



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

استاندارد ملی ایران

7898

چاپ اول

ISIRI

7898

1 St- Edition

تری سدیم فسفات - ویژگیها و  
روشهای آزمون

**Trisodium phosphate – specification  
And test methods**

**پیشگفتار**

استاندارد تری سدیم فسفات- ویژگیها و روشهای آزمون توسط کمیسیونهای مربوطه تهیه و تدوین شده و سیصد و چهل و سومین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی مورخ 83/10/26 مورد تأیید قرار گرفته است، اینک به استناد

بند يك ماده 3 قانون اصطلح قوانين ومقررات مؤسسه  
 استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران مصوب بهمن ماه 1371  
 بعنوان استاندارد ملي ايران منتشر مي شود.  
 براي حفظ همگامي و هماهنگي با تحولات و پيشرفت هاي ملي و  
 جهاني در زمينه صنايع، علوم و خدمات، استانداردهاي ملي  
 ايران در مواقع لزوم تجديد نظر خواهد شد و هرگونه  
 پيشنهادي كه براي اصلاح يا تكميل اين استانداردها ارائه  
 شود، در هنگام تجديد نظر در كميسيون فني مربوط مورد توجه  
 قرار خواهد گرفت. بنابر اين براي مراجعه به استانداردهاي  
 ايران بايد همواره از آخرين تجديد نظر آنها استفاده كرد.  
 درتبيه و تدوين اين استاندارد سعي شده است كه ضمن توجه  
 به شرايط موجود و نيازهاي جامعه، در حد امكان بين اين  
 استاندارد و استاندارد ملي كشورهاي صنعتي و پيشرفته  
 هماهنگي ايجاد شود.  
 منبع و مأخذي كه براي تبيه اين استاندارد به كار رفته  
 به شرح زير است:

1- IS 573: 1992-Trisodium phosphate- Specification

2- ASTM D 538-1990- Trisodium phosphate.

3- Stand-method

## فهرست مطالب صفحه

1.....	تري سدیم فسفات- ويژگيها و روشهاي آزمون	3
.....	1-هدف و دامنه کاربرد	3
.....	2-مراجع الزامي	3
.....	3-طبقه بندي	4
.....	4-انواع	4
.....	5-ويژگيها	4
.....	6-نمونه برداري	6
.....	7-روشهاي آزمون	8
.....	8-بسته بندي	19
.....	9-نشانه گذاري	19

كميسيون استاندارد تري سدیم فسفات - ويژگيها و

## روشهای آزمون

رئیس	سمت یا نمایندگی
محمودي امين - زهرا (لیسانس شیمی)	کارشناس مؤسسه استاندارد
اعضاء	
ابطحي- (فرزانه لیسانس شیمی)	شرکت ناتاوست
احمدپور-عباسعلي (لیسانس شیمی)	صنایع پنها
حبیبی-حکیمه (لیسانس شیمی)	شرکت هنکل
فیروزی-رضا (لیسانس شیمی)	شرکت ارج
کشاورز-آذر (لیسانس شیمی)	شرکت فریزان - هنکل
گلستانی-سعید (فوق لیسانس شیمی)	شرکت آبسال
منفردحامد- مسعود (لیسانس شیمی)	شرکت ایران خودرو
دبیر	
رایگان-زهرا (لیسانس شیمی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

## تری سدیم فسفات- ویژگیها و روشهای آزمون

### 1 هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین ویژگیها، نمونه برداری، روشهای آزمون، بسته بندی و نشانه گذاری تری سدیم فسفات صنعتی و آزمایشگاهی است.

### 2 مراجع الزامی

مدارك الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع 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 تجدیدنظر بعدی اینمدارك مورد نظر نیست معهدا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای مدارك الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/یا تجدیدنظر، آخرین چاپ/ویا تجدیدنظر آن مدارك الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

**1-2** استاندارد ملی 2305 سال 1368- نمونه گیری تصادفی و چگونگی استفاده از جداول اعداد تصادفی.

**2-2** استاندارد ملی 1728 سال 1381- آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگیها و روشهای آزمون

3-2 استاندارد ملی 1106 سال 1381- فرآورده های آرایشی و بهداشتی- اندازه گیری آرسنیک

### 3 طبقه بندی

#### 3-1 نوع صنعتی

تری سدیم فسفات صنعتی در تهیه پاک کننده ها، نرم کننده های آب، ضد رسوب در دیگ های بخار<sup>۱</sup>، رنگرزی چرم، تصفیه شکر، ساخت کاغذ و مواد ظهور عکس کاربرد دارد. تری سدیم فسفات صنعتی دارای 2 نوع بدون آب و با 12 مولکول آب است.

#### 3-2 نوع آزمایشگاهی

نوع تری سدیم فسفات آزمایشگاهی در آزمایشگاه های شیمی کاربرد دارد.

### 4 انواع

4-1 تری سدیم فسفات صنعتی دارای دو نوع بدون آب و با 12 مولکول آب می باشد

4-2 تری سدیم فسفات آزمایشگاهی، با 12 مولکول آب تهیه می گردد.

### 5 ویژگی ها

#### 5-1 ویژگی فیزیکی

تری سدیم فسفات بشکل پودر کریستالی سفید و یا دانه های ریز می باشد.

#### 5-2 ویژگی های شیمیایی

چنانچه تری سدیم فسفات طبق بند 7 این استاندارد مورد آزمون قرار گیرد ویژگی های آن باید با جدول شماره یک این استاندارد مطابقت داشته باشد.

