



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۸۳۹۵

چاپ اول

ISIRI








8395

1 St- Edition

سدیم هیدروکسید - مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی -

ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

**Sodium hydroxide for treatment of water
intended for human consumption –
Specification and test method**

نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۱۶۳-۳۱۵۸۵ 
دفتر مرکزی : تهران - ضلع جنوبی میدان ونک، صندوق پستی ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵
تلفن مؤسسه در کرج: ۰۲۶۱-۲۸۰۶۰۳۱-۸ 
تلفن مؤسسه در تهران: ۰۲۱-۸۸۷۹۴۶۱-۵ 
دورنگار: کرج ۰۲۶۱-۲۸۰۸۱۱۴ - تهران ۰۲۱-۸۸۸۷۰۸۰ - ۸۸۸۷۱۰۳ 
بخش فروش - تلفن: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ - دورنگار: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ 
پیام نگار: Standard @ isiri.or.ir 
بهاء: ۲۵۰۰ ریال 

	Headquarters :	Institute Of Standards And Industrial Research Of Iran
	P.O.Box:	31585-163 Karaj – IRAN
	Tel:	0098 261 2806031-8
	Fax:	0098 261 2808114
	Central Office :	Southern corner of Vanak square, Tehran
	P.O.Box:	14155-6139 Tehran-IRAN
	Tel:	0098 21 8879461-5
	Fax:	0098 21 8887080, 8887103
	Email:	Standard @ isiri.or.ir
	Price:	2500 RLS

« بسمه تعالی »

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، صاحب نظران 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 پیشنهادها 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 تدوین استاندارد سدیم هیدروکسید – مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی – ویژگیها و روشهای آزمون

رئیس

منصوری، یعقوب
(دکترای شیمی)

سمت یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه محقق اردبیلی

اعضا:

اصلانی، سعید

(لیسانس مهندسی شیمی)

اللهوردی زاده، محمود

(لیسانس شیمی کاربردی)

زارعی، چنگیز

(لیسانس شیمی کاربردی)

کاظمیان، نعیمه

(لیسانس شیمی کاربردی)

عمرانی خواه، جلیل

(فوق لیسانس شیمی)

میرزا زاده، احمد

(دکترای داروسازی)

شرکت طراوت

شرکت پتروشیمی تبریز

شرکت آب و فاضلاب تبریز

شرکت کلر پارس

معاونت غذا و داروی استان آذربایجانشرقی

دبیر:

سپاس حکم آبادی، غلامرضا

(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی آذربایجانشرقی

اعضای شرکت کننده در سیمد و هفتاد و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد

شیمیایی و پلیمر مورف ۸۴/۸/۲۴

رئیس

رفوئی، محمدکاظم
(دکتری شیمی تجزیه)

اعضا

حاجی نوروزی، فاطمه
(لیسانس شیمی)

رحمتی، رحیم
(لیسانس شیمی)

سالاروند، زهره
(فوق لیسانس شیمی)

سپاس حکم آبادی، غلامرضا
(لیسانس شیمی)

عمرانی خواه، جلیل
(فوق لیسانس شیمی)

ملکان، پونه
(لیسانس شیمی)

مهدوی، آذر
(کمک کارشناس)

دبیر

فتحی رشتی، ام البنین
(لیسانس شیمی)

سمت یا نمایندگی

دانشگاه تربیت معلم

مرکز تحقیقات وزارت کار

شرکت نیرو کلر

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی آذربایجان
شرقی

شرکت کلر پارس

شرکت آب و فاضلاب تهران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

پیشگفتار

استاندارد "سدیم هیدروکسید - مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی - ویژگیها و روشهای آزمون" که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوطه تهیه و تدوین شده و در سیصد و هفتاد و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۴/۸/۲۴ مورد تصویب قرار گرفته است اینک به استناد بند یک ماده سه قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان 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 موقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوطه مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنا براین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید از آخرین تجدیدنظر آنها بهره گیری کرد.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، درحدامکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منابع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد بکار رفته به شرح زیر است:

DIN EN 896: 1998 Chemicals for treatment of water intended for human consumption – Sodium hydroxide

سدیم هیدروکسید - مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی -

ویژگیها و روش های آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

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

این استاندارد برای سدیم هیدروکسید بصورت جامد یا محلول آبی با غلظت های مختلف مورد مصرف در تصفیه آب آشامیدنی کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

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

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است :

