



جمهوری اسلامی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مشهارة استاندارد ایران

2352



روش تعیین یون نیترات در آب

چاپ سوم

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تنها سازمانی است در ایران که بر طبق قانون میتواند استاندارد رسمی فرآورده‌ها را تعیین و تدوین و اجرای آنها را با کسب موافقت شورایی عالی استاندارد اجباری اعلام نماید. وظایف و هدفهای موسسه عبارتست از:

(تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی - انجام تحقیقات بمنظور تدوین استاندارد بالا بردن کیفیت کالاهای داخلی، کمک به بهبود روشهای تولید و افزایش کارائی صنایع در جهت خودکفائی کشور- ترویج استانداردهای ملی - نظارت بر اجرای استانداردهای اجباری - کنترل کیفی کالاهای صادراتی مشمول استانداردهای اجباری و جلوگیری از صدور کالاهای نامرغوب به منظور فراهم نمودن امکانات رقابت با کالاهای مشابه خارجی و حفظ بازارهای بین المللی کنترل کیفی کالاهای وارداتی مشمول استاندارد اجباری به منظور حمایت از مصرف کنندگان و تولیدکنندگان داخلی و جلوگیری از ورود کالاهای نامرغوب خارجی راهنمایی علمی و فنی تولیدکنندگان، توزیع کنندگان و مصرف کنندگان - مطالعه و تحقیق درباره روشهای تولید، نگهداری، بسته بندی و ترابری کالاهای مختلف - ترویج سیستم متریک و کالیبراسیون وسایل سنجش - آزمایش و تطبیق نمونه کالاها با استانداردهای مربوط، اعلام مشخصات و اظهارنظر مقایسه‌ای و صدور گواهینامه‌های لازم) .

موسسه استاندارد از اعضاء سازمان بین المللی استاندارد می باشد و لذا در اجرای وظایف خود هم از آخرین پیشرفتهای علمی و فنی و صنعتی جهان استفاده می نماید و هم شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور را مورد توجه قرار می دهد.

اجرای استانداردهای ملی ایران به نفع تمام مردم و اقتصاد کشور است و باعث افزایش صادرات و فروش داخلی و تأمین ایمنی و بهداشت مصرف کنندگان و صرفه جوئی در وقت و هزینه ها و در نتیجه موجب افزایش درآمد ملی و رفاه عمومی و کاهش قیمتتها می شود.

کمیسیون استاندارد روش تعیین یون نیترات در آب

رئیس

ایماندل - دکتر داروسازی M.P.H و متخصص بهداشت محیط زیست
کرامتاله - دانشکده بهداشت - دانشگاه تهران

اعضاء

الهی - مهندس شیمی مشاور مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
شکوهی - دکتر داروسازی - متخصص آب شناسی
شکوه - مدیر آزمایشگاههای سازمان آب

دبیر

مهپور - شیمیست کارشناس مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
مجید

فهرست مطالب

استاندارد روش تعیین یون نیترات در آب

هدف

دامنه کاربرد

خلاصه روش

مواد مزاحم

مواد و وسایل موردنیاز

نمونه برداری

روش کار

محاسبات

بسمه تعالی

پیشگفتار

استاندارد روش تعیین یون نیترات در آب که بوسیله کمیسیون فنی روشهای آزمون آب آشامیدنی تهیه و تدوین شده و در کمیته نهائی ما در صنایع فوق مورد تأیید قرار گرفته و در سی و سومین جلسه کمیته ملی صنایع شیمیائی مورخ 61/3/23 تصویب گردید . پس از تأیید شورای عالی استاندارد و باستناد ماده یک (قانون مواد الحاقی بقانون تأسیس موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب آذرماه 1349) بعنوان استاندارد رسمی ایران منتشر میگردد .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با پیشرفتهای ملی و جهانی صنایع و علوم استانداردهای ایران در مواقع لزوم و یا در فواصل معین مورد تجدیدنظر قرار خواهند گرفت و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها برسد در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه واقع خواهد شد .

بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین چاپ و تجدیدنظر آنها استفاده نمود .

در تهیه این استاندارد سعی بر آن بوده است که با توجه به نیازمندیهای خاص ایران حتی المقدور میان روشهای معمول در این کشور و استاندارد و روشهای متداول در کشورهای دیگر هماهنگی ایجاد شود .

لذا با بررسی امکانات و مهارت‌های موجود و اجرای آزمایشهای لازم استاندارد حاضر با استفاده از منبع زیر تهیه گردید .

ASTM-Vol 31-1978

استاندارد روش تعیین یون نیترات در آب

1- هدف

هدف از ارائه این روش چگونگی تعیین مقدار یون نیترات موجود در آب می باشد .

2- دامنه کاربرد

1-2- کاربرد این روش در مورد تجزیه آبی است که غلظت یون نیترات (به صورت \overline{NO}_3) در آن در حدود یک تا 50 میلی گرم در لیتر باشد .

2-2- آبی که غلظت یون نیترات در آن بیشتر است با رقیق کردن مقدار معینی از آن در محدوده این دامنه تغییرات قرار خواهد گرفت .

