



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۷۰۴۶



کیفیت آب - اندازه گیری کروم به روش های

بیناب سنج جذب اتمی - 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، 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 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 آنها 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 استاندارد " کیفیت آب - اندازه گیری کروم به روش های بیناب سنج جذب اتمی -

روش های آزمون "

رئیس	سمت با نمایندگی
اسدی قشلاق ، یعقوب (دکترای شیمی تجزیه)	دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده شیمی
اعضا	
امجدی ، محمد (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	دانشگاه تبریز، دانشکده شیمی
بنی تراب ، فرانک (فوق لیسانس شیمی فیزیک)	شرکت آب و فاضلاب روستایی
عباسی ، جمشید (فوق لیسانس سم شناسی و دارو شناسی)	معاونت غذا و دارو استان آذربایجان شرقی
قدیمی ، فریده (فوق لیسانس شیمی آلی)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان آذربایجان شرقی
کاظمیان ، نعیمه (فوق لیسانس شیمی کاربردی)	سازمان آب و فاضلاب استان آذربایجان شرقی
دبیر	
سالک زمانی ، مریم (فوق لیسانس علوم تغذیه)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان آذربایجان شرقی

صفحه

فهرست مندرجات

پ	پیش گفتار
ت	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
	۳ اندازه گیری کروم به روش بیناب سنجی جذب اتمی
	اتمی شعله ای
۲	۱-۳ پایه های کار
۲	۲-۳ واکنشگرها

۴	وسایل لازم	۳-۳
۵	نمونه برداری و آماده کردن آزمون	۴-۳
۶	روش کار	۵-۳
۸	۶-۳ روش محاسبه و بیان برآمدها	
۹	مزاحمت ها	۷-۳
۱۰	گزارش آزمون	۸-۳
۱۱	۴ اندازه گیری کروم به روش بیناب سنجی جذب اتمی با اتمساز برق گرمایی	
۱۱	پایه های کار	۱-۴
۱۱	واکنشگرها	۲-۴
۱۱	وسایل لازم	۳-۴
۱۲	نمونه برداری و تهیه آزمون	۴-۴
۱۲	روش کار	۵-۴
۱۴	۶-۴ بیان برآمدها	
۱۵	مزاحمت ها	۷-۴
۱۵	گزارش آزمون	۸-۴
۱۶	پیوست الف-روش پیش تیمار(اطلاعاتی)	
۱۸	پیوست ب-داده های دقت(اطلاعاتی)	

مقدمه

کروم در آب در حالت های اکسایش ۳ و ۶ وجود دارد. دو روش ارائه شده در این استاندارد، کروم را در هر دو حالت اکسایش به صورت کروم محلول در اسید یا محلول در آب، بسته به پیش تیمار^۱ نمونه ، اندازه گیری می کند. روش انتخاب شده به غلظت کروم بستگی دارد.



در پیوست الف این استاندارد، آگاهی هایی درباره پیش تیمار و هضم کروم لجن^۲ و رسوبات^۳، شرح داده شده است.

پیش گفتار

استاندارد "کیفیت آب - اندازه گیری کروم به روش های بیناب سنجی جذب اتمی - روش آزمون" که پیش نویس آن توسط کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده و در چهارصد و دومین جلسه کمیته ملی استاندارد خوراک و فرآورده های کشاورزی مورخ ۸۲/۸/۲۶ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان 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 خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدید نظر 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 ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود. منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

- 1- ISO 9174 : 1998 Water quality – Determination of chromium – Atomic absorption Spectrometric methods

کیفیت آب - اندازه گیری کروم به روش های بیناب سنجی جذب اتمی - روش

آزمون

-
- 2- Sludge
 - 3- Sediment

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین دو روش برای اندازه گیری میزان کروم آب، بوسیله بیناب سنجی جذب اتمی است.

یادآوری ۱ - دو روش تعیین شده در ۲ بند به گونه جداگانه، به شرح زیر نوشته شده است:

الف - اندازه گیری کروم به روش بیناب سنجی جذب اتمی شعله ای (طبق بند ۳).

ب - اندازه گیری کروم به روش بیناب سنجی جذب اتمی با اتمساز برق گرمایی^۴ (طبق بند ۴).

یادآوری ۲ - چنانچه میزان کروم در آب و فاضلاب بین ۰/۵ تا ۲۰ میلی گرم در لیتر باشد، باید از روش تعیین شده در بند ۳ این استاندارد، برای تجزیه بهره گیری شود.

یادآوری ۳ - هنگامی