرم مس رسم کنید.

جذب محلول نمونه را از جذب محلول شاهد کم کنید و با انتقال جذب حاصل برروی منحنی استاندارد مس موجود در محلول نمونه را برحسب میکروگرم تعیین کنید.

۸-۱۲-۵ محاسبه

مقدار مس موجود در نمونه برحسب قسمت در میلیون Cu از فرمول زیر بدست می آید.

$$\text{مس (برحسب Cu) قسمت در میلیون} = \frac{m}{v \times d}$$

که در آن:

m = جرم مس موجود در محلول آزمون که از طریق منحنی کالیبراسیون بدست آمده است برحسب میکروگرم.

v = حجم نمونه مورد آزمون جهت تهیه محلول آزمون برحسب میلی لیتر.

d = چگالی نمونه اسید کلریدریک در دمای اتاق برحسب گرم در میلی لیتر.

۸-۱۳ اندازه گیری سرب (برحسب Pb)

۸-۱۳-۱ اساس کار

سرب موجود در نمونه اسید کلریدریک توسط محلول دی تیزون استخراج شده و مقدار آن با روش اسپکتروفتومتری تعیین می گردد. این روش برای تعیین مقدار سرب در محدوده ۱۰ تا ۱۰۰ میکروگرم کاربرد دارد.

۸-۱۳-۲ مواد لازم

۸-۱۳-۲-۱ کلروفرم دوبار تقطیر شده

۸-۱۳-۲-۲ محلول سیترات آمونیم: محلول ۱۰ درصد جرمی

۱۰ گرم سیترات آمونیم را در مقداری آب مقطر حل نموده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برساند.

۸-۱۳-۲-۳ محلول سیانید پتاسیم: محلول ۵ درصد جرمی

۵ گرم سیانید پتاسیم را در مقداری آب مقطر حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر

برسانید.

۸-۱۳-۲-۴ محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید: محلول ۱۰ درصد جرمی

۱۰ گرم هیدروکسیل آمین هیدروکلرید را در مقداری آب مقطر حل نموده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۱۳-۲-۵ محلول آمونیاک: محلول تقریباً ۵ مولار

حدوداً ۱۸۶/۵ میلی لیتر محلول آمونیاک غلیظ با چگالی حدوداً ۰/۹۱ گرم در میلی لیتر را به مقداری آب مقطر بیافزائید و به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید.

یادآوری: این محلول را تازه تهیه کنید زیرا محلول رقیق آمونیاک خیلی بیشتر از محلول غلیظ آن سرب شیشه را حل می کند.

۸-۱۳-۲-۶ محلول آمونیاک: محلول تقریباً ۰/۲ مولار

حدوداً ۲۰ میلی لیتر از محلول آمونیاک ۵ مولار (۸-۱۲-۲-۵) را به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۱۳-۲-۷ محلول دی تیزون: محلول مادر ۰/۰۰۲۵ درصد جرمی.

۰/۰۲۵ گرم از دی تیزون را توزین نموده و در مقداری کلروفرم دوبار تقطیر شده حل نمایید. سپس توسط کلروفرم دوبار تقطیر شده به حجم یک لیتر برسانید.

یادآوری: محلول دی تیزون زمان محدودی پایدار است و باید در همان محدوده

زمانی نگهداری شود. این محلول را بلافاصله قبل از استفاده تهیه کنید و در بطری در دار کهربائی رنگ نگهداری کنید.

۸-۱۳-۲-۸ محلول استخراجی

۲۰ میلی لیتر محلول سیانید پتاسیم ۵ درصد جرمی (۸-۱۳-۲-۳) و ۱۰ میلی لیتر محلول آمونیاک غلیظ با چگالی حدوداً ۰/۸۸ گرم در میلی لیتر را با هم مخلوط کرده و حجم آنرا توسط آب مقطر به ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۱۳-۲-۹ محلول استاندارد سرب: دارای ۱۰۰۰ میکروگرم در میلی لیتر Pb
۱/۶ گرم از نیترات سرب را با دقت ۰/۱ میلی گرم وزن کرده و در مقداری آب مقطر حل کنید. یک میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ (با چگالی حدوداً ۱/۴۲ گرم در میلی لیتر) به آن افزوده و در بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید.

۸-۱۳-۲-۱۰ محلول استاندارد سرب: دارای ۱۰ میکروگرم در میلی لیتر Pb
۱۰/۰ میلی لیتر از محلول استاندارد سرب (۸-۱۳-۲-۹) را توسط پیپت به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و یک میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ (با چگالی حدوداً ۱/۴۲ گرم در میلی لیتر) به آن بیافزائید و توسط آب مقطر به حجم برسانید (این محلول را تازه تهیه کنید).

