



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۳۶۰۱

تجدید نظر اول

ISIRI

3601

1st. revision

کلرید آهن (III) –
ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

**Iron(III) chloride –
Specifications and test methods**

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
تهران - خیابان ولیعصر، ضلع جنوبی میدان ونک، پلاک ۱۲۹۴، صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹
تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱
دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳
کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۳۱۵۸۵-۱۶۳
تلفن: ۸-۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶۱)
دورنگار: ۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶۱)
پیام نگار: standard@isiri.org.ir
وبگاه: www.isiri.org
بخش فروش، تلفن: ۲۸۱۸۹۸۹ (۰۲۶۱) ، دورنگار: ۲۸۱۸۷۸۷ (۰۲۶۱)
بها: ۱۵۰۰ ریال

Institute of Standards and Industrial Research of IRAN
Central Office: No.1294 Valiaser Ave. Vanak corner, Tehran, Iran
P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran
Tel: +98 (21) 88879461-5
Fax: +98 (21) 88887080, 88887103
Headquarters: Standard Square, Karaj, Iran
P.O. Box: 31585-163
Tel: +98 (261) 2806031-8
Fax: +98 (261) 2808114
Email: standard@isiri.org.ir
Website: www.isiri.org
Sales Dep.: Tel: +98(261) 2818989, Fax.: +98(261) 2818787
Price: 1500 Rls.

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱ کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بینالمللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای 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 استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و / یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سا زمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

- 1- International organization for Standardization
- 2 - International Electro technical Commission
- 3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)
- 4 - Contact point
- 5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون تدوین استاندارد
" کلرید آهن (III) - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون "

(تجدید نظر اول)

سمت یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه الزهرا

رئیس

میرحبیبی، افتخارالسادات
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

دبیر

سالاروند، زهره
(فوق لیسانس شیمی معدنی)

عضو هیئت علمی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی
ایران

اعضاء

شرکت کیمیاگران

احمدیه، سینا
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت ژرفاب شیمی صنعت

پیران، نجف
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت IGI

حسن، جلال
(دکترای شیمی تجزیه)

شرکت نیروکلر

زمانی، رضا
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت رسوبگیری

زندیه، رضا
(لیسانس مهندسی شیمی)

سازمان آب و برق خوزستان

ساکیان دزفولی، محمدرضا
(فوق لیسانس مهندسی آب و فاضلاب)

کارشناس مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

سوکى، برزویه
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت آب و فاضلاب تهران

صباح، سیمین
(فوق لیسانس شیمی)

ادامه کمیسیون تدوین استاندارد
"کلرید آهن(III) - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون"

(تجدید نظر اول)

سمت یا نمایندگی
شرکت آب و فاضلاب

اعضاء
صفاریان، عبدالکاظم
(لیسانس شیمی)

شرکت کلر پارس

عمرانی‌خواه، جلیل
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

شرکت پارس کمیکال

فارقی، علی
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت IGI

فرهمند، عبدالکریم
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

شرکت IGI

کافی‌آبادی، داود
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت نیروکلر

کرمی، رحمت اله
(فوق لیسانس شیمی)

شرکت کارون شیمی خوزستان

مقدم، علی
(لیسانس شیمی)

شرکت آب و فاضلاب تهران

ملکان، پونه
(لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با موسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی استاندارد
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ طبقه‌بندی
۲	۴ الزامات
۳	۵ نمونه‌برداری
۴	۶ روش‌های آزمون
۴	۱-۶ تعیین کلرید آهن (III)
۴	۱-۱-۶ روش الف
۵	۲-۱-۶ روش ب
۷	۲-۶ تعیین کلرید آهن (II)
۷	۱-۲-۶ روش الف
۸	۲-۲-۶ روش ب
۹	۳-۶ اسید آزاد
۱۰	۴-۶ مواد نامحلول
۱۱	۷ بسته‌بندی و نشانه‌گذاری

پیش‌گفتار

استاندارد " کلرید آهن (III) - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون " نخستین بار در سال ۱۳۷۴ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و درپانصد و شانزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی مورخ ۱۳۸۶/۱۲/۲۲ تصویب شد. اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح و قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۳۶۰۱ : سال ۱۳۷۴ می‌شود.

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

1-ANSI /AWWA B407: 98, AWWA Standard for Liquid Ferric Chloride

2-DIN EN 888: 2005, Chemicals used for treatment of water intended for human consumption - Iron(III)chloride

کلرید آهن (III) – ویژگی ها و روش های آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارائه ویژگی ها، روش آزمون و بسته بندی کلرید آهن(III) می باشد. این استاندارد برای کلرید آهن(III) نوع خشک (بدون آب تبلور) و مایع مورد مصرف در تصفیه آب برای مصارف انسانی کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدرکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن مورد نظر است.