3- خلاصه روش

3-1- واکنش یونهای نیترات با بروسین در محلول غلیظ اسید سولفوریک رنگ زرد ایجاد می کند که این رنگ تابع نسبیت بیر - لامبرت نبوده ولی منحنی نور جذبایی نسبت به غلظت یون نیترات بصورت یکنواخت می باشد و جهت آزمون لازم است که همزمان با آزمون یک سری محلولهای استاندارد نیز تهیه شود و اندازه گیری را در طول موج 410 نانومتر انجام داد .

3-2- سرعت ایجاد رنگ با حرارت رابطه مستقیم داشته ولی شدت رنگ با آن نسبت معکوس دارد .

† Brucine

‡ Beere-Lambert

4- مواد مزاحم

- 1-4- عوامل اکسیدکننده و احیاء کننده قوی در عمل ایجاد مزاحمت می‌نماید که می‌توان بوسیله اورتو تولید این مقدار^۳ عوامل اکسیدکننده را تعیین و مزاحمت ناشی از کلر تا میزان پنج میلی‌گرم در لیتر را با افزودن ارسنیت سدیم برطرف ساخت
- 2-4- اثر احتمالی ذغال‌کنندگی اسید سولفوریک غلیظ و همچنین وجود مقدار زیاد مواد آلی در نمونه ممکن است باعث افزایش عدد قرائت شده جذب نوری در طول موج 410 نانومتر شود. مزاحمت ناشی از مواد یاد شده را میتوان با انجام عمل تصفیه مقدماتی بکمک ئیدرواکسید آلومینیم و یا کربن فعال مخصوص بر روی نمونه را بحداقل برسانید.
- 3-4- اثر تداخلی نیتريت تا میزان هفت میلی‌گرم در لیتر را میتوان با افزایش اسید سولفانلیک به محلول معرف بروسین برطرف نمود.
- 4-4- جدول شماره یک نمایانگر مقادیر سایر موادی است که معمولاً در آب موجود بوده و باعث تداخل نمی‌گردد.

‡Orthotolidine

‡Charring Effects

mg/l	غلظت بر حسب	یون
1		Fe ++
1		+3
1		Fe
1		Mn +4
80		OH ⁻ (NaOH)
60		NH ₄ ⁺
100		Ca ⁺⁺
60		Mg ⁺⁺
1000		Cl ⁻ (NaCl)
50		SO ₂ (Na ₂ SO ₃)
200		PO ₄ ⁻³
40		PO ₃ ⁻ (شیشه‌ای NaPO ₃)
200		SiO ₂

یادآوری - غلظت‌هایی که در جدول شماره یک داده شده است معرف حداکثر مقادیر ناخالصی‌هایی که میتواند قبل از تعیین یون نیترات در محلول حضور داشته باشد نبوده ، بلکه نشان‌دهنده مقادیر هر ناخالصی است که به نظر می‌رسد تأثیری در نتیجه آزمون ندارد .

5- مواد و وسایل مورد نیاز

1-5- وسایل مورد نیاز

1-1-5- اسپکتر فتومتر و یا فیلتر فتومتر مناسب برای اندازه‌گیری در طول موج 410 نانومتر که مسیر نورانی آن یک تا پنج سانتی‌متر باشد .

2-5- مواد مورد نیاز

1-2-5- خلوص مواد : کلیه مواد بکار رفته در آزمون باید از نوع خالص برای تجزیه شیمیائی بوده و در صورتیکه نوع مخصوص معین نشده است این مواد باید دارای درجات خلوص زیاد به اندازه‌ای باشد که از کاهش صحت در جواب آزمون جلوگیری شود .

2-2-5- ذغال فعال - مقداری کربن فعال را که به دانه‌های 0/2 تا 0/5 میلی‌متر خرد شده است در فضای انباشته از اکسیدکربن تا سرخ شدن حرارت داده و پس از سرد کردن با هگزان نرمال استخراج و سپس^o با آب 80 درجه سانتیگراد شستشو دهید .

3-2-5- کرم ئیدرات آلومینیوم : مقدار 124 گرم آلومینات سدیم و یا پتاسیم را در یک لیتر آب حل و تا 50 درجه سانتیگراد گرم کنید ، سپس در حال بهم زدن 55 میلی‌لیتر آمونیاک (با چگالی 0/90) اضافه کرده و بمدت یک ساعت بحال خود بگذارید تا سرد شود . رسوب را با آب و عمل اختلاط و دکانتی نمودن آنقدر شستشو دهید تا از یونهای آمونیاک ، کلرور ، نیترات و نیتريت عاری شود .

5-2-4- محلول بروسین - اسید سولفانلیک : یک گرم سولفات بروسین و 0/1 گرم اسید سولفونلیک را در تقریباً 70 میلی لیتر آب داغ حل کنید ، سه میلی لیتر اسید کلریدریک با چگالی 1/19 اضافه کرده سرد نمائید و با آب به حجم 100 میلی لیتر برسانید .