۲ - ۱ استاندارد ملی ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگیها و

روشهای آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ۲۵۳۰ : سال ۱۳۸۱ هیدروکسید سدیم برای مصارف صنعتی - روش تعیین

درجه خلوص

۲-۳ استاندارد ملی ۲۵۳۳ : سال ۱۳۸۲ روش اندازه گیری کربنات موجود در هیدروکسید سدیم

صنعتی به روش تیترومتری

۲-۴ استاندارد ملی ۲۵۲۹ : سال ۱۳۶۴ هیدروکسید سدیم برای مصارف صنعتی - نمونه برداری

۲-۵ استاندارد ملی ۲۵۳۵ : سال ۱۳۸۴ هیدروکسید سدیم صنعتی اندازه گیری کلرید

2-6 ISO 5666 : 1999 Water quality- Determination of mercury

۳ درجه بندی و طبقه بندی

۱-۳ درجه بندی

در این استاندارد هیدروکسید سدیم از نظر میزان مقدار فلزات سنگین طبق جدول شماره ۲ به دو درجه الف و ب درجه بندی شده است .

۲-۳ طبقه بندی

در این استاندارد هیدروکسید سدیم از نظر حالت فیزیکی به دو نوع زیر طبقه بندی می شود

۱-۲-۳ هیدروکسید سدیم محلول

۲-۲-۳ هیدروکسید سدیم جامد با اشکال پرک و جامد یک تکه (ریخته شده یا قالبی)

۴ خواص فیزیکی

۱-۴ شکل ظاهری

شکل جامد آن سفید رنگ و شکل محلول آن کمی کدر، بی رنگ و کمی ویسکوز می باشد.

۲-۴ دانسیته

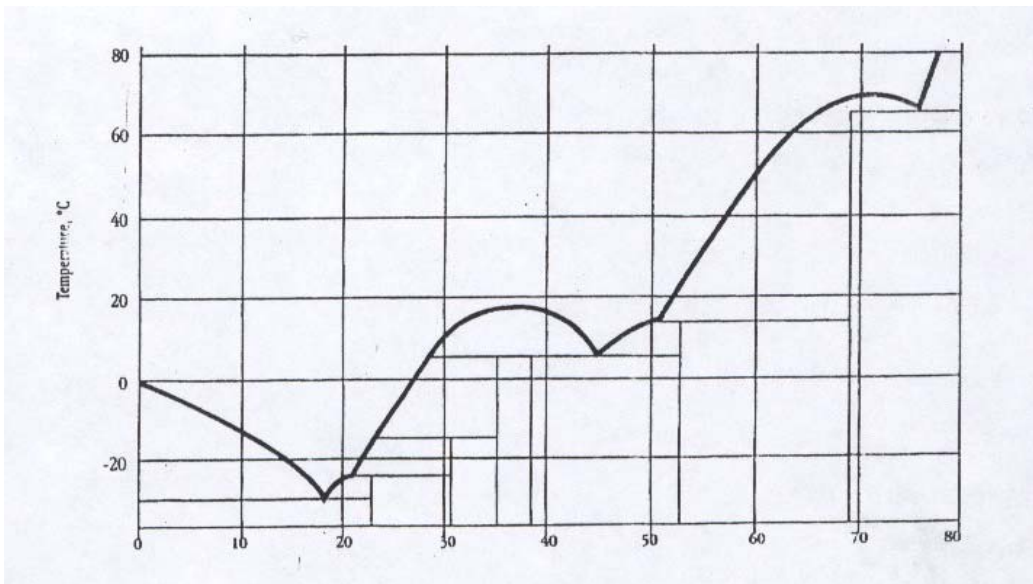
الف - جامد : ۲/۱ گرم بر سانتی متر مکعب

ب - پرک : حدود ۱/۲ گرم بر سانتی متر مکعب

پ - محلول ۵۰ درصد جرمی : ۱/۵۲ گرم بر میلی لیتر در دمای ۲۰ درجه سلسیوس

۳-۴ ملالیت

در دمای بالای ۲۰ درجه سلسیوس به خوبی در آب حل می شود و در غلظت بیش از ۵۵ درصد جرمی بطور جزئی متبلور می شود (شکل ۱ را ملاحظه کنید).