۱-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۴۷۰۹ سال ۱۳۷۵ – کلرید آهن (III) – روش‌های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸ سال ۱۳۸۰ – آب مورد مصرف برای آزمایشگاه تجزیه – ویژگی و روش‌های آزمون

2-3 Din EN 888(2005)- Chemicals used for treatment of water intended for human consumption- Iron(III)chloride

۳ طبقه بندی

کلرید آهن (III) از ترکیب مستقیم گاز کلر با آهن در شرایط حرارت مناسب و یا از ترکیب هیدروکلریک اسید با آهن و اکسید کردن محلول کلرید آهن (II) تهیه شده با گاز کلر و یا از ترکیب آهن با کلرید آهن (III) و اکسید کردن مجدد آن با گاز کلر بدست می‌آید و به انواع زیر طبقه بندی می‌شود .

۱-۳ پودر خشک (بدون آب تبلور)

کلرید آهن (III) به شکل پودر خشک با فرمول مولکولی $FeCl_3$ به شدت جاذب رطوبت است و با جذب رطوبت درخشندگی نارنجی پیدا می‌کند. این نوع کلرید آهن بدلیل جذب رطوبت، ممکن است به صورت کلوخه مشاهده شود.

۲-۳ کریستال شش آبه ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)

محلول کلرید آهن (III) در غلظت های بالا با شش مولکول آب به صورت کریستال زرد یا نارنجی رنگ در می‌آید و حاوی % ۶۰ جرمی کلرید آهن(III) می‌باشد.

۳-۳ کلرید آهن (III) مایع (محلول)

کلرید آهن (III) مایع یا محلول غلیظ کلرید آهن (III)، به رنگ قهوه ای سیر، بدون مواد معلق و مواد ناخالص قابل روئیت می باشد و در ظروف پلاستیکی یا به صورت فله عرضه می شود. غلظت کلرید آهن (III) در محلول معمولاً بین ۳۷ تا ۴۳ درصد جرمی ($FeCl_3$) می باشد.

۴ الزامات

الزامات کلرید آهن (III) مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی باید مطابق جدول یک باشد.

جدول یک - الزامات کلرید آهن (III)

روش آزمون	حدود قابل قبول		مشخصه	ردیف
	کلرید آهن (III) نوع مایع (محلول)	کلرید آهن (III) نوع پودر خشک		
بند ۶-۱	40 ± 3	$98/0 \pm 2$	کلرید آهن (III) درصد جرمی بر حسب $FeCl_3$	۱
بند ۶-۲	۰/۶	۰/۶	کلرید آهن (II) درصد جرمی بر حسب $FeCl_2$ حداکثر	۲
بند ۶-۳	۱/۰	-	اسید آزاد درصد جرمی بر حسب HCl حداکثر	۳
بند ۶-۴	۰/۲	۰/۵	مواد نامحلول درصد جرمی حداکثر	۴
استاندارد بند ۲-۱	۲	۱	روی (Zn) درصد جرمی حداکثر	۵
استاندارد بند ۲-۱	۰/۰۰۳	۰/۰۰۵	آرسنیک (As) درصد جرمی حداکثر	۶
استاندارد بند ۲-۱	۰/۰۰۸	۰/۰۱۲	سرب (Pb) درصد جرمی حداکثر	۷
استاندارد بند ۲-۱	۰/۰۰۰۳	۰/۰۰۰۵	جیوه (Hg) درصد جرمی حداکثر	۸
استاندارد بند ۲-۱	۰/۳۰	۰/۳۰	منگنز (Mn) درصد جرمی حداکثر	۹
استاندارد بند ۲-۱	۰/۰۰۲	۰/۰۰۳	کادمیوم (Cd) درصد جرمی حداکثر	۱۰
استاندارد بند ۲-۱	۰/۰۲	۰/۰۳	کروم (Cr) درصد جرمی حداکثر	۱۱
استاندارد بند ۲-۱	۰/۰۰۲	۰/۰۰۳	سلنیوم (Se) درصد جرمی حداکثر	۱۲
استاندارد بند ۲-۱	۰/۰۰۷	۰/۰۱	نیکل (Ni) درصد جرمی حداکثر	۱۳
استاندارد بند ۲-۳	۰/۰۰۲	۰/۰۰۲	آنتیموان (Sb) درصد جرمی حداکثر	۱۴

۵ نمونه برداری

۱-۵ نمونه برداری از بسته ها با ظرفیت حداکثر ۲۲۰L

۱-۱-۵ مقدار نمونه

در صورتیکه محموله در بسته های متعدد با ظرفیت حداکثر ۲۲۰L تحویل می گردد، باید ۵ درصد تعداد بسته ها مشروط بر اینکه از ۱۵ بسته تجاوز نکند، به عنوان نمونه و به روش تصادفی انتخاب شود. در بین بسته های انتخاب شده نباید بسته آسیب دیده موجود باشد.