۸-۱۳-۲-۱۱ کاغذهای pH: در محدوده pH ۸/۵ الی ۱۰/۰

۸-۱۳-۳ وسایل لازم

یادآوری: وسایل شیشه‌ای باید از جنس بوروسیلیکات و یا شیشه‌های بدون سرب باشند و بطری‌های مورد استفاده برای نگهداری محلولهای مواد مورد استفاده باید از جنس بوروسیلیکات یا پلی اتیلن باشد.

۸-۱۳-۳-۱ اسپکتروفتومتر با قابلیت اندازه‌گیری در طول موج ۵۲۰ نانومتر با سل ۴ سانتی متری.

یادآوری: از سلهای دیگر با اندازه‌های متفاوت نیز می‌توان استفاده کرد به شرطی که مقدار نمونه و معرفها را متناسب با اندازه سل استفاده نمود.

۸-۳-۱-۴ روش کار

یادآوری: دی تیزون به نور ماوراء بنفش بسیار حساس می‌باشد و باید در آزمایشگاه از نور مستقیم خورشید و نور فلورسنت محافظت شود.

۸-۱۳-۴-۱ روش تهیه محلول آزمون

۵۰ میلی‌لیتر از نمونه اسید کلریدریک صنعتی و یا آزمایشگاهی را توسط پیپت یا بورت به یک جام سیلیسی منتقل کنید و تا نزدیک خشک شدن تبخیر کنید باقیمانده را توسط آب مقطر به درون یک قیف جدا کننده ۱۰۰ میلی‌لیتری شستشو دهید.

۸-۱۳-۴-۲ روش تهیه محلول شاهد

همزمان با تهیه محلول نمونه یک محلول شاهد بدون نمونه و با استفاده از تمامی معرفهای مورد استفاده جهت تهیه محلول نمونه تهیه کنید.

۸-۱۳-۴-۳ روش تهیه محلولهای استاندارد

در ۶ قیف جدا کننده ۱۰۰ میلی‌لیتری، ۱۰ میلی‌لیتر آب مقطر و ۰/۵ میلی‌لیتر اسید کلریدریک غلیظ با چگالی حدوداً ۱/۱۹ گرم در میلی‌لیتر بیافزائید و به ترتیب به کمک پیپت به هر کدام حجمهای ۱۰، ۷، ۵، ۲، ۱، ۰ میلی‌لیتر از استاندارد ۱۰ میکروگرم در میلی‌لیتر (۸-۱۳-۲-۱۰) که به ترتیب دارای مقادیر ۷۰، ۵۰، ۲۰، ۱۰، ۰ و ۱۰۰ میکروگرم سرب می‌باشد بیافزائید.

۸-۱۳-۴-۴ ظهور رنگ

به هر کدام از قیفهای جدا کننده محلولهای استاندارد، نمونه و شاهد، یک میلی لیتر محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید و ۱۰ میلی لیتر محلول سیترات آمونیم افزوده و با افزودن محلول آمونیاک و با استفاده از کاغذ pH متری، pH آنها را بین ۸/۵ و ۱۰/۰ تنظیم کنید. سپس ۲ میلی لیتر محلول سیانید پتاسیم به آن افزوده و با ۵ میلی لیتر محلول دی تیزون آنرا استخراج کنید تا هنگامی که رنگ سبز تغییر نکند. محلولهای استخراجی را با هم مخلوط کنید و اضافی دی تیزون را با استخراج توسط ۵ میلی لیتر محلول استخراجی خارج کنید تا رنگ کلروفرم صورتی شفاف شود. محلول کلروفرم را توسط یک کاغذ صافی (واتمن شماره ۴۲) به درون یک بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری صاف کرده و با کلروفرم به حجم برسانید. طبق دستور کار دستگاه، اسپکتروفتومتر را در طول موج ۵۲۰ نانومتر تنظیم نمائید و به ترتیب جذب محلولهای استاندارد، شاهد و نمونه را بخوانید. با استفاده از مقدار سرب (میکروگرم) و میزان جذب محلولهای استاندارد یک منحنی استاندارد (کالیبراسیون) جذب نسبت به مقدار سرب (میکروگرم) رسم کنید. جذب محلول نمونه را از جذب محلول شاهد کم کنید و با استفاده از جذب حاصل و منحنی استاندارد، مقدار سرب موجود در محلول نمونه را برحسب میکروگرم تعیین کنید.