غلظت سدیم هیدروکسید بر حسب درصد جرمی

شکل ۱- نمودار ملالیت سدیم هیدروکسید نسبت به دما

۴-۴ فشار بخار

فشار بخار محلول ۵۰ درصد جرمی سدیم هیدروکسید برابر است با :

- ۱۲۰ پاسکال در دمای ۲۰ درجه سلسیوس

- ۴۵۰ پاسکال در دمای ۴۰ درجه سلسیوس

- ۵۰۰۰ پاسکال در دمای ۸۰ درجه سلسیوس

۴-۵ نقطه جوش در فشار ۱۰۰ کیلوپاسکال^۱

نقطه جوش محلول ۵۰ درصد جرمی سدیم هیدروکسید حدود ۱۴۵ درجه سلسیوس می باشد.

۴-۶ نقطه تبلور

محلول ۵۰ درصد جرمی سدیم هیدروکسید در ۱۲ درجه سلسیوس متبلور می شود.

۴-۷ گرمای ویژه

گرمای ویژه محلول ۵۰ درصد جرمی سدیم هیدروکسید در دمای ۲۰ درجه سلسیوس

$k \cdot J/Kg$ ۳۲۲۰ است.

۴-۸ گرانیروی

مقدار گرانیروی محلول ۵۰ درصد جرمی سدیم هیدروکسید برابر است با :

- 100 Pa.s در دمای ۲۰ درجه سلسیوس

- 25 Pa.s در دمای ۴۰ درجه سلسیوس

- 5 Pa.s در دمای ۸۰ درجه سلسیوس

۵ ویژگیها

سدیم هیدروکسید ماده شیمیایی با فرمول NaOH است که به آن سود سوزآور و سود کاستیک^۲

نیز گفته می شود.

محلول سدیم هیدروکسید به شدت قلیایی و رقیق سازی آن به شدت گرمازا میباشد بنابراین

هنگام کار کردن باید نکات ایمنی مورد توجه قرار گیرد.

1. $100 \text{ KPa} = 1 \text{ bar}$
2. Caustic soda

۱-۵ خلوص

۱-۱-۵ خلوص برای نوع جامد باید حداقل ۹۶ درصد جرمی برحسب NaOH باشد.

۲-۱-۵ خلوص برای نوع محلول باید بین ۳۰ تا ۵۰ درصد جرمی باشد.

برای اندازه گیری خلوص مطابق بند ۷-۳ عمل کنید.

۲-۵ ناخالصی ها

میزان ناخالصی های موجود در سدیم هیدروکسید باید مطابق جدول شماره ۱ باشد. غلظت

ناخالصی ها بر اساس سدیم هیدروکسید ۱۰۰ درصد خالص بیان شده است.

جدول ۱ - ناخالصی ها

روش آزمون	حدود قابل قبول برحسب درصد جرمی /جرمی سدیم هیدروکسید	ناخالصی	ردیف
بند ۷-۴	بیشینه ۲/۴	سدیم کلراید ^۱	۱
بند ۷-۲	بیشینه ۰/۴	سدیم کربنات ^۲	۲
بند ۷-۵	بیشینه ۰/۷	سدیم کلرات ^۳	۳

(۱) در غلظت های بالا باعث مشکلاتی در بعضی رزینهای تعویض یونی می شود.

(۲) سدیم کربنات در اثر تماس با کربن دی اکسید هوا تشکیل می شود

(۳) از حضور هر نوع عامل اکسید کننده در سدیم هیدروکسید باید اجتناب شود.

۳-۵ عناصر سنگین

مقدار عناصر سنگین در سدیم هیدروکسید باید مطابق جدول شماره ۲ باشد.

حدود قابل قبول برحسب میلی گرم در کیلوگرم از سدیم هیدروکسید می باشد.

جدول ۲ - مقدار عناصر سنگین

روش آزمون	حدود قابل قبول بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم از سدیم هیدروکسید		عنصر	ردیف
	درجه ب	درجه الف		
بند ۶-۷	۱۰	۲	آرسنیک (As) بیشینه	۱
'	۵	۱	کادمیوم (Cd) بیشینه	۲
'	۱۰	۱	کروم (Cr) بیشینه	۳
بند ۷-۷	۱	۰/۱	جیوه (Hg) بیشینه	۴
بند ۶-۷	۱۰	۲	نیکل (Ni) بیشینه	۵
'	۲۰	۵	سرب (Pb) بیشینه	۶
'	۵	۵	آنتیموان (Sb) بیشینه	۷
'	۵	۵	سلنیوم (Se) بیشینه	۸

۶ نمونه برداری

نمونه برداری باید برطبق استاندارد مرجع بند ۲-۴ انجام گیرد. ماهیت قلیایی شدید سدیم هیدروکسید رعایت نکات ویژه ای را در نمونه برداری و آماده سازی برای آزمون، الزامی می کند.