۲-۱-۵ روش نمونه برداری

از محتویات هر بسته باید نمونه گیری و آن ها را با هم مخلوط کرد. برای این منظور باید با استفاده از یک مخلوط کن یا همزن مناسب محتویات بسته را مخلوط کرده یا بسته را بشدت تکان داد و از تک تک بسته ها بطور مساوی و به مقداری نمونه برداشت که از مجموع آنها ۱۰ L یا ۱۰ kg نمونه جمع آوری شود. پس از خاتمه نمونه برداری باید نمونه ها را روی هم ریخته و بشدت تکان داد تا یکنواخت شود و از مخلوط حاصل ۳ نمونه، هر کدام نیم لیتر (۰/۵ kg) در ظرف هایی که در پوش آنها محکم است ریخته و هر کدام را مهر و موم نمود.

باید مراقبت کرد که در مواقع انتقال و برداشت نمونه ها هوای زیادی وارد ظروف نشود. بر روی هر کدام از سه ظرف بعد از اینکه درپوش آنها بسته و مهر و موم شد باید بر چسب حاکی از نام و نوع نمونه و تاریخ نمونه برداری نصب گردد و نمونه بردار و تحویل دهنده ی نمونه بر چسب را امضاء و ظروف را مهر نمایند. یکی از ظروف نمونه برداری شده برای آزمون توسط خریدار، یکی برای فروشنده و دیگری به عنوان شاهد برای مواقع بروز اختلاف نظر می باشد و باید حداقل به مدت دو ماه بعد از تحویل محموله در محلی مناسب نگهداری شود.

یادآوری _ نمونه آزمون از ظروف مهر و موم و تحویل شده به آزمایشگاه برداشته می شود. مهر و موم ظرف باید هنگام برداشت نمونه برای آزمون باز شود. قبل از برداشت، محتویات ظرف باید کاملاً مخلوط گردد تا یکنواخت شود. کلیه مراحل برداشت نمونه باید به سرعت انجام و در ظرف باید دوباره به گونه ای بسته شود تا از نفوذ رطوبت هوا محفوظ بماند.

۲-۵ نمونه برداری از مخازن بزرگتر از ۲۲۰ L

در صورتیکه محموله در مخازن بزرگتر از ۲۲۰ L (به صورت فله) عرضه می گردد نمونه برداری باید قبل یا بعد از حمل و از مخازن ثابت انجام گیرد. اگر محموله شامل چند مخزن باشد باید از همه مخازن نمونه برداری انجام گیرد. محتویات مخزن باید با وسیله ای مناسب مخلوط و یکنواخت شود سپس نمونه برداری انجام گیرد و اگر مخلوط کردن و یکنواخت کردن مقدور نباشد باید با استفاده از ابزار نمونه برداری مناسب حداقل از سه نقطه متفاوت از ارتفاع مخزن نمونه برداشته سپس مخلوط شود.

نمونه جمع آوری شده حداقل باید ۱۰L (۱۰ kg) باشد پس از خاتمه نمونه برداری باید نمونه ها را روی هم ریخته و بشدت تکان داد تا یکنواخت شود و از مخلوط حاصل ۳ نمونه هر کدام نیم لیتر (۰/۵ kg) در ظرف هایی که در پوش آنها محکم است ریخته و هر کدام را مهر و موم نمود و مانند روش بند ۱-۵-۲ روی آن برچسب نصب و آنها را توزیع و نگهداری نمود (به یادآوری بند ۱-۵-۲ نیز باید توجه شود).

۶ روش های آزمون

در کلیه روش های آزمون از آب مقطر مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ (بند ۲-۲) استفاده کنید. در این استاندارد به موارد ایمنی کار با مواد شیمیایی اشاره نشده است. کاربر این استاندارد هنگام کار با مواد شیمیایی باید کلیه موارد ایمنی را رعایت نماید.

۱-۶ تعیین کلرید آهن (III)

در این استاندارد کلرید آهن (III) به دو روش اندازه گیری می شود و روش الف، روش مرجع محسوب می گردد.

۱-۱-۶ روش الف

۱-۱-۱-۶ اصول روش

آهن سه ظرفیتی بوسیله یدیدپتاسیم به آهن دو ظرفیتی احیاء می شود. ید حاصله با محلول استاندارد تیوسولفات سدیم تیترو می شود. با استفاده از مقدار تیوسولفات سدیم مصرفی، مقدار آهن (III) و درصد کلرید آهن (III) بدست می آید.

