



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۷۱۰۹



آب - اندازه گیری هیدرازین به روش رنگ سنجی
روش آزمون
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 و 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.

پیش گفتار

استاندارد «آب-اندازه گیری هیدرازین به روش رنگ سنجی - روش آزمون» که توسط کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده و در دویست و هشتادومین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ 82/9/8 مورد تصویب قرار گرفته است، اینک این استاندارد به استناد بند يك ماده 3 قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه 1371 به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهند شد و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استاندارد ارائه شود، در تجدید نظر بعدی مورد توجه قرار خواهد گرفت.

بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد.

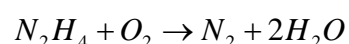
در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این

استاندارد و استاندارد های بین المللی 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:

1 – ASTM D 1385: 1997 The Test Method For Hydrazin in Water.

مقدمه

هیدرازین یک ماده شیمیایی سنتزی می باشد که در طبیعت وجود ندارد. هیدرازین معمولاً در مورد آب دیگ های بخار، آبهای فرآیندهای شیمیایی و دیگر آبها به جهت جلوگیری از خوردگی توسط اکسیژن محلول در آب مورد استفاده قرار می گیرد. این ماده احیاءکننده، با اکسیژن محلول در آب واکنش می دهد و تولیدنیتروژن و آب می کند هر چند تحت شرایط خاص، هیدرازین به آمونیاک و نیتروژن نیز تبدیل می شود. استفاده عمده از هیدرازین در دیگ های بخار با فشار بالا می باشد. برتری هیدرازین نسبت به سولفیت ها در این است که هیچگونه ماده جامد محلول در آب دیگ های بخار، تولید نمی شود. هیدرازین اغلب در مقادیر کمتر از 0/1 میلی گرم درلیتر قابل استفاده است ولی در محلول های ذخیره شده، جهت حفاظت بویلرهای بلااستفاده، غلظت آن ممکن است به حدود 200 میلی گرم در لیتر نیز برسد.



کاربرد دیگر هیدرازین، محافظت فولادکربنی (کربن استیل) توسط احیاء لایه $Fe_2 O_3$ به لایه مغناطیسی $Fe_2 O_3$ می باشد.

هیدرازین یک ماده مشکوک به سرطان زایی می باشد و سازمان ایمنی شغلی (OSHA) ⁽¹⁾ مقدار حداکثر غلظت مجاز آن در هوا را، یک میلی گرم در لیتر تعیین کرده است. در محلول آبی، هیدرازین در حضور هوا در یک زمان نسبتاً کم، تبدیل به نیتروژن و آب می گردد.

مواد معمولی موجود در آبهای صنعتی، موجب اختلال در این روش آزمون نمی شود، هر چند مقدار هیدرازین ممکن است توسط عوامل اکسید کننده ای از جمله کلر، برم و ید کاهش یابد. رنگ ها نیز ممکن است در طول موج 458 نانومتر ایجاد تداخل در نتایج آزمون کنند. همچنین آمینهای آروماتیک مثل آنیلین نیز سبب تداخل می شوند.

آب - اندازه گیری هیدرازین به روش رنگ سنجی - روش آزمون

1 هدف و دامنه کاربرد

1-1 هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مقدار

هیدرازین موجود در آب به روش رنگ سنجی است.

2-1 این روش در تعیین هیدرازین موجود در آب دیگ

های بخار، کندانسورهای موجود در صنایع مختلف و بررسی

احتمال آبهای طبیعی و چاهها کاربرد دارد.

3-1 محدوده مناسب غلظت هیدرازین برای این روش

آزمون 5-200 میکروگرم بر لیتر می باشد و در غلظت های

بالا، هیدرازین با رقیق سازی محلول قابل اندازه گیری می

گردد.

4-1 وظیفه کاربر این استاندارد می باشد. که صحت

این روش را برای انواع آبهای آزمون نشده مورد تایید

قرار دهد.

یادآوری - در این استاندارد، همه موارد ایمنی و مشکلاتی که ممکن

است در طول انجام کار پی آید تذکر داده نشده و در واقع رعایت

کلیه موارد ایمنی و سلامتی و همچنین تعیین محدودیت های لازم در

زمینه اجرا بر عهده استفاده کننده از این استاندارد می باشد.

2 مراجع الزامی

مدارک زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به

آنها ارجاع داده شده است.

بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می

شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/ یا تجدیدنظر،

اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده موردنظر است.

استفاده از مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

استاندارد ملی ایران 1728: سال 1380 ویژگی ها و روش های آزمون آب برای مصارف آزمایشگاهی.