۸-۱۳-۵ محاسبه

مقدار سرب موجود در نمونه برحسب قسمت در میلیون سرب از فرمول زیر بدست می آید.

$$\text{سرب (برحسب Pb) قسمت در میلیون} = \frac{m}{V \times d}$$

که در آن:

m = جرم سرب موجود در محلول آزمونه که از طریق منحنی کالیبراسیون بدست آمده است برحسب میکروگرم.

V = حجم نمونه مورد آزمون جهت تهیه محلول آزمون برحسب میلی لیتر.

d = چگالی نمونه اسید کلریدریک در دمای اتاق برحسب گرم در میلی لیتر.

۹ بسته بندی

اسید کلریدریک صنعتی عمدتاً در بشکه و تانکرهای بزرگ و گاهی در ظروف کوچک به بازار عرضه می گردد و اسید کلریدریک آزمایشگاهی در بطری های شیشه ای یا پلی اتیلنی تیره رنگ به بازار عرضه می گردد.

اسید کلریدریک باید در ظروف بی اثر نسبت به اسید کلریدریک و کاملاً در بسته، خشک و عاری از هرگونه آلودگی بسته بندی گردد. جنس ظروف بسته بندی باید به گونه ای باشد که تأثیری بر کیفیت اسید کلریدریک نداشته باشد.

۱۰ نشانه گذاری

اطلاعات زیر باید به طور خوانا و با مرکب پاک نشدنی و برای مصارف داخلی به زبان فارسی و برای صادرات به زبان انگلیسی و یا زبان کشور خریدار بر روی بسته بندی و یا همراه محموله قید گردند.

۱۰-۱ نام، نشانی و علامت تجاری تولید کننده

۱۰-۲ تاریخ تولید یا شماره سری ساخت

۱۰-۳ ذکر عبارت «اسید کلریدریک - خطر»

۱۰-۴ نوع اسید و غلظت آن

۱۰-۵ حجم یا وزن خالص به کیلوگرم

۱۰-۶ ذکر عبارت « ساخت ایران »

پیوست الف

ارتباط بین چگالی و غلظت در محلول آبی اسید کلریدریک در دمای ۲۰ درجه

سلسیوس

(اطلاعاتی)

غلظت HCl	چگالی در دمای ۲۰°C	غلظت HCl	چگالی در دمای ۲۰°C
% (m/m)	g/ml	% (m/m)	g/ml
۲۱/۴	۱/۱۰۵	۰/۴	۱/۰۰۰
۲۲/۳	۱/۱۱۰	۱/۴	۱/۰۰۵
۲۳/۳	۱/۱۱۵	۲/۴	۱/۰۱۰
۲۴/۲	۱/۱۲۰	۳/۴	۱/۰۱۵
۲۵/۲	۱/۱۲۵	۴/۴	۱/۰۲۰
۲۶/۲	۱/۱۳۰	۵/۴	۱/۰۲۵
۲۷/۲	۱/۱۳۵	۶/۴	۱/۰۳۰
۲۸/۲	۱/۱۴۰	۷/۵	۱/۰۳۵
۲۹/۲	۱/۱۴۵	۸/۵	۱/۰۴۰

۳۰/۲	۱/۱۵۰	۹/۵	۱/۰۴۵
۳۱/۲	۱/۱۵۵	۱۰/۵	۱/۰۵۰
۳۲/۲	۱/۱۶۰	۱۱/۵	۱/۰۵۵
۳۳/۲	۱/۱۶۵	۱۲/۵	۱/۰۶۰
۳۴/۲	۱/۱۷۰	۱۳/۵	۱/۰۶۵
۳۵/۲	۱/۱۷۵	۱۴/۵	۱/۰۷۰
۳۶/۲	۱/۱۸۰	۱۵/۵	۱/۰۷۵
۳۷/۳	۱/۱۸۵	۱۶/۵	۱/۰۸۰
۳۸/۳	۱/۱۹۰	۱۷/۴	۱/۰۸۵
۳۹/۴	۱/۱۹۵	۱۸/۴	۱/۰۹۰
۴۰/۰	۱/۱۹۸	۱۹/۴	۱/۰۹۵
		۲۰/۴	۱/۱۰۰
۱- مقدار اشباع در ۲۰ درجه سلسیوس			



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

_۲۰۹



_ Hydrochloric acid - Specifications
and test methods
1st. Revision