۲-۱-۱-۶ مواد لازم

۱-۲-۱-۱-۶ اسید هیدروکلریک غلیظ، $\rho = 1.19 \text{ Kg/l}$

۲-۲-۱-۱-۶ اسید هیدروکلریک، (V/V) ۲٪

۲ ml اسید هیدروکلریک به مقداری آب اضافه کنید و آن را با آب تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید.

۳-۲-۱-۱-۶ یدیدپتاسیم عاری از ید آزاد

۴-۲-۱-۱-۶ محلول استاندارد تیوسولفات سدیم 0.1 mol/l (۰/۱ N)

یادآوری_ از محلول استاندارد آماده استفاده کنید.

۵-۲-۱-۱-۶ محلول شناساگر نشاسته

۵ g نشاسته و ۰/۰۱ g یدید جیوه را با ۳۰ ml آب در یک هاون بلوری ریخته و بسایید. ماده خمیری شکل بدست آمده را به یک لیتر آب در حال جوش اضافه کرده و به مدت ۳ min آن را بجوشانید. محلول بدست آمده را بعد از خنک شدن در ظرف دیگری سرریز کنید تا از مواد رسوبی که ممکن است در ته آن ایجاد شده باشد، جدا شود و محلول زلال را استفاده کنید.

۶-۲-۱-۱-۶ پودر " یدیدمس (I) "

۳-۱-۱-۶ تهیه محلول نمونه

معادل ۱۰ g از نمونه خشک یا محلول را با دقت 0.001 g وزن کرده و در ۱۰۰ ml اسید هیدروکلریک ۲٪ حل کنید. در صورتیکه مواد نامحلول وجود دارد با صافی آن را صاف کنید و روی صافی را ۴ مرتبه با اسید هیدروکلریک ۲٪ و در آخر یک بار با آب مقطر شستشو دهید. محلول را در یک بالن حجمی ۲۵۰ ml به حجم برسانید.

۴-۱-۱-۶ روش انجام آزمون

۲۵ ml از محلول نمونه آماده شده (۳-۱-۱-۶) را در یک ارلن ۳۰۰ ml بریزید. ۳g یدیدپتاسیم و کمی پودر یدیدمس (I) به آن اضافه کنید و اجازه دهید محلول به مدت ۳۰min بماند. سپس ۱۰۰ ml آب مقطر به آن اضافه کنید و با محلول استاندارد تیوسولفات سدیم تیتراسیون را شروع کنید. در انتهای تیتراسیون (وقتی رنگ محلول به زرد کم رنگ تبدیل شد) چند قطره محلول شناساگر نشاسته اضافه کنید و تیتراسیون را تا تغییر رنگ آبی به بی رنگ ادامه دهید.

حجم تیوسولفات سدیم مصرف شده را V_1 بنامید. یک نمونه شاهد با استفاده از کلیه مواد (به غیر از نمونه آزمون) تهیه کنید و به موازات نمونه آن را نیز با محلول استاندارد تیوسولفات سدیم تیترا کنید. حجم محلول تیوسولفات سدیم مصرف شده برای شاهد را V_2 بنامید.

۵-۱-۱-۶ محاسبه

مقدار کلرید آهن(III) در نمونه را با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید.

$$\text{کلرید آهن (III) (درصد جرمی)} = \frac{۱۶۲/۲۲ (V_1 - V_2) m}{M}$$

V_1 = حجم تیوسولفات مصرف شده برای نمونه بر حسب میلی لیتر

V_2 = حجم تیوسولفات مصرف شده برای شاهد بر حسب میلی لیتر

m = غلظت محلول تیوسولفات سدیم بر حسب مول بر لیتر

M = جرم نمونه (۳-۱-۱-۶) بر حسب گرم

۲-۱-۶ روش ب

۱-۲-۱-۶ اصول روش

آهن (III) با افزایش قلع (II) به آهن (II) احیاء می شود و کل آهن (II) با دی کرومات پتاسیم در حضور شناساگر دی فنیل آمین سولفونات باریم تیترا و مقدار کل آهن محاسبه می شود. سپس مقدار آهن (II) بدست آمده در بند ۱-۴-۲-۲-۶ از مقدار آهن کل تفریق و مقدار آهن(III) بدست می آید. با استفاده از مقدار آهن(III) مقدار کلرید آهن (III) محاسبه می شود.