نمونه برداری باید بصورتی باشد که نمونه در معرض هوا قرار نگیرد زیرا سدیم هیدروکسید هم بصورت محلول و هم جامد سریعاً رطوبت و دی اکسید کربن (و دیگر گازهای اسیدی) هوا را جذب می کند.

۷ روش های آزمون

۱-۷ تعیین قلیا ئیت کل

قلیائیت کل به روش تیتراسیون با محلول استاندارد اسیدی مطابق با استاندارد مرجع بند ۲-۲ تعیین می شود.

۲-۷ تعیین مقدار سدیم کربنات

مقدار سدیم کربنات را مطابق با استاندارد مرجع بند ۲-۳ تعیین کنید .

۳-۷ تعیین قلیائیت حاصل از سدیم هیدروکسید (فلوئید)

قلیائیت حاصل از سدیم هیدروکسید برابر است با قلیائیت کل بر حسب سدیم هیدروکسید منهای مقدار سدیم کربنات (طبق بند ۸-۲) ضرب شده در عدد ۰/۷۵۵ (این عدد حاصل تقسیم اکی والان گرم سدیم هیدروکسید بر اکی والان گرم سدیم کربنات میباشد).

۴-۷ تعیین سدیم کلرید

مقدار سدیم کلرید باید براساس مقدار کلرید در نمونه مطابق استاندارد مرجع بند ۲-۵ اندازه گیری شود .

یادآوری- در صورتی که مقدار اندازه گیری شده برحسب کلر باشد باید برحسب سدیم کلرید محاسبه شود.

۵-۷ تعیین سدیم کلرات

۱-۵-۷ اساس روش

یون کلرات مستقیماً به روش کروماتو گرافی یونی با آشکارساز هدایت سنجی و باز دارنده شیمیایی اندازه گیری می شود. این روش برای اندازه گیری غلظت ۲ تا ۲۰ میلی گرم کلرات در کیلوگرم بکار می رود.

۷-۵-۲ مواد لازم

کلیه مواد شیمیایی مورد استفاده باید با درجه خلوص تجزیه ای و آب مورد مصرف باید هدایتی کمتر از ۵۶ میکرو زیمنس بر سانتی متر داشته باشد.

۷-۵-۲-۱ محلول شستشو، حاوی سدیم کربنات و سدیم بی کربنات

۷-۵-۲-۲ محلول بازیابی، سولفوریک اسید با غلظت ۰/۰۲۵ مول در لیتر

۷-۵-۲-۳ محلول استاندارد سدیم کلرات با غلظت ۱/۰۰۰ میلی گرم در لیتر،

۰/۲۰۰۰ گرم از سدیم کلرات را در آب حل کنید سپس با دقت به یک بالن ۲۰۰ میلی لیتر منتقل

و با آب به حجم برسانید.

۷-۵-۳ وسایل لازم

شیشه آلات و تجهیزات معمول آزمایشگاهی همراه با وسایل ذیل :

۷-۵-۳-۱ دستگاه کروماتو گراف یونی با تجهیزات زیر

۷-۵-۳-۲ بازدارنده شیمیایی

۷-۵-۳-۳ آشکارساز هدایت سنجی

۷-۵-۳-۴ ستون جداسازی آنیونی و پیش ستون

حاوی سوبسترای پلی استایرن/ دی وینیل بنزن که با لاتکس مبادله کننده آنیونی آمین دار ، متراکم شده است.

۷-۵-۳-۵ خروجی برای ثبت اطلاعات

۷-۵-۳-۶ کارت ریج رزین مبادله کننده کاتیونی (به شکل H^+) از نوع ON-GUARD H^+ یا

مشابه آن (که دارای ظرفیت تبادل کاتیونی حدود ۱/۸ میلی اکی والان است)

۷-۵-۴ روش آزمون

۷-۵-۴-۱ تهیه محلول آزمون

۷-۵-۴-۱-۱ محلول آزمون اول

۰/۵ گرم از نمونه را با دقت ۰/۰۰۱ گرم توزین و به یک بالن حجمی ۲۰۰ میلی لیتری منتقل کنید

و آن را با محلول شستشو حل کرده، به حجم برسانید.

۷-۵-۴-۲ محلول آزمون دوم

۲۵ میلی لیتر از محلول اول را به یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با محلول شستشو

به حجم برسانید.