جدول 1- ویژگی‌های شیمیایی تری‌سدیم فسفات

روش آزمون بند	نوع آزمایش گاهی	نوع صنعتی		ویژگی‌ها	ردی ف
		بدون آب	12 آب		
1-7	0/01	0/5	0/2	مواد نامحلول در آب درصد جرمی حداکثر	1
2-7	18/3	41 <sup>(1)</sup>	17/5	فسفات‌ها (برحسب $P_2O_5$ ) درصد جرمی حداقل	2
3-7	-	2	-	کربنات‌ها (برحسب $Na_2CO_3$ ) درصد جرمی حداکثر	3
3-7	2/5	3/2	-	قلیایی آزاد (برحسب $NaOH$ ) درصد جرمی حداکثر	4
3-7	-	-	4/5	قلیایی کل (برحسب $NaOH$ ) درصد جرمی حداکثر	5
4-7	0/001	0/02	/009 0	ترکیبات آهن محلول (برحسب $Fe$ ) درصد جرمی حداکثر	6
5-7	0/001	-	-	ترکیبات نیتروژن (برحسب $N$ ) درصد جرمی حداکثر	7
6-7	0/01	-	-	سولفات‌ها (برحسب $SO_4^{2-}$ ) درصد جرمی حداکثر	8
7-7	5	-	-	آرسنیک (برحسب $As_2O_3$ ) قسمت در میلیون حداکثر	9
8-7	10	-	-	فلزات سنگین (برحسب $Pb$ ) قسمت در میلیون حداکثر	10
9-7	0/05	-	0/1	سیلیس محلول (برحسب $SiO_2$ ) درصد جرمی حداکثر	11
10-7	0/05	-	0/1	کلراید (برحسب $Cl^-$ ) درصد جرمی حداکثر	12

1- برپایه نمونه خشک شده در 400 درجه سلسیوس

## 6 نمونه برداری

### 6-1 الزامات عمومی نمونه برداری

- 6-1-1 در برداشت، تهیه، انبارش و جابجایی نمونه‌ها احتیاطات و راهنمایی‌های زیر باید در نظر گرفته شود.
- 6-1-2 نمونه‌ها باید از بخشی از محموله که در مجاورت هوا نمی‌باشد، برداشته شود.
- 6-1-3 وسایل نمونه برداری باید تمیز و خشک باشد.
- 6-1-4 نمونه‌ها، نمونه برداشت شده، وسایل نمونه برداری و ظروف حاوی نمونه‌ها باید از هرگونه آلودگی احتمالی محافظت گردد.
- 6-1-5 برای برداشت نمونه نماینده، محتویات هر ظرف باید با وسیله مناسبی کاملاً مخلوط گردد.
- 6-1-6 نمونه‌ها باید در ظروف شیشه‌ای تمیز و خشک و درب بسته و (یا ظروف مناسب دیگر) و بدون تأثیر روی ماده نگهداری گردد. حجم ظروف باید به اندازه‌ای باشد که بطور کامل به وسیله نمونه پر شود.
- 6-1-7 درب ظروف حاوی نمونه را باید پس از پر شدن کاملاً بسته و با کلیه اطلاعات مربوط به هر نمونه برداری، تاریخ نمونه برداری و سری ساخت نشانه‌گذاری گردد.
- 6-1-8 نمونه‌ها باید در محلی خشک و خنک نگهداری گردد.

### 6-2 مقیاس نمونه برداری

#### 6-2-1 بهر<sup>۱</sup>

- تمام ظروف در یک محموله تک<sup>۲</sup> از مواد برداشته شده از یک نوبت ساخت<sup>۳</sup> از تولید، تشکیل یک بهر را می‌دهد. اگر یک محموله شناخته شده از نوبت‌های ساخت مختلفی از کالا باشد، نوبت‌های ساخت بطور جداگانه علامت‌گذاری و بسته‌ها در هر نوبت ساخت و هر کدام تشکیل یک بهر جداگانه را می‌دهد.
- 6-2-1-1 نمونه‌های برداشته شده از هر بهر برای تطابق کالا با ویژگی‌ها باید مورد آزمون قرار گیرد.
- تعداد بسته‌هایی که باید بطور تصادفی از بهر برای نمونه برداری انتخاب شوند بستگی به حجم بهر (N) دارد و باید طبق جدول شماره 2 باشد.
- 6-2-3 انتخاب تصادفی نمونه‌ها باید طبق استاندارد ملی ایران 2305 سال 1368 انجام گیرد. در صورتیکه جداول اعداد تصادفی در دسترس نباشد از روش زیر استفاده کنید تمام بسته‌های یک بهر را به ترتیب به صورت 1، 2، 2 و ... تا r شماره‌گذاری کنید.

1 - Lot

2 - Single Consignment

3 - Single batch

r عبارت است از کسر  $\frac{N}{n}$  (N حجم بهر و n حجم نمونه)، سپس از آخرین بسته سری شماره‌گذاری شده، باید به مقدار کافی نمونه‌برداری گردد.

### جدول 2-: تعداد بسته‌هایی که باید انتخاب گردد

حجم نمونه n	حجم بهر N
3	تا 15
4	16 تا 40
5	41 تا 110
6	111 تا 180
7	181 تا 300
8	301 تا 500
9	501 تا 800
10	801 به بالا

### 6-3 نمونه‌های آزمون و نمونه‌های مرجع

**6-3-1** از هر بسته انتخاب شده طبق بند (6-2-2)، توسط یک وسیله مناسب نمونه‌برداری، یک مقدار مشخص از نمونه (برای انجام آزمونها طبق بند 7) بردارید، این نمونه‌ها، نمونه‌های فرد (خاص)<sup>1</sup> را تشکیل می‌دهند.