۲-۲-۱-۶ مواد لازم

۱-۲-۲-۱-۶ اسید سولفوریک غلیظ، $\rho = ۱/۸۴ \text{ Kg/l}$

۲-۲-۲-۱-۶ اسید هیدروکلریک غلیظ، $\rho = ۱/۱۹ \text{ Kg/l}$

۳-۲-۲-۱-۶ اسید هیدروکلریک رقیق

۳۰ ml اسید هیدروکلریک غلیظ را به مقداری آب اضافه کنید و سپس آن را با آب تا ۱۰۰ ml رقیق نمایید.

۴-۲-۲-۱-۶ اسید فسفریک غلیظ ، $\rho = ۱/۷۱ \text{ Kg/l}$

۵-۲-۲-۱-۶ محلول کلرید قلع (II)

۱۰۰ g کلرید قلع (II) را در اسید هیدروکلریک رقیق (۳-۲-۲-۱-۶) حل کنید و برای نگهداری محلول مقداری قلع فلزی به آن اضافه کنید. اگر محلول کدر شد آن را دور بریزید. محلول کلرید قلع (II) پایدار نمی‌باشد و باید هر ماه به صورت تازه تهیه شود.

۶-۲-۲-۱-۶ محلول کلرید جیوه (II) اشباع

کلرید جیوه (II) را در ۵۰۰ ml آب مقطر حل کنید و آنقدر کلرید جیوه (II) اضافه کنید تا دیگر حل نشود.

یادآوری _ ترکیبات جیوه سمی است و هنگام جابجایی، حمل و استفاده از ترکیبات جیوه باید موارد ایمنی را بکار برد.

۷-۲-۲-۱-۶ محلول مخلوط اسید سولفوریک و اسید فسفریک

۱۵۰ ml اسید سولفوریک غلیظ و ۱۵۰ ml اسید فسفریک غلیظ را با آب به حجم یک لیتر برسانید (اسید را به آب اضافه کنید).

۸-۲-۲-۱-۶ محلول دی کرومات پتاسیم - ۰/۰۱۶۶ mol/l (۰/۱ N)

۴/۹۰۲ g دی کرومات پتاسیم با خلوص تجزیه‌ای را در آب حل کنید و به حجم یک لیتر برسانید.

۹-۲-۲-۱-۶ شناساگر دی فنیل آمین سولفونات باریم

۰/۳۲ g دی فنیل آمین سولفونات باریم را در ۱۰۰ ml آب حل کنید.

۳-۲-۱-۶ روش انجام آزمون

۱-۳-۲-۱-۶ تهیه محلول نمونه

۱۰g نمونه را با دقت ۰/۰۰۱ g وزن و در مقداری آب حل کنید و در یک بالن حجمی ۲۵۰ ml به حجم برسانید و خوب مخلوط کنید.

۲-۳-۲-۱-۶ تیتراسیون

ابتدا محلول حاصل را به خوبی هم بزنید سپس به سرعت و توسط پی پت ۵۰ ml از آن را به یک ارلن ۵۰۰ ml منتقل کنید. ۱۵ ml اسید سولفوریک غلیظ و ۱۰ ml اسید هیدروکلریک غلیظ اضافه کنید و آن را تا نزدیک جوش حرارت دهید.

یادآوری: در اثر جوشیدن محلول آهن می‌تواند به صورت $FeCl_3$ تبخیر و از محیط خارج شود

در حالیکه محلول تا نزدیک جوش گرم شده است ($100^{\circ}C - 95^{\circ}C$) و هم می‌خورد، قطره قطره محلول کلرید قلع (II) اضافه کنید تا رنگ زرد آهن در محلول از بین برود. سپس یک قطره کلرید قلع (II) بیافزایید. ته ارلن را در بشر آب سرد قرار دهید تا دمای محیط خنک شود. ۱۰ ml محلول کلرید جیوه (II) اشباع اضافه کنید. رسوب سفید ابریشمی باید تشکیل شود.

یادآوری _ اگر رسوب سیاه یا خاکستری تشکیل شود بدلیل افزایش بیش از اندازه کلرید قلع (II) خواهد بود و اگر رسوب سفید تشکیل نشود بدلیل کافی نبودن کلرید قلع خواهد بود. در هر دو حالت محلول را دور بریزید و دوباره نمونه را تهیه کنید.

محلول را با آب تا حجم ۱۵۰ ml رقیق کنید . ۱۵ ml محلول مخلوط اسید سولفوریک و اسید فسفریک و پنج قطره شناساگر دی فنیل سولفونات باریم اضافه و به سرعت با محلول دی کرومات پتاسیم تا نقطه پایان آبی - بنفش تیترا کنید.