یادآوری این محلول تا چندین ماه قابل استفاده است و رنگ صورتی که بمرور زمان در آن ایجاد می شود تاثیری در کاربرد آن نخواهد داشت .

5-2-5- محلول استاندارد نیترات پتاسیم ($1\text{ml} = 1\text{mg NO}_3$) : مقداری از نیترات پتاسیم را بمدت 24 ساعت در حرارت 105 درجه سانتیگراد خشک کرده و سپس مقدار 1/631 گرم از آنرا در 20 میلی لیتر آب حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید .

5-2-6- محلول ارسنیت سدیم (1/83 گرم در لیتر) : 1/83 گرم ارسنیت سدیم بفرمول NaAsO_2 را در یک لیتر آب حل کنید .

5-2-7- اسیدسولفوریک (500+75) : دقیقاً 500 میلی لیتر اسید سولفوریک با چگالی 1/84 را با احتیاط به 75 میلی لیتر آب اضافه کرده و پس از سرد کردن برای جلوگیری از جذب رطوبت در یک ظرف شیشه ای دردار نگهداری نمائید .

6- نمونه برداری

6- سولفات بروسین به شدت سمی است مواظب باشید وارد دهان نشود .

7- سمی است ، مواظبت کنید وارد دهان نشود .

6-1- نمونه برداری از آب برای تجزیه شیمیائی باید طبق استاندارد شماره 2347 ایران انجام پذیرد .

7- روش کار

7-1- تنظیم و استاندارد کردن

7-1-1- یک محلول مقابله و یک سری محلول استاندارد از صفر تا 50 میلی گرم در لیتر یون نیترات بکمک محلول استاندارد نیترات پتاسیم تهیه کنید .

7-1-2- دستورالعمل‌های بند 7-4 تا 7-10- را در مورد آنها اجراء کنید .

7-1-3- منحنی مقدار نور جذبی را نسبت به غلظت یون نیترات بر حسب میلی‌گرم در لیتر رسم نمائید .

7-1-4- منحنی تنظیم را برای هر نمونه مورد آزمون باید جداگانه تهیه نمائید.

7-2- در صورت وجود کلر باقیمانده در محلول مورد آزمون ، به ازاء هر 0/05 میلی‌گرم کلر مقدار 0/1 میلی‌لیتر محلول ارسنیت به 50 میلی‌لیتر محلول مورد آزمون اضافه و سپس یک قطره زیادی نیز بر روی محلول بریزید .

7-3- چنانکه محلول کدر و یا بدلیل بالا بودن مقادیر مواد آلی رنگی است، مقدار 0/5 گرم کربن فعال و سه میلی‌لیتر کرم ئیدرات آلومینیوم به 150 میلی‌لیتر از نمونه اضافه کرده بخوبی مخلوط و پس از چند دقیقه صاف و قسمت اولیه محلول زیر صافی را دور بریزید .

7-4- مقدار 5/0 میلی‌لیتر از محلول زیر صافی و یا چنانکه آب مورد آزمون بی‌رنگ و تمیز بوده و احتمالاً بیشتر از 50 میلی‌گرم در لیتر یون نیترات نداشته باشد، مستقیماً از خود

آن بوسیله پی‌پت برداشته و به داخل یک بشر 50 میلی‌لیتری خشک و تمیز منتقل کنید .

7-5- مقدار یک میلی‌لیتر معرف بروسین - اسید سولفانلیک بآن اضافه کنید.

7-6- در بشر 50 میلی‌لیتری دیگری 10 میلی‌لیتر اسید سولفوریک بریزید .

7-7- محتویات بشر اول را که نمونه و معرف بروسین سولفانلیک میباشد بر روی بشر محتوی اسید با احتیاط خالی کنید و برای اطمینان از مخلوط شدن کامل آنرا دوباره به بشر اولی برگردانده و عمل را شش بار تکرار نمائید.

7-8- به مدت 10 ± 1 دقیقه در جای تاریک نگاهداری کنید .

7-9- هنگامیکه رنگ در محلول ظاهر میگردد، مقدار 10 میلی‌لیتر آب در داخل بشر خالی ریخته و پس از وقفه ده دقیقه‌ای آنرا به نمونه اضافه کرده و عمل مخلوط کردن را به روال قبلی تکرار و سپس برای 20 تا 30 دقیقه در جای تاریک قرار دهید .

7-10- مقدار جذب نور نمونه را در 410 نانومتر در مقابل محلول مقابله‌ای که عملیات مشابه در مورد آن انجام شده است (باستثناء اضافه کردن محلول بروسین اسید سولفانلیک) اندازه بگیرید .

7-11- مقدار غلظت یون نیترات در نمونه را از روی منحنی تنظیم بدست آمده برای همان نمونه تعیین و در صورتیکه نمونه رقیق شده است مقدار مشاهده شده را تصحیح کنید .

8- محاسبات

8-1- مقدار غلظت یون نیترات مستقیماً بر حسب میلی‌گرم در لیتر از روی منحنی تنظیم قرائت می‌شود .



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

2352



DETERMINATION OF NITRATE - ION IN WATER

Third Edition