**6-3-2** از هر یک از نمونه‌های فرد مقدار مشخص و مساوی برداشته و کاملاً مخلوط کنید تا نمونه مرکب<sup>2</sup> بدست آید.

**6-3-3** نمونه‌های فرد و نمونه مرکب را به سه قسمت مساوی تقسیم و به سه ظرف جداگانه منتقل نمایید. درب آنها را بسته و با ذکر مشخصات کالا نشانه‌گذاری کنید (6-1-7) نمونه داخل هر یک از ظروف، یک نمونه آزمون است. این نمونه‌ها (سه نمونه فرد و سه نمونه مرکب) را در سه سری مشخص شده، تفکیک کنید.

**6-3-4** یکی از نمونه‌های آزمونی را برای خریدار، نمونه دوم را برای فروشنده و نمونه سوم در حضور خریدار و فروشنده لاک و مهر نمایید و در مکان مناسب و مورد توافق طرفین نگهداری گردد.

### 6-4 تعداد آزمون‌ها

**6-4-1** آزمون‌های اندازه‌گیری مواد نامحلول در آب و خلوص (درصد جرمی تری‌سدیم تری فسفات) بروی نمونه فرد انجام دهید.

**6-4-2** بقیه آزمون‌ها روی نمونه مرکب انجام دهید.

## 5-6 مطابقت نتایج

1-5-6 برای بدست آوردن میانگین و دامنه نتایج آزمون انجام شده روی نمونه‌های فرد از روابط زیر استفاده کنید:

$$\bar{X} = \frac{\text{مجموع نتایج آزمون}}{R}$$

تفاوت بین حداکثر و حداقل نتایج آزمون از دامنه  $R$  است. برای بیان انطباق یک بهر در ویژگی نامحلول در آب  $(\bar{X} + 0/6R)$  بدست آمده از نتایج آزمون نباید یا مساوی یا کوچکتر از حدود ویژگی جدول شماره یک باشد.

برای انطباق ویژگی خلوص بر حسب  $(P_2O_5)$  که از رابطه  $(0/4R - \bar{X})$  بدست آمده از نتایج آزمون باید یا مساوی و یا بزرگتر از حدود ویژگی جدول شماره یک باشد.

## 2-5-6 نمونه مرکب

برای بیان انطباق یک بهر با ویژگی‌های نمونه آزمون شده روی نمونه مرکب، تمامی نتایج آزمون باید با جدول ویژگی‌ها مطابقت داشته باشد.

## 7 روش‌های آزمون

در تمامی آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی خالص و آب آزمایشگاهی طبق استاندارد ملی شماره 1728 سال 1381 استفاده کنید.

### 1-7 تعیین مواد نامحلول در آب

#### 1-1-7 وسایل لازم

1-1-1-7 صافی کوچ شماره 4 و یا کاغذ صافی شماره 42

#### 2-1-7 روش اجرای آزمون

10 تا 20 گرم از نمونه را وزن کنید. در 150 میلی‌لیتر آب مقطر حل نمائید. سپس نمونه حل شده را از صافی که در 105-110 درجه سلسیوس به وزن ثابت رسیده است عبور دهید. رسوب را با مقدار کافی آب مقطر بشوئید، سپس در دمای 110-105 درجه سلسیوس خشک کنید و در دسیکاتور سرد و سپس وزن نمائید.

### 3-1-7 بیان نتایج

درصد جرمی مواد نامحلول در آب از رابطه زیر بدست می‌آید

$$\frac{10 \times m_1}{m}$$

که در آن:

$m$  جرم نمونه برداشتی به گرم

$m_1$  جرم باقیمانده به گرم

### 2-7 تعیین فسفات

در اینجا دو روش برای تعیین فسفات بیان شده است.  
روش الف: روش حجمی



روش ب: روش رنگ سنجي

### 7-2-1 روش حجمي

#### 7-2-1-1 اساس کار

هیدرولیز فسفات‌ها به ارتوفسفات، سپس کل فسفر با تیتراسیون ارتوفسفوريك اسيد و نمکهاي آن در pH بين 4/3 و 8/8 بدست مي‌آيد.

#### 7-2-1-2 وسايل لازم

7-2-1-2 pH متر مجهز به الكترود شیشه‌اي

#### 7-2-3 مواد لازم

7-2-3-1 كلريدريك اسيد غليظ

7-2-3-2 محلول سدیم هیدروكسيد 80 گرم در ليتر

7-2-3-3 محلول استاندارد سدیم هیدروكسيد 0/1 نرمال

#### 7-2-4 روش اجرائي آزمون

2/8 گرم از نمونه را با دقت  $\pm 0/0001$  گرم وزن و در مقداري آب مقطر حل کنید سپس به بالن ژوژه 500 ميلي‌ليتر منتقل نموده و به حجم برسانيد. 50 ميلي ليتر از اين

محلول را به بشر 250 ميلي‌ليتر منتقل کنید. حدود 10

ميلي‌ليتر كلريدريك اسيد و حدود 50 ميلي‌ليتر آب اضافه

کنيد درب بشر را با يك شیشه ساعت بپوشانيد. به مدت 30

دقيقه بجوشانيد. حجم را با افزايش آب در حدود 100

ميلي‌ليتر نگه‌داريد. سپس خنك کرده و pH محلول را با

سدیم هیدروكسيد (80 گرم در ليتر) به حدود 3 برسانيد.