۷-۵-۴-۲ تهیه محلول های کالیبراسیون

محلولهای کالیبراسیون را طبق جدول زیر و از طریق رقیق کردن محلول استاندارد سدیم کلرات

(بند ۷-۵-۲-۳) با محلول شستشو تهیه کنید.

جدول ۳ - مملولهای کالیبراسیون

غلظت سدیم کلرات mg/l	محلول کالیبراسیون شماره
۰	۰
۴	۱
۸	۲
۱۲	۳
۱۶	۴

۷-۵-۴-۳ آماده سازی محلول آزمون

برای حذف یون OH^- از محلولهای آزمون مطابق روش زیر عمل کنید

۲۵ میلی لیتر آب را از کارت ریج (بند ۷-۵-۳-۶) عبور دهید و سپس ۱۰ میلی لیتر از محلول آزمون را از میان کارت ریج به آرامی عبور دهید. یک میلی لیتر اول را دور ریخته و مابقی را برای اندازه گیری استفاده کنید.

۷-۵-۴-آماده سازی دستگاه

تمام پارامترهای دستگاه کروماتو گراف یونی را مطابق با دستورالعمل سازنده دستگاه با شرایط زیر تنظیم کنید :

- سرعت جریان شستشو : ۲ میلی لیتر در دقیقه
- سرعت جریان بازیابی : ۲/۵ میلی لیتر در دقیقه
- برد کامل هدایت : ۳۰ میکرو زیمنس μS
- هدایت پسماند : کوچکتر از ۱۸ میکروزیمنس
- تعداد تکرار : ۳

۷-۵-۴-اندازه گیری

برای هر محلول، اندازه گیری را حداقل سه بار انجام دهید تا انحراف معیار نسبی کمتر از یک درصد بدست آید.

دستگاه را با محلولهای کالیبراسیون، کالیبره کنید. هر کدام از محلولهای آزمون را که غلظت یون کلرات آن در محدوده منحنی کالیبراسیون است با دستگاه اندازه گیری کنید (M).

۷-۵-۶-بیان نتایج

مقدار سدیم کلرات (NaClO_3) نمونه بر حسب گرم در ۱۰۰ گرم NaOH با استفاده از معادله

زیر محاسبه می شود :

برای محلول آزمون اول :

$$C_1(\text{NaClO}_3) = \frac{2000 * M}{m * A}$$

و برای محلول آزمون دوم :

$$C_2(\text{NaClO}_3) = \frac{8000 * M}{m * A}$$

که در آن :

A = درصد جرمی سدیم هیدروکسید اندازه گیری شده در بند ۳-۸

m = جرم آزمون بر حسب گرم

M = غلظت اندازه گیری شده سدیم کلرات در محلول آزمون بر حسب میلی گرم در لیتر

۷-۶ اندازه گیری آنتیموان، آرسنیک، کادمیوم، کروم، سرب، نیکل و سلنیوم

۷-۶-۱ اساس روش

در این روش نمونه ابتدا با اسید هیدروکلریک خنثی سپس با اسید نتریک اسیدی می شود . هر

یک از عناصر در محلول آزمون با استفاده از دستگاه اسپکترومتر نشر اتمی ICP اندازه گیری

می شود.

این روش برای اندازه گیری عناصر در محدوده غلظتی مطابق جدول ۴ کاربرد دارد .

جدول ۴ - محدوده غلظت عناصر برای اندازه گیری به روش ICP

عنصر	محدوده غلظت بر حسب میلی گرم در کیلوگرم نمونه (ppm)
Cd,Cr	۰/۲ تا ۴۰
Ni	۰/۵ تا ۴۰
Se,Sb,As	۱ تا ۴۰
Pb	۲ تا ۴۰

۷-۶-۲ مواد لازم

کلیه مواد شیمیایی مورد استفاده باید با درجه خلوص تجزیه ای باشند و آب مورد مصرف باید مطابق با آب درجه ۳ استاندارد مرجع بند ۲-۱ باشد و به منظور جلوگیری از آلودگی در ظروف پلی اتیلنی یا تفلونی ذخیره گردند.

۷-۶-۲-۱ محلول اسید نیتریک با دانسیته ۱/۴۰ گرم بر میلی لیتر، ۶۵ درصد جرمی

۷-۶-۲-۲ محلول اسید هیدروکلریک با دانسیته ۱/۱۹ گرم بر میلی لیتر، ۳۷ درصد جرمی

۷-۶-۲-۳ محلول سدیم کلرید، با غلظت ۲۵۰ گرم در لیتر

مقدار ۲۵۰ گرم سدیم کلرید (خالص) را در آب حل و به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و ۱۰ میلی لیتر نیتریک اسید بیافزایید و به حجم برسانید.