۴-۲-۱-۶ محاسبه

مقدار کل آهن بر حسب درصد جرمی را از معادله زیر محاسبه کنید.

$$\text{آهن کل (Fe) (درصد جرمی)} = \frac{V \times m \times 167/55}{M}$$

که در آن :

V = حجم مصرفی محلول دی کرومات پتاسیم بر حسب میلی لیتر

m = غلظت محلول دی کرومات پتاسیم بر حسب مول بر لیتر

M = جرم نمونه (۱-۳-۲-۱-۶) مورد آزمون بر حسب گرم

(بدست آمده در بند ۲-۲-۴-۱) (درصد جرمی) آهن (II) - (درصد جرمی) آهن کل = آهن (III) (درصد جرمی)

$$\text{FeCl}_3 \text{ (درصد جرمی)} = \frac{162/22 \times (\text{درصد جرمی آهن (III)})}{55/85}$$

۲-۶ تعیین کلرید آهن (II)

در این استاندارد کلرید آهن (II) به دو روش اندازه گیری می شود و روش الف، روش مرجع محسوب می گردد.

۱-۲-۶ روش الف

۱-۱-۲-۶ اصول روش

مقدار کلرید آهن (II) بوسیله تیتراسیون با پرمنگنات به روش رینهارد تعیین می گردد.

۲-۱-۲-۶ مواد لازم

۱-۲-۱-۲-۶ سولفات منگنز دو آبه یا چهار آبه ($\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ یا $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

۲-۲-۱-۲-۶ اسید فسفریک غلیظ ، $\rho = 1/71 \text{ kg/l}$

۳-۲-۱-۲-۶ اسید سولفوریک غلیظ ، $\rho = 1/84 \text{ kg/l}$

۴-۲-۱-۲-۶ محلول استاندارد پرمنگنات پتاسیم 0.002 mol/l (0.01 N)

یادآوری _ از محلول استاندارد آماده استفاده کنید.

۵-۲-۱-۲-۶ محلول زیمرمن _ رینهارد

۶۷ g سولفات منگنز چهار آبه و یا ۵۱ g سولفات منگنز دو آبه را وزن کرده و در یک بالن ۱۰۰۰ ml بریزید و به آن ۳۰۰ ml آب مقطر اضافه کنید. سپس ۱۳۸ ml اسید فسفریک غلیظ و ۱۳۰ ml اسید سولفوریک غلیظ را مخلوط نموده و به بالن ۱۰۰۰ ml محتوی سولفات منگنز بیافزایید و آن را به حجم برسانید.

۳-۱-۲-۶ روش انجام آزمون

۲۵ ml محلول نمونه آماده شده در بند ۳-۱-۱-۶ را در یک ارلن بریزید به آن ۵۰ ml آب مقطر و ۱۰۰ ml محلول زیمرمن _ رینهارد (۵-۲-۱-۲-۶) اضافه کنید. سپس با محلول پرمنگنات پتاسیم تا ظهور رنگ صورتی تیترا کنید. یک نمونه شاهد با استفاده از کلیه مواد (به غیر از نمونه آزمون) تهیه و با محلول پرمنگنات پتاسیم تیترا کنید.

۴-۱-۲-۶ محاسبه

۱-۴-۱-۲-۶ مقدار کلرید آهن (II) را از معادله زیر محاسبه کنید.

$$\text{کلرید آهن (II) (درصد جرمی)} = \frac{۶۳۳/۷۵(V_1 - V_2) m}{M}$$

که:

V_1 = حجم محلول پرمنگنات پتاسیم مصرف شده برای نمونه بر حسب میلی لیتر

V_2 = حجم محلول پرمنگنات پتاسیم مصرف شده برای شاهد بر حسب میلی لیتر

m = غلظت محلول پرمنگنات پتاسیم بر حسب مول بر لیتر

M = جرم نمونه (۳-۱-۱-۶) بر حسب گرم

۲-۲-۶ روش ب

۱-۲-۲-۶ اساس روش

آهن (II) با دی کرومات پتاسیم در حضور معرف دی فنیل آمین سولفونات باریم تیترا می شود. مقدار آهن (II) و سپس کلرید آهن (II) محاسبه می گردد.

۲-۲-۲-۶ مواد لازم

۱-۲-۲-۲-۶ اسید سولفوریک غلیظ، $\rho = ۱/۸۴ \text{ kg/l}$

۲-۲-۲-۲-۶ اسید فسفریک غلیظ، $\rho = ۱/۷۱ \text{ Kg/l}$

۳-۲-۲-۲-۶ محلول مخلوط اسید سولفوریک و اسید فسفریک

۱۵۰ ml اسید سولفوریک غلیظ و ۱۵۰ ml اسید فسفریک غلیظ را با آب به حجم یک لیتر برسانید (اسید را به آب اضافه کنید).

۴-۲-۲-۲-۶ شناساگر دی فنیل آمین سولفونات باریم

۰/۳۲ g دی فنیل آمین سولفونات باریم را در ۱۰۰ ml آب حل کنید.