تیتراسیون را با محلول سدیم هیدروكسيد 0/1 نرمال با

استفاده از pH متر از pH 4/3 تا 8/8 ادامه دهید. حجم سدیم

هیدروكسيد مصرفي را يادداشت کنید. (V)

#### 7-2-5 بيان نتايج

درصد جرمي پنتواكسيد فسفر از رابطه زیر بدست مي‌آيد.

$$P_2O_5 \text{ درصد جرمي} = \frac{V \times N \times \frac{142}{1000}}{m}$$

که در آن:

V حجم محلول سدیم هیدروكسيد مصرفي براي رساندن pH از 4/3 تا 8/8 برحسب ميلي‌ليتر

N نرماليتة محلول سدیم هیدروكسيد

m وزن نمونه برداشتي از محلول مورد آزمون برحسب گرم

### 7-2-2 روش رنگ سنجي

#### 7-2-2-1 اساس کار

در يك محلول رقيق از ارتوفسفات، آمونيوم موليبدات در محيط اسيدي به موليبدو فسفريك اسيد تبديل مي‌شود و در

حضور وانادیم، وانادوموليبد و فسفريك اسيد زرد رنگ

تشكيل مي‌گردد. شدت رنگ زرد ايجاد شده متناسب با غلظت

فسفر موجود در نمونه است که جذب آن در طول موج 430

نانومتر اندازه‌گیری می‌گردد.

**2-2-2-7** وسایل لازم

وسایل معمولی آزمایشگاهی و

**1-2-2-2-7** اسپکتروفتومتر با طول موج 400-490 نانومتر

**3-2-2-7** مواد لازم

**1-3-2-2-7** شناساگر فنل فتالئین 0/1 درصد (جرمی/حجمی) در آب

**2-3-2-2-7** محلول کلریدریک اسید 1:1 حجمی

**3-3-2-2-7** شناساگر وانادو مولیبدات

محلول الف: 25 گرم آمونیوم هپتامولیبدات  $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$  را در 300 میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید.

محلول ب: 1/25 گرم آمونیوم متاوانادات  $NH_4VO_3$  را در 300 میلی‌لیتر آب مقطر و به کمک حرارت (حمام آبی 70-80 درجه سلسیوس) حل کنید. پس از حل شدن، محلول را سرد کنید و 330 میلی‌لیتر اسید کلریدریک غلیظ به آن بیفزائید. محلول را تا دمای اتاق سرد کنید.

محلول الف و ب را به یک بالن ژوژه یک لیتری منتقل کنید با آب مقطر به حجم برسانید خوب مخلوط نمائید.

**4-3-2-2-7** محلول استاندارد فسفات

با دقت 191/55 میلی‌گرم پتاسیم دی‌هیدروژن فسفات  $KH_2PO_4$  را وزن نمائید. آنرا در آب مقطر حل و سپس در یک بالن ژوژه یک لیتری با آب به حجم برسانید. یک میلی‌لیتر از این محلول حاوی 100 میکروگرم فسفات برحسب  $P_2O_5$  باشد.

**4-2-2-7** روش اجرای آزمون

**1-4-2-2-7** تهیه آزمون

با دقت 0/7 گرم از نمونه بدون آب را با دقت 0/001 ± و یا 1/75 گرم از نمونه با 12 مولکول آب را وزن کنید. در مقداری آب مقطر حل نمائید، سپس در یک بالن ژوژه یک لیتری با آب مقطر به حجم برسانید.

**2-4-2-2-7** به وسیله پیت 10 میلی‌لیتر از محلول بند (2-2-7-2-

1-4) را به یک بشر 100 میلی‌لیتری منتقل کنید در حدود 40 میلی‌لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید. توسط pH سنج pH آنرا اندازه‌گیری کنید چنانچه pH نمونه بیش از 10 باشد به آن یک قطره فنل فتالئین اضافه و آنقدر کلریدریک اسید (1:1 حجمی) به محلول اضافه کنید تا بیرنگ گردد سپس محلول را به بالن ژوژه 100 میلی‌لیتری منتقل و با آب مقطر به حجم برسانید.

**3-4-2-2-7** 25 میلی‌لیتر از محلول بند (2-4-2-2-7) را

به یک بالن 50 میلی‌لیتری منتقل کنید. 10 میلی‌لیتر

شناساگر و انادات-مولیبدات به آن اضافه کنید و سپس با آب مقطر به حجم برسانید.

یک نمونه شاهد با استفاده از 25 میلیلیتر آب و دیگر مواد با همان مقادیر تهیه کنید. بعد از 10 دقیقه جذب نمونه را در مقابل شاهد در طول موج 430 نانومتر اندازه گیری کنید.

#### 7-2-2-4-5 تهیه منحنی کالیبراسیون

به یک سری 4 تایی بالن ژوژه 50 میلیلیتری، توسط پیپت مقادیر 2/5، 5، 10 و 20 میلیلیتر از محلول استاندارد فسفات بند (7-2-2-3-4) منتقل کنید. به هر کدام 10 میلیلیتر شناساگر و انادومولیبدات اضافه و با آب مقطر به حجم برسانید. پس از 10 دقیقه جذب محلولها را در مقابل نمونه شاهد در طول موج 430 نانومتر اندازه گیری کنید. سپس منحنی استاندارد جذب را نسبت به مقدار فسفات (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) (برحسب میلی گرم) رسم کنید.