۷-۶-۲-۴ محلول های استاندارد ذخیره عناصر اسکاندیوم، کادمیوم، کروم، نیکل، سرب، آنتیموان، سلنیوم (با غلظت ۱۰۰۰ mg/l)

یادآوری- توصیه می شود از محلولهای استاندارد آماده این عناصر استفاده شود.

۷-۶-۲-۵ محلول اسکاندیم (استاندارد داخلی) با غلظت ۵۰ میلی گرم در لیتر

مقدار ۵۰ میلی لیتر از محلول ذخیره اسکاندیم ($C(Sc)=1000\text{mg/l}$) و ۱۰ میلی لیتر اسید نیتریک را به فلاسک حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و هم زده و به حجم برسانید

۷-۶-۲-۶ محلول مخلوط عناصر $C(As,Cd,Cr,Ni,Pb,Sb,Se)=100\text{mg/l}$

۱۰ میلی لیتر از هر محلول ذخیره و ۱۰ میلی لیتر اسید کلریدریک را به بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کرده به هم زده و به حجم برسانید.

۷-۶-۲-۷ گاز آرگون

فشار آن نباید کمتر از ۷۰۰ کیلو پاسکال باشد و می تواند بصورت گاز مایع شده یا فشرده باشد.

۷-۶-۳ وسایل لازم

وسایل معمول آزمایشگاهی و

یادآوری - تمام ظروف (بالن های شیشه ای، پلی اتیلن، تفلونی) باید با اسید کلریدریک ۶ مول بر لیتر و

مقدار کافی آب شستشو داده شوند.

۷-۶-۳-۱ اسپکترومتر نشر اتمی (ICP) مجهز به مه پاش مناسب برای غلظت بالای نمک.

پارامترها و شرایط عملیاتی اسپکترومتری در جدول ۵ داده شده است.

جدول ۵ - شرایط عملیاتی دستگاه

ویژگی	پارامتر
مونوکروماتور و / یا پلی کروماتور	نوع دستگاه
داشته باشد	مرطوبت کننده آرگون
.....	جریان های آرگون در:
۱۴ لیتر در دقیقه	- پلاسما
۱/۵ لیتر در دقیقه	- جریان کمکی
۰/۷ لیتر در دقیقه	- مه پاش (۱۸۰ کیلوپاسکال)
۱/۵ میلی لیتر در دقیقه	- جریان نمونه
۱۰۰۰ وات	توان RF
۱۰ ثانیه	زمان انتگراسیون

۷-۶-۴ روش آزمون

۷-۶-۴-۱ تهیه محلول آزمون

مقدار ۱۴ گرم نمونه را با تقریب ۰/۱ گرم وزن کنید و به یک ظرف پلی اتیلنی ۲۵۰ میلی لیتری

منتقل و ۵۰ میلی لیتر آب اضافه کنید.

پس از حل و خشتی شدن با هیدروکلریک اسید و ۱ میلی لیتر اسیدنیتریک به آن اضافه کنید.
 آن را پس از خنک شدن، به یک بالن ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و ۵ میلی لیتر از محلول
 اسکاندیوم بیافزایید و با آب مقطر به حجم برسانید.

۲-۴-۶-۷ تهیه محلولهای کالیبراسیون

چهار محلول کالیبراسیون به ترتیب زیر تهیه کنید

در چهار بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری (به هر یک) ، ۸۰ میلی لیتر محلول سدیم کلرید و ۵
 میلی لیتر محلول اسکاندیوم منتقل کنید سپس به هر کدام طبق جدول زیر از محلول مخلوط
 عناصر (As,Cd,Cr,Ni,Pb,Sb,Se) اضافه کرده و با آب به حجم برسانید.

جدول ۶ - محلول های کالیبراسیون برای عناصر مختلف

شماره محلول کالیبراسیون	محلول مخلوط عناصر (As,Cd,Cr,Ni,Pb,Sb,Se) (میلی لیتر)	غلظت هر عنصر (As,Cd,Cr,Ni,Pb,Sb,Se) (میلی گرم/لیتر)
۱ ^(۱)	۰	۰
۲ ^(۲)	۵	۵
۳	۱۰	۱۰
۴ ^(۳)	۱۰	۱۰
(۱) محلول صفر کالیبراسیون (۲) محلول استاندارد خطی (۳) محلول کنترل که با استفاده از ظرف و پیست متفاوت و در صورت امکان با محلول استاندارد ذخیره متفاوت تهیه شده باشد.		