۵-۲-۲-۲-۶ محلول دی کرومات پتاسیم ۰/۰۱۶۶ mol/l (۰/۱ N)

۴/۹۰۲ g دی کرومات پتاسیم با خلوص تجزیه‌ای را در آب حل کنید و به حجم یک لیتر برسانید.

۳-۲-۲-۲-۶ روش انجام آزمون

۱۰۰ ml محلول نمونه آماده شده در بند ۳-۲-۱-۶ را با پی پت به یک ارلن ۵۰۰ ml منتقل کنید . ۱۵ ml

اسید سولفوریک غلیظ اضافه و با آب تا ۲۰۰ ml رقیق کنید. محلول را تا دمای اتاق خنک کنید. ۱۵ ml

محلول مخلوط اسید سولفوریک و اسید فسفریک و پنج قطره شناساگر دی فنیل آمین سولفونات باریم

بیافزایید و آن را به سرعت با محلول دی کرومات پتاسیم تا نقطه پایان آبی - بنفش تیترا کنید.

۴-۲-۲-۲-۶ محاسبه

۱-۴-۲-۲-۶ مقدار آهن (II) را از معادله زیر محاسبه کنید.

$$\text{آهن (II) (درصدجرمی)} = \frac{V \times m \times ۸۳/۷۷۵}{M}$$

که :

V = حجم مصرفی محلول دی کرومات پتاسیم بر حسب میلی لیتر

m = غلظت محلول دی کرومات پتاسیم بر حسب مول بر لیتر

M = جرم نمونه آزمون (۱-۳-۲-۱-۶) بر حسب گرم

۲-۴-۲-۲-۶ مقدار کلرید آهن (II) را از معادله زیر محاسبه نمایید.

$$\text{کلرید آهن (II) (درصدجرمی)} = \frac{(۱۲۶/۷۵ \times \text{درصدجرمی آهن (II)})}{۵۵/۸۵}$$

۳-۶ اسید آزاد

۱-۳-۶ مواد لازم

۱-۱-۳-۶ شناساگر فنل فتالین

۰/۵ gr فنل فتالین را در ۱۰۰ ml الکل اتیلیک با غلظت ۹۵ درصد حجمی حل کنید.

یادآوری _ در صورتیکه الکل خاصیت قلیائی داشته باشد و با فنل فتالین رنگ ایجاد کند قبلا باید خنثی شود.

۲-۱-۳-۶ محلول استاندارد هیدروکسید پتاسیم - ۰/۰۵ mol/l (۰/۰۵ N)

یادآوری _ از محلول استاندارد آماده استفاده کنید.

۳-۱-۳-۶ محلول استاندارد هیدروکسید پتاسیم - ۰/۰۲ mol/l (۰/۰۲ N)

(به یادآوری بند ۲-۱-۳-۶ توجه کنید.)

۴-۱-۳-۶ محلول استاندارد اسید هیدروکلریک - ۰/۰۵ mol/l (۰/۰۵ N)

(به یادآوری بند ۲-۱-۳-۶ توجه کنید.)

۵-۱-۳-۶ محلول فلورید پتاسیم

۱۰۰ gr فلورید پتاسیم را در ۱۲۰ ml آب گرم تازه تقطیر شده حل کنید. سپس ۱ ml شناساگر فنل فتالین به آن اضافه کنید. در صورت لزوم با محلول ۰/۰۵ mol/l اسید هیدروکلریک یا هیدروکسید پتاسیم (هرکدام لازم بود) آنرا خنثی کنید (ممکن است با افزودن شناساگر فنل فتالین به ۱ ml از محلول فلورید پتاسیم و ۱۰ ml آب مقطر تازه تقطیر شده، رنگ صورتی کمرنگ ایجاد شود). محلول را (در صورت لزوم) صاف کرده و به حجم ۲۰۰ ml برسانید.

۲-۳-۶ روش انجام آزمون

۱۰ gr گرم نمونه را با دقت ۰/۰۰۱ gr وزن در مقداری آب حل کنید و به یک بالن ۱۰۰ ml منتقل نمایید. محلول را هم بزنیید تا خوب حل شود سپس آن را به حجم برسانید. ۲۵ ml از محلول بدست آمده را به یک ارلن ۲۵۰ ml منتقل کنید. ۵۰ ml محلول فلورید پتاسیم و ۰/۵ ml شناساگر فنل فتالین افزوده محلول حاصل را تا دمای ۱۵ °C خنک کنید. آن را با محلول هیدروکسید پتاسیم استاندارد (۰/۰۲ mol/l) تا ایجاد رنگ صورتی کمرنگ تیترا کنید و حجم هیدروکسید پتاسیم مصرف شده را یادداشت نمایید (A). یک محلول شاهد با افزودن کلیه مواد که در آزمایش نمونه بکار برده‌اید تهیه و آن را با محلول هیدروکسید پتاسیم استاندارد (۰/۰۲ mol/l) تیترا کنید و حجم هیدروکسید پتاسیم مصرف شده را یادداشت کنید (B).