#### 7-3-2-4-6 بیان نتایج

از روی منحنی استاندارد و با توجه به میزان جذب نمونه، میزان فسفات محتوی را برحسب P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> از رابطه زیر بدست آورید.

$$P_{205} = \frac{b \times \text{میزان}}{m}$$

که در آن:

b میزان فسفات بدست آمده در نمونه از کالیبراسیون (بند 7-2-2-4-5) برحسب میلی گرم  
m جرم نمونه برداشتی برحسب گرم

#### 7-3-3 تعیین قلیایی آزاد، کربنات، و قلیایی کل

##### 7-3-1 اساس کار

در یک محلول از نمونه قلیایی کل و فسفاتها با اسید تیتر می گردند. فسفاتهای اسیدی را با نقره نیترات رسوب داده و اسید آزاد شده را با یک قلیا تیتر نمایند. در قسمت دیگری از محلول نمونه، کربناتها و فسفاتها با باریم کلرید رسوب داده می شود و قلیایی آزاد را با کلریدریک اسید اندازه گیری می گردد. کربنات قلیایی نیز با استفاده از اندازه گیری های انجام شده، محاسبه می شود.

##### 7-3-2 مواد لازم

7-3-2-1 محلول باریم کلرید 10 درصد (جرمی/حجمی)

7-3-2-2 محلول شناساگر فنل فتالئین

0/1 گرم از فنل فتالئین را در 100 میلیلیتر الکل 60 درصد حجمی حل کنید.

7-3-2-3 محلول کلریدریک اسید 0/1 نرمال

7-3-2-4 محلول شناساگر متیل اورانژ

0/01 گرم از متیل اورانژ را در 100 میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید.

5-2-3-7 محلول نقره نیترات 5 درصد (جرمی/حجمی)

6-2-3-7 بنزیل الکل (فنیل متیل الکل)

7-2-3-7 محلول شناساگر میتل رد

0/15 گرم از متیل رد را در 500 میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید.

8-2-3-7 محلول استاندارد سدیم هیدروکسید 0/1 نرمال

### 3-3-7 روش اجرای آزمون

1-3-3-7 مقدار 5 گرم از نمونه با 12 مولکول آب را با دقت

0/001 ± گرم و یا 2/5 گرم از نمونه بدون آب را وزن

کنید و در مقداری آب مقطر حل کنید. سپس آنرا از کاغذ

صافی عبور دهید. و محلول زیر صافی را در یک بالن ژوژه

250 میلی‌لیتری با آب به حجم برسانید.

2-3-3-7 25 میلی‌لیتر از محلول بند ( 1-3-3-7 ) را به یک

ارلن 250 میلی‌لیتری منتقل کنید. 40 تا 50 میلی‌لیتر

محلول باریم کلرید به آن بیافزائید. فسفات‌ها و

کربنات‌ها رسوب می‌کنند 0/2 میلی‌لیتر شناساگر فنل فتالئین

به آن اضافه و با محلول کلریدریک اسید 0/1 نرمال تا

بیرنگ شدن، تیتر کنید (V<sub>1</sub>)

3-3-3-7 25 میلی‌لیتر از محلول بند ( 1-3-3-7 ) را به یک

ارلن 150 لیتری منتقل نمائید. یک قطره شناساگر متیل

اورانژ به آن افزوده و با محلول کلریدریک اسید 0/1

نرمال تا ظهور رنگ صورتی کمرنگ تیتر کنید (V<sub>2</sub>)

4-3-3-7 35 تا 40 میلی‌لیتر نقره نیترات به محلول بند ( 7-3-3-3 )

بیافزائید تا تمام فسفات‌ها رسوب کنند. 2

میلی‌لیتر بنزیل الکل به آن بیافزائید. 0/5 میلی‌لیتر

شناساگر میتل رد به آن اضافه و نیتریک اسید آزاد شده را

با محلول سدیم هیدروکسید 0/1 نرمال تا تغییر رنگ محلول

از قرمز به زرد تیتر کنید (V<sub>3</sub>)

### 4-3-7 بیان نتایج

1-4-3-7 درصد جرمی قلیایی آزاد برحسب NaOH از رابطه زیر

بدست می‌آید:

$$\frac{V_1 \times 4}{m}$$

2-4-3-7 درصد جرمی کربنات‌ها برحسب Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> رابطه زیر بدست

می‌آید:

$$\frac{(V_2 - V_3 - V_1) \times 5/3}{m}$$

7-3-4-3 درصد جرمی قلیائی کل (برحسب NaOH) از رابطه زیر بدست می‌آید:

$$\frac{(V_p - V_r) \times 4}{m}$$

که در آن:

m: وزن نمونه برداشتی برحسب گرم

## 7-4-4 تعیین ترکیبات آهن محلول

### 7-4-1 اساس کار

آهن 2 و 3 ظرفیتی با تیوگلیکولیک اسید در pH 10 رنگ بنفش- قرمز ایجاد می‌کند که توسط اسپکتروفتومتر میزان جذب آن اندازه‌گیری می‌گردد.

### 7-4-2 وسایل لازم

وسایل معمولی آزمایشگاهی و

### 7-4-2-1 اسپکتروفتومتر

### 7-4-3 مواد لازم

7-4-3-1 محلول رقیق کلریدریک اسید تقریباً 5 نرمال

7-4-3-2 محلول سدیم سیترات یک مولار و یا آمونیوم سیترات

دو مولار

29/4 گرم از سدیم سیترات را در 100 میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید و یا 43 گرم آمونیوم سیترات را در 100 میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید.