پارامترهای دستگاه اسپکترومتر ICP را طبق دستورکار آن آماده کنید و طول موج اندازه گیری و جذب زمینه برای هر عنصر را مطابق جدول ۷ و غلظت محلول های کالیبراسیون را مطابق جدول ۶ بر روی دستگاه تنظیم کنید.

جدول ۷- طول موج خط نشری و نشر زمینه برای عناصر مورد اندازه گیری

طول موج nm		عنصر
نشر زمینه	خط نشر	
۱۹۳/۷۹	۱۹۳/۷۵۹	As
۲۲۸/۸۳	۲۲۸/۸۰۲	Cd
—	۲۱۴/۴۳۸	Cr
۲۶۷/۷۵	۲۶۷/۷۱۶	Ni
۲۳۱/۶۳	۲۳۱/۶۰۴	Pb
۲۲۰/۳۸	۲۲۰/۳۵۳	Sb
۲۱۷/۶۱	۲۱۷/۵۸۱	Se
۱۹۶/۰۵	۱۹۶/۰۲۶	Sc (استاندارد داخلی)
—	۴۲۴/۶۸۳ یا	
—	۳۶۱/۳۸۴	

۷-۶-۳- اندازه گیری

اندازه گیری ها را بطور تناوبی حداقل پنج بار تکرار کنید و پس از هر اندازه گیری دستگاه را با آب شستشو دهید. دستگاه را با محلول های ۱ و ۳ (بند ۷-۶-۲) کالیبره کنید.

خطی بودن منحنی کالیبراسیون را با اندازه گیری محلول های کالیبراسیون به ترتیب زیر وبه عنوان مجهول، کنترل کنید.

- محلول ۳

- محلول ۱

- محلول ۱

- محلول ۲

- محلول ۴

- محلول ۳

انازه گیری ها را به ترتیب زیر ادامه دهید:

- محلول ۳

- محلول ۱

- محلول ۱

- محلول آزمون(بند ۸-۶-۴-۱)

- محلول ۳

- محلول ۱ (بند ۸-۶-۴-۲)

- محلول ۱ (بند ۸-۶-۴-۲)

۷-۶-۴-۴ بیان نتایج

در صورت لزوم برای تصحیح انحراف از خط زمینه با استفاده از محلول های کالیبراسیون ۲و ۴ و

محلول آزمون مطابق زیر عمل کنید :

- برای انحراف خط زمینه:

از درون یابی زمان بین دو اندازه گیری ثانوی (اولی ممکن است آلوده باشد) از محلول صفر کالیبراسیون (محلول ۱) استفاده کنید.

- برای انحراف مربوط به حساسیت:

از درون یابی زمان بین دو اندازه گیری محلول ۳ استفاده کنید.

یادآوری - نمونه هایی با ترکیب نامشخص باید برای بیان اثرات ماتریکس آزمون شوند

۷-۶-۵ محاسبات

مقدار هر عنصر بر حسب میلی گرم در هر کیلوگرم نمونه سدیم هیدروکسید از معادله زیر محاسبه می شود

$$C = \frac{10^4 * C_2}{m * A}$$

که در آن

m = جرم نمونه برای تهیه محلول آزمون بر حسب گرم

C_2 = غلظت تصحیح شده هر عنصر در محلول آزمون بر حسب میلی گرم در لیتر

A = درصد هیدروکسید سدیم بدست آمده از روش بند ۷-۳

۷-۷ اندازه گیری جیوه

اندازه گیری جیوه به روش اسپکترومتری جذب اتمی با استفاده از بخار سرد می باشد. این روش برای اندازه گیری جیوه کل در سدیم هیدروکسید مناسب است. این روش برای نمونه هایی که مقدار جیوه آنها بیشتر از ۰/۰۵ میلی گرم در کیلوگرم باشد، کاربرد دارد.

پس از آنکه نمونه با اسید سولفوریک و پرمنگنات پتاسیم مخلوط شد جیوه کل طبق استاندارد بند

۶-۲ اندازه گیری می شود.