3 روش آزمون

3-1 اساس کار

در این روش اندازه گیری هیدرازین توسط اسپکتروفتومتر در طول موج 458 نانومتر و با استفاده از سل 50 میلی متری انجام می شود. چنانچه محلول، پارا - دی متیل آمینو بنزالدهید⁽¹⁾ در متیل الکل و کلریدریک اسید به آزمون در محل کلریدریک اسید رقیق افزوده شود ترکیب زردرنگی ایجادخواهدشد که شدت رنگ آن متناسب با غلظت هیدرازین موجود در آزمون است و در محدوده غلظت 5-200 میکروگرم بر لیتر (ppb) هیدرازین از قانون بییر⁽²⁾ تبعیت می کند.

3-2 وسایل لازم

1- p - Dimethylamino Benzaldehyde ($(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{CHO}$)
2- Beers Law

3-2-1 اسپکتروفتومتر

یک اسپکتروفتومتر مناسب برای اندازه گیری در طول موج 458 نانومتر با سل با طول مسیر نور 50 میلی متر مورد استفاده قرار می گیرد.

3-2-2 فتومترهای با صافی فتوالکتریک خاصی قادر هستند اندازه گیری را در طول موج 425 نانومتر به جای 458 نانومتر انجام دهند. در صورت اندازه گیری در طول موج 425 نانومتر که حساسیت آن تقریباً 50 درصد نسبت به آنچه در طول موج 458 نانومتر انجام می شود کمتر است.

3-3 مواد شیمیایی لازم

3-3-1 خلوص مواد

به جز در موارد تصریح شده کلیه مواد باید با خلوص آزمایشگاهی مورد استفاده قرار می گیرند.

3-3-2 خلوص آب

به جز در موارد تصریح شده باید از آب با مشخصات استاندارد ملی ایران به شماره 1728 استفاده کرد.

3-3-3 محلول ذخیره هیدرازین استاندارد $\frac{1000 \text{ میکروگرم}}{\text{لیتری}}$

(

مقدار 0/328 گرم از دی هیدروکلرید هیدرازین (HCl. NH₂. NH₂. HCl) را در حجم 10 میلی لیتر آب و 10 میلی لیتر کلریدریک اسید

با وزن مخصوص 1/19 حل کنید. محلول فوق را با آب در يك بالن حجمي يك ليتري رقيق کرده و مخلوط نمایید.

4-3-3 محلول استاندارد هیدرازین میلی لیتر ^{۰/۵ میکروگرم} (

مقدار 5 ميلي ليتر از محلول ذخيره هيدرازين (بند 3-3-3) را با آب به حجم يك ليتر رسانده به خوبي مخلوط نمایید.

5-3-3 هیدروکلریدريك اسيد (با وزن مخصوص 1/19) غليظ

6-3-3 محلول پارا - دي متيل آمينو بنزالدهيد

مقدار 4 گرم از پارا - دي متيل آمينو بنزالدهيد را در 200 ميلي ليتر الكل متانول ⁽¹⁾ و 20 ميلي ليتر كلريدريك اسيد حل کنید. محلول فوق را در يك بطري تيره و دور از نور مستقيم خورشيد نگهداري نمایید.

4-3 آماده سازي آزموئه

1-4-3 مقدار يك ميلي ليتر از هيدروكلريدريك اسيد

غليظ را به يك بالن حجمي با ظرفيت 100 ميلي ليتري منتقل کنید و بلافاصله 50 ميلي ليتر از نمونه را با پيپت به بالن حجمي بيافزاييد و با آب مقطر به حجم برسانيد.

2-4-3 هم زمان يك شاهد از آب مقطر تهيه نمایید.

3-4-3 در صورتي كه غلظت هيدرازين در آب، بيشتري از 200

ميكروگرم در ليتر باشد بايد حجم كمترى از نمونه انتخاب نمایید.

5-3 منحنى كالبراسيون

1-5-3 يك سري از محلول هاي استاندارد هيدرازين را به وسيله افزودن به ترتيب 0، 5، 10، 25، 50، 100، 200 ميلي ليتر از محلول استاندارد هيدرازين (N_2H_4 ميكروگرم $1ml = 0/5$) به بالن هاي حجمي 500 ميلي ليتري اضافه نماييد. سپس 5 ميلي ليتر از هيدروكلريديك اسيد را به هر بالن افزوده، توسط آب مقطر به حجم 500 ميلي ليتر رسانده و به خوبي به هم بزنييد. به اين ترتيب محلول هاي استاندارد حاوي 0، 5، 10، 25، 50، 100، 200 ميكروگرم بر ليتر (ppb) هيدرازين حاصل مي شود.

2-5-3 مقدار 50 ميلي ليتر از هر کدام از محلول هاي تهيه شده در بند 1-5-3 را با پيپت 50 ميلي ليتري به بشرهاي خشك و تميز 100 ميلي ليتري يا بالن هاي حجمي منتقل نماييد و سپس طبق بند 2-6-3 عمل نماييد و نمودار مقدار جذب را بر حسب ميكروگرم در ليتر هيدرازين رسم نماييد.

3-5-3 منحنی کالیبراسیون باید به صورت جداگانه برای هر فتومتر رسم شود و در صورت نیاز به هرگونه تغییر در سل، لامپ یا فیلتر دستگاه یا هرگونه تغییرات دیگر در دستگاه یا مواد شیمیایی، می بایستی کالیبراسیون مجدد صورت گیرد. منحنی را برای هر سری از آزمون ها به وسیله دو یا چند محلول با غلظت مشخص هیدرازین، بازبینی کنید.

6-3 روش اجرای آزمون

1-6-3 به وسیله پیپت، 50 میلی لیتر از محلول شاهد و آزمون اسیدی شده را به بشرها یا بالن های حجمی خشک و تمیز منتقل کنید.

2-6-3 ده میلی لیتر از محلول پارا - دی متیل آمینو بنزآلدهید را به وسیله پیپت به بشر یا بالن حجمی افزوده و به خوبی به هم بزنید.

3-6-3 بعد از حداقل 10 دقیقه و حداکثر 100 دقیقه، مقدار جذب رنگ هر کدام از محلول ها را در طول موج 458 نانومتر در یک سل 50 میلیمتری، با یک اسپکتروفتومتر اندازه گیری کنید. از محلول شاهد به عنوان مرجع برای تنظیم اولیه دستگاه در مقدار صفر استفاده کنید. دستگاه ممکن است از با محلول های استاندارد کالیبره شود تا به طور مستقیم، غلظت آزمون قابل دسترسی باشد.

4-6-3 مقدار میکروگرم در لیتر هیدرازین را به کمک مقدار جذب حاصل از آزمون که از طریق منحنی کالیبراسیون حاصل می شود بدست آورید.

7-3 محاسبات

1-7-3 غلظت هیدرازین در نمونه را بر حسب میکروگرم در لیتر به کمک رابطه زیر تعیین کنید.

$$\text{مقدار هیدرازین (ppb)} = \frac{A \times B}{\text{مقدار هیدرازین}}$$

که در این رابطه:

A : مقدار هیدرازین مشخص شده به وسیله منحنی
کالیبراسیون یا خوانده شده از دستگاه برحسب میکروگرم
بر لیتر (ppb)

B : حجم بالن حجمی میکروگرم بر لیتر که نمونه در آن
مطابق بند 3-4-2 رقیق شده است.

C : حجم آزمونه برحسب میلی لیتر

8-3 گزارش آزمون

1-8-3 شماره استاندارد ملی ایران که براساس آن
آزمون انجام می شود.

2-8-3 مشخصات نمونه.

3-8-3 هر مورد غیر معمول که در حین انجام آزمایش
مشاهده می شود.

4-8-3 هرگونه عملیاتی که در این استاندارد ذکر نشده،
با ذکر منبع و مرجع درج گردد.

5-8-3 ذکر نتایج آزمون.

6-8-3 تاریخ آزمون.

7-1-8-3 تاریخ آزمون

9-3 دقت و صحت

1-9-3 دقت این روش آزمون، به وسیله هفت آزمایشگاه

مختلف در مورد آب آزمایشگاهی، کندانس¹، آب چاه و آب
طبیعی مورد آزمون قرار گرفته است.

2-9-3 دقت كلي اين روش آزمون، در محدوده غلظتي مشخص شده براي آب آزمایشگاهی و آب طبيعي در جدول شماره يك نشان داده شده است.

3-9-3 داده هاي مشخص کننده مقدار انحراف نتايج اين روش آزمون از حالت واقعي در جدول شماره يك زير آورده شده است.

جدول 1 - صحت و روش آزمون

انحراف %	مقدار بدست آمده از آزمون (ppb)	مقدار هیدرازین اضافه شده به آب (ppb)
	آب آزمایشگاهی	
-2/5	5/891	6/041
-0/1	51/54	51/57
-0/2	178/1	177/8
0/3	113/2	112/9
	آب طبيعي	
-1/7	5/935	6/041
-1/6	50/77	51/57
-0/9	176/2	177/8
-1/5	111/2	112/9

این داده ها ممکن است قابل کاربرد براي آبهاي ساير منابع نباشند. بنابراین صحت اين روش آزمون براي ساير منابع به عهده آنالیز کننده است.



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

_7109



**Water -Determination Of Hydrazin By
Spectrophotometer - Test Method**

1st. Revision