7-4-3-3 آمونیوم هیدروکسید تقریباً 16 نرمال

### 7-4-3-4 شناساگر تیوگلیکولات

20 میلی‌لیتر از آمونیوم هیدروکسید رابه 30 میلی‌لیتر آب مقطر اضافه و سپس مخلوط 10 میلی‌لیتر تیوگلیکولیک اسید و 40 میلی‌لیتر آب مقطر را به آن بیافزائید.

### 7-4-3-5 محلول استاندارد آهن

0/702 گرم از آمونیوم فروسولفات  $Fe(SO_4)(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$  را در 10 میلی‌لیتر سولفوریک اسید رقیق (10 درصد حجمی) حل کنید سپس تا حجم 1000 میلی‌لیتر با آب مقطر رقیق کنید. 10 میلی‌لیتر از این محلول با آب مقطر را به حجم 100 میلی‌لیتر برسانید.

یک میلی‌لیتر از این محلول حاوی 0/01 میلی‌گرم آهن

(برحسب  $F_2$ ) می‌باشد. (۷۳۳)

### 7-4-4 روش اجرای آزمون

حجمهای 5، 10، 15، 20 و 25 میلی‌لیتر از محلول استاندارد آهن بند (7-4-3-5) به بالن‌های 100 میلی‌لیتری منتقل و به هرکدام 4 میلی‌لیتر محلول سدیم سیترات و یا 2 میلی‌لیتر آمونیوم سیترات و 5 میلی‌لیتر شناساگر تیوگلیکولیک اسید و 15 میلی‌لیتر آمونیوم

هیدروکسید افزوده و بهم زنید. سپس آنرا با آب مقطر به حجم برسانید و خوب مخلوط کنید. بعد از 10 دقیقه جذب را با استفاده از نمونه شاهد (حاوی کلیه محلولها بدون نمونه آهن) در طول موج 535 نانومتر و با سل 4 سانتیمتری بخوانید (اگر شدت رنگ زیاد است از سل یک سانتیمتری استفاده کنید) منحنی کالیبراسیون را برحسب غلظت (میلی‌گرم در میلی‌لیتر) و جذب رسم کنید.

**7-4-4-1** یک گرم از نمونه را با دقت 0/001 گرم وزن و در 20 میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید. 5 میلی‌لیتر کلریدریک اسید به آن افزوده و به آرامی با یک میله شیشه‌ای بهم زنید. درب بشر را پوشانده و به مدت 15-20 دقیقه بجوشانید. محلول را سرد کرده و به یک بالن 100 میلی‌لیتری منتقل کنید. 4 میلی‌لیتر سدیم سیترات و یا 2 میلی‌لیتر آمونیوم سیترات، 5 میلی‌لیتر شناساگر تیوگلیکولیک اسید و 15 میلی‌لیتر آمونیوم هیدروکسید بیافزائید. سپس با آب مقطر به حجم برسانید.

پس از 10 دقیقه جذب را در 535 نانومتر و با استفاده سل 4 سانتیمتری (و یا سل یک سانتیمتری در صورت شدت رنگ) بخوانید. غلظت (میلی‌گرم / میلی‌لیتر) این محلول را از روی منحنی کالیبراسیون بدست آورده و کل آهن محلول را برحسب *Fe* محاسبه کنید.

#### **7-4-5 بیان نتایج**

درصد جرمی آهن از رابطه زیر بدست می‌آید:

$$\text{درصد جرمی آهن} = \frac{b \times 10}{m}$$

که در آن:

*b* غلظت آهن بدست آمده از منحنی کالیبراسیون برحسب میلی‌گرم در لیتر  
*m* وزن نمونه برداشتی برحسب گرم

**یادآوری میزان آهن موجود در محلول اسیدی نمونه را می‌تواند به وسیله دستگاه جذب اتمی نیز تعیین شود.**

#### **7-5 تعیین ترکیبات نیتروژن**

##### **7-5-1 وسایل لازم**

وسایل معمولی آزمایشگاهی و لوله نسلر 50 میلی‌لیتری

##### **7-5-2 مواد لازم**

**7-5-2-1** محلول سدیم هیدروکسید تقریباً 10 درصد

**7-5-2-2** آلیاژ دواردا<sup>۱</sup> 50 قسمت مس، 45 قسمت الومینیوم و 5

قسمت روی

### 3-2-5-7 محلول نسلر

10 گرم از پتاسیم یدید را در 10 میلی لیتر آب مقطر حل کنید و به آرامی در حین همزدن به آن محلول اشباع مرکوریک کلرید تا ایجاد رسوب دائمی بیافزائید. 30 گرم پتاسیم هیدروکسید به آن افزوده و وقتی کاملاً حل شد یک میلی لیتر اضافه مرکوریک کلرید به آن افزوده و با آب مقطر به حجم 200 میلی لیتر برسانید. محلول را حدود 12 ساعت ساکن قرار دهید. محلول فوقانی را از کاغذ صافی عبور دهید یک ظرف دربسته با درپوش پلاستیکی نگهداری کنید.