۲-۳-۶ محاسبه

مقدار اسید آزاد را طبق معادله زیر محاسبه کنید.

$$\text{HCl} = \frac{(A-B) m \times 14/60}{M}$$

= اسید آزاد بر حسب درصد جرمی HCl

A = حجم محلول هیدروکسید پتاسیم مصرف شده برای نمونه بر حسب میلی لیتر

B = حجم محلول هیدروکسید پتاسیم مصرف شده برای شاهد بر حسب میلی لیتر

m = غلظت محلول هیدروکسید پتاسیم بر حسب مول بر لیتر

M = جرم نمونه آزمون بر حسب گرم

۴-۶ مواد نامحلول

۱-۴-۶ مواد شیمیایی لازم

۱-۱-۴-۶ اسید هیدروکلریک غلیظ، $\rho = 1/19 \text{ Kg/l}$

۲-۱-۴-۶ اسید هیدروکلریک رقیق (حدود (V/V) ۲٪)

۵ ml اسید هیدروکلریک غلیظ را به مقداری آب اضافه کنید و آن را با آب تا حجم ۲۵۰ ml رقیق نمایید.

۲-۴-۶ وسایل لازم

۱-۲-۴-۶ صافی شیشه ای متخلخل (گوچ) شماره ۴

۲-۴-۶ روش آزمون

ابتدا یک صافی شیشه ای متخلخل (گوچ) شماره ۴ را شسته در آن در دمای $105^{\circ}\text{C} - 110^{\circ}\text{C}$ خشک و به وزن ثابت برسانید. پس از خنک شدن در دسیکاتور آن را با دقت 0.001g وزن نمایید. 20g نمونه را با دقت 0.001g وزن و به یک بشر 250ml منتقل کنید. 100ml اسید هیدروکلریک رقیق (۲-۱-۴-۶) به آن اضافه نمایید و خوب هم بزنید. محلول بدست آمده را با صافی شیشه ای متخلخل آماده شده صاف کنید. روی صافی را دوبار با اسید هیدروکلریک رقیق و سپس با آب شستشو دهید. صافی را در دمای $105^{\circ}\text{C} - 110^{\circ}\text{C}$ خشک و به وزن ثابت برسانید پس از خنک شدن در دسیکاتور آن را با دقت 0.001g وزن کنید.

۳-۴-۶ محاسبه

مقدار مواد نامحلول را از معادله زیر محاسبه کنید.

$$\text{کل مواد نامحلول (درصد جرمی)} = \frac{(M_2 - M_3)}{M_1} \times 100$$

M_1 = جرم نمونه آزمون بر حسب گرم

M_2 = جرم صافی همراه مواد نامحلول بر حسب گرم

M_3 = جرمی صافی بر حسب گرم

۷ بسته بندی و نشانه گذاری

۱-۷ بسته بندی

فرآورده کلرید آهن (III) می تواند در بسته ها یا ظروف با ظرفیت حداکثر 220L بسته بندی شود. در این صورت ظروف یا بسته ها باید از جنس پلاستیک یا لاستیک ضد اسید یا باید دارای پوشش داخلی پلاستیکی یا لاستیکی ضد اسید و غیر قابل نفوذ هوا و رطوبت باشد. فرآورده کلرید آهن (III) مایع می تواند به صورت فله در تانکرها نیز عرضه شود.

۲-۷ نشانه گذاری

در صورتیکه کلرید آهن (III) در بسته های حداکثر 220L عرضه می شود باید موارد و عبارات زیر به عنوان نشانه گذاری بر روی بسته ها ذکر گردد.

۱-۲-۷ نام یا نام تجاری تولید کننده

۲-۲-۷ آدرس تولید کننده

۳-۲-۷ عبارت " ساخت ایران "

۴-۲-۷ عبارت " هنگام تخلیه و بارگیری باید از دستکش لاستیکی یا ضد اسید استفاده شود "

۵-۲-۷ عبارت " از تماس با پوست و چشم باید خودداری شود "

۶-۲-۷ عبارت " در محل خشک و خنک و دور از مواد آتش زا نگهداری شود "

۷-۲-۷ عبارت " پس از بازکردن هر بسته باید در آن دوباره بطور کامل بسته شود تا نفوذ هوا و رطوبت
بداخل بسته به حداقل برسد "

ICS: 71.100

صفحه : ۱۲