۷-۷-۱ مواد لازم

به بند ۴ استاندارد مرجع بند ۶۲ مراجعه شود

۷-۷-۲ وسایل لازم

به بند ۵ استاندارد مرجع بند ۶۲ مراجعه شود

۷-۷-۳ روش آزمون

۲ گرم نمونه آزمایشگاهی را با تقریب ۰/۰۱ گرم توزین و در یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری در ۵۰ میلی لیتر آب حل کنید. آن را با هیدروکلریک اسید ۶ مولار خنثی نمایید. یک میلی لیتر از محلول پتاسیم پرمنگنات (۵۰ گرم در لیتر) و با احتیاط پنج حجم یک میلی لیتری سولفوریک اسید (۱/۸۴) گرم بر میلی لیتر) به آن بیافزاید. حرارت داده و به مدت ۱ دقیقه بجوشانید.

پس از خنک کردن، قطره قطره محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلراید (۱۰۰ گرم در لیتر) اضافه کنید تا رسوب منگزدی اکسید حل شود. سپس ۵ میلی لیتر محلول پتاسیم دی کرومات (۴ گرم در لیتر) افزوده و به یک بالن ۱۰۰ میلی لیتری منتقل و با آب به حجم برسانید.

محلول شاهد را نیز طبق همین روش وبدون نمونه آزمایشگاهی، تهیه کنید.

۷-۷-۳-۱ تهیه محلول های کالیبراسیون

شش محلول کالیبراسیون با غلظت های ۰، ۱، ۲/۵، ۵، ۷/۵، ۱۰ میلی گرم جیوه در لیتر تهیه کنید. به ۱۰۰ میلی لیتر از هر کدام یک میلی لیتر محلول پرمنگنات پتاسیم و ۵ حجم یک میلی لیتر اسید سولفوریک اضافه کنید و مطابق روش تهیه محلول آزمون بند (۷-۷-۳) ادامه دهید.

۷-۷-۳-۲ اندازه گیری

برای اندازه گیری محلولهای کالیبراسیون، محلول آزمون و شاهد طبق روش شرح داده شده در استاندارد مرجع بند ۶۲ عمل کنید.

۷-۳-۳ بیان نتایج

مطابق بند ۸ استاندارد مرجع بند ۶۲ محاسبات را انجام دهید.

۸ بسته بندی و نشانه گذاری

۸-۱ بسته بندی

سدیم هیدروکسید را می توان در ظروف بشکه ای یا پلاستیکی بسته بندی کرد. به منظور جلوگیری از تغییر خلوص، ظروف نباید قبلاً برای هیچ محصول دیگری استفاده شده باشد.

۸-۲ نشانه گذاری

الزامات زیر باید در نشانه گذاری بکار برده شود :

۸-۲-۱ نام، نوع و درجه فرآورده

۸-۲-۲ وزن خالص به کیلوگرم

۸-۲-۳ شماره سری ساخت یا تاریخ تولید

۸-۲-۴ نام و آدرس تولید کننده یا تأمین کننده

۸-۲-۵ ذکر عبارت «ساخت ایران»

۸-۲-۶ ذکر عبارات زیر:

۸-۲-۶-۱ برای نوع جامد : خورنده - موجب سوختگی شدید - دور از دسترس کودکان در

صورت تماس با چشم بلافاصله با آب فراوان شستشو داده و به پزشک مراجعه شود - بلافاصله

لباس های آلوده را در بیاورید - از دستکش مناسب و محافظ چشم استفاده کنید.

۲-۶-۲-۸ برای نوع محلول با غلظت ۱ تا ۵ درصد جرمی : التهاب آور - ملتهب کننده چشم و پوست - دور از دسترس کودکان - در صورت تماس با چشم بلافاصله با آب فراوان شستشو داده و به پزشک مراجعه شود .

۳-۶-۲-۸ برای نوع محلول با غلظت بیشتر از ۵ درصد جرمی : خورنده - سوختگی شدید - دور از دسترس کودکان - در صورت تماس با چشم بلافاصله با آب فراوان شستشو داده و به پزشک مراجعه شود - لباس های آلوده را بلافاصله در بیاورید - از دستکش مناسب و محافظ چشم استفاده کنید.

۹ انبارداری

برای نگهداری کوتاه مدت باید از تماس با آلومینیوم، روی یا فولاد گالوانیزه ممانعت شود. فولاد ضد زنگ، پلی استر یا پلی پروپیلن مواد مناسبی برای نگهداری هستند. در نگهداری بلند مدت جذب دی اکسید کربن هوای مجاور باعث تشکیل سدیم کربنات می شود.