### 4-2-5-7 محلول کلریدریک اسید رقیق تقریباً 5 نرمال

### 5-2-5-7 محلول استاندارد آمونیوم کلرید

0/382 گرم از آمونیوم کلرید را در آب مقطر حل کرده و به حجم 100 میلی لیتر برسانید. 10 میلی لیتر از آن برداشته و به حجم 1000 میلی لیتر برسانید. یک میلی لیتر از این محلول حاوی 0/01 میلی گرم از نیتروژن (برحسب N) می باشد

### 3-5-7 روش اجرای آزمون

یک گرم از نمونه را با دقت 0/001 وزن و در 50 میلی لیتر آب مقطر حل نمایید. 20 میلی لیتر سدیم هیدروکسید، 0/5 گرم آلیاژ پودر شده دواردا به آن افزوده و 2 ساعت بگذارید ساکن بماند. (این محلول را در بالن تقطیر نگهداری کنید)

سپس آنرا به آرامی تقطیر کنید و حاصل تقطیر (30 تا 35 میلی لیتر) را به 5 میلی لیتر آب حاوی یک قطره کلریدریک اسید رقیق اضافه کنید. سپس آنرا به لوله نسلر منتقل و یک میلی لیتر محلول سدیم هیدروکسید و 2 میلی لیتر محلول نسلر به آن بیافزائید تا 50 میلی لیتر با آب مقطر رقیق کنید.

یک آزمون شاهد در لوله نسلر دیگر با استفاده از یک میلی لیتر محلول استاندارد آمونیوم کلرید بجای نمونه و با همان مقدار مواد تهیه کنید. حجم محلول در هر دو لوله آزمون و شاهد یکسان باشد.

### 1-3-5-7 چنانچه شدت رنگ در لوله نسلر حاوی نمونه بیش از

رنگ در لوله نسلر حاوی شاهد نباشد. نمونه در حد جدول ویژگیهای شماره یک است.

### 6-7 تعیین سولفاتها

### 1-6-7 مواد لازم

1-1-6-7 محلول کلریدریک اسید رقیق تقریباً 5 نرمال

2-1-6-7 محلول باریم کلرید 10 درصد وزن/حجمی

### 2-6-7 روش اجرای آزمون

10 گرم از نمونه را با دقت 0/001 گرم وزن و در 100

میلیلیتر اب و 2 میلی لیتر کلریدریک اسید رقیق حل کنید. در صورت لزوم از کاغذ صافی عبور دهید محلول زیر صافی را تا نقطه جوش حرارت و آهسته در حین همزدن به آن 5 میلیلیتر محلول باریم کلرید بیفزائید. حداقل به مدت 12 ساعت بگذارید ساکن بماند. سپس آنرا از کاغذ صافی عبور دهید و رسوب را با آب گرم بشوئید و کاغذ صافی حاوی رسوب را در دمای 800 درجه سلسیوس بسوزانید سپس سرد و وزن کنید.

### 3-6-7 بیان نتایج

درصد جرمی سولفات‌ها (برحسب  $So_4$ ) از رابطه زیر بدست می‌آید:

$$\text{درصد جرمی سولفات} = \frac{m_1}{m_2} \times 41/15$$

که در آن:

$m_1$  وزن رسوب بدست آمده برحسب گرم

$m_2$  وزن نمونه برداشتی برحسب گرم

### 7-7 تعیین آرسنیک

یک گرم از نمونه را در 10 میلی لیتر آب حل کنید سپس میزان آرسنیک را طبق استاندارد ملی شماره 1106 اندازه‌گیری کنید. برای مقایسه از لکه بوجود آمده از محلول 0/005 میلی‌گرم آرسنیک تری‌اکسید ( $As_2O_3$ ) استفاده کنید.

یادآوری آرسنیک نمونه را می‌توان توسط دستگاه جذب اتمی نیز تعیین نمود.

### 8-7 تعیین فلزات سنگین

#### 1-8-7 وسایل لازم

لوله نسلر 50 میلی‌لیتری

#### 2-8-7 مواد لازم

1-2-8-7 استیک اسید تقریباً 33 درصد حجمی

2-2-8-7 محلول رقیق آمونیوم هیدروکسید 10 درصد وزن حجمی

3-2-8-7 محلول هیدروژن پراکسید تقریباً 6 درصد حجمی

4-2-8-7 محلول پتاسیم سیانید

10 گرم از پتاسیم سیانید را در 90 میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید و 2 میلی‌لیتر هیدروژن پراکسید به آن بیافزائید. به مدت 24 ساعت نمونه را به حالت سکون قرار دهید و سپس با آب مقطر به حجم 100 میلی لیتر برسانید.

5-2-8-7 نیتریک اسید غلیظ

6-2-8-7 محلول استاندارد سرب



طرز تهیه: 1/60 گرم از سرب نیترات  $Pb(NO_3)_2$  را در مقداری آب مقطر حل کنید و در بالن ژوژه 1000 میلی‌لیتری با آب مقطر به حجم برسانید. 10 میلی‌لیتر از آنرا برداشته و با آب مقطر در بالن ژوژه 100 میلی‌لیتری به حجم برسانید. یک میلی‌لیتر از این محلول حاوی 0/1 میلی‌گرم سرب (برحسب Pb) می‌باشد.

7-2-8-7 محلول سدیم سولفید تقریباً 10 درصد (وزنی/حجمی)

### 3-8-7 روش اجرای آزمون

7 گرم از نمونه را با دقت  $\pm 0/001$  گرم وزن کنید به یک لوله نسلر منتقل نموده و در 30 میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید. سپس 5 میلی‌لیتر استیک اسید به آن افزوده و آنرا با کمک کاغذ لیتموس تا تغییر رنگ صورتی به آبی و با استفاده از آمونیوم هیدروکسید رقیق قلیایی کنید و یک میلی‌لیتر محلول پتاسیم سیانید به آن بیافزایند. یک آزمون شاهد با استفاده از 2 گرم از نمونه و 0/5 میلی‌لیتر محلول استاندارد سرب و همان مقادیر از معرفها طبق بند (7-3-8-1) تهیه کنید. در صورت کدر بودن محلولها آنها را صاف کنید. چنانچه شدت رنگ در لوله محتوی نمونه مورد آزمون بیش از شدت رنگ در لوله آزمون شاهد نباشد، میزان سرب نمونه در محدوده جدول ویژگیها است.

یادآوری میزان سرب نمونه را از طریق دستگاه جذب اتمی نیز می‌توان اندازه‌گیری کرد.

### 9-7 تعیین سیلیس محلول

#### 1-9-7 اساس کار

سیلیسیک اسید با آمونیوم مولیبدات در محیط اسیدی ایجاد مولیبدی سیلیسیک اسید می‌کند. سپس به این ترکیب 1، آمینو - 2 نفتول - 4 سولفونیک اسید افزوده می‌شود. این روش برای اندازه‌گیری میزان کم سیلیس در محلول با دقت بالا کاربرد دارد.

#### 2-9-7 مواد لازم

7-2-9-1 عامل احیاء کننده ( 1- آمینو 2- نفتول 3- سولفونیک اسید)

0/5 گرم از عامل احیاء کننده و یک گرم از سدیم سولفیت را در 50 میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید. این محلول را به 150 میلی‌لیتر محلول حاوی 30 گرم سدیم هیدروژن سولفیت  $(NaHSO_3)$  افزوده و به حجم 200 میلی‌لیتر برسانید.

یادآوری این محلول در بطری پلی اتیلن رنگی تا 2 هفته قابل نگهداری است.

2-2-9-7 کلریدریک اسید 1:1 (حجمی/حجمی)  
3-2-9-7 محلول آمونیوم مولیبدات 10 درصد (وزنی/حجمی)

قبل از استفاده صاف کنید

4-2-9-7 اگزالیک اسید 2 آبه 10 درصد (وزنی/حجمی)

5-2-9-7 محلول استاندارد سیلیس

یک گرم کوارتز خالص را با 4 گرم سدیم کربنات در بوته پلاتینی در دمای 1000 درجه سلسیوس بسوزانید. سپس آنرا در آب مقطر حل و به حجم 1000 میلی لیتر برسانید. یک میلی لیتر از این محلول حاوی یک میلی گرم سیلیس (SiO<sub>2</sub>) می باشد. این محلول را باید در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.

### 3-9-7 روش اجرای آزمون

5 گرم از نمونه را با دقت  $0/001 \pm$  گرم توزین و در 250 میلی لیتر آب مقطر حل کنید. 10 میلی لیتر از این محلول تا حجم 250 میلی لیتر رقیق کنید. 50 میلی لیتر از این محلول را به ظرف پلی اتیلنی منتقل کنید و یک میلی لیتر کلریدریک اسید رقیق (1:1) و 4 میلی لیتر آمونیوم مولیبدات به آن بیافزائید. به مدت 5 دقیقه ساکن بماند. 5 میلی لیتر اگزالیک اسید به آن افزوده و بهم زنید. 2 دقیقه بماند. سپس 2 میلی لیتر عامل احیا کننده به آن افزوده و مدت 5 دقیقه ساکن بماند. یک آزمون شاهد با کلیه مواد بدون نمونه و با همان حجم تهیه کنید. 1-3-9-7 جذب نمونه را در طول موج 815 نانومتر بخوانید.

یک منحنی کالیبراسیون با استفاده از مقادیر متناوب از سیلیس استاندارد تهیه کنید. میزان جذب شاهد را از جذب نمونه کم نمائید و میزان سیلیس نمونه را از روی منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

### 10-7 تعیین کلرید

#### 1-10-7 وسایل لازم

لوله نسلر 50 میلی لیتری

#### 2-10-7 مواد لازم

1-2-10-7 نیتریک اسید غلیظ

2-2-10-7 نقره نیترات 10 درصد (جرمی/حجمی)

3-2-10-7 محلول استاندارد کلرید

824/1 میلی گرم از سدیم کلرید (خشک شده در 140°C) را در آب مقطر حل کنید و به حجم 1000 میلی لیتر برسانید. یک میلی لیتر از این محلول حاوی 500 میلی گرم از کلرید بر حسب  $CL$  است.

### 3-10-7 روش اجرای آزمون

یک گرم از نمونه را در 20 میلی لیتر آب مقطر حل کنید. 3

میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ و یک میلی لیتر از نقره  
نیترات به آن افزوده و حجم آنرا را با آب مقطر به 50  
میلی لیتر برسانید. در مورد نمونه های صنعتی کدورت حاصل  
نباید بیش از کدورت حاصل از 2 میلی لیتر محلول استاندارد  
کلراید باشد و در مورد نمونه آزمایشگاهی کدورت حاصل  
نباید بیش از کدورت 1 میلی لیتر از محلول استاندارد  
کلراید باشد.

## 8 بسته بندی

سدیم فسفات طبق توافق خریدار و فروشنده بسته بندی  
می گردد.

## 9 نشانه گذاری

- |     |  |
|-----|--|
| 1-9 | نام و نشان سازنده  |
| 2-9 | نام انواع و درجه ماده  |
| 3-9 | سال تولید  |
| 4-9 | سری ساخت   |
| 5-9 | در مورد درجه آزمایشگاهی کلیه ویژگیها و میزان<br>آن روی نشانه گذاری باید مشخص باشد. |
| 6-9 | کشور سازنده  |
| 7-9 | پروانه ساخت وزارت بهداشت و درمان و آموزش پزشکی                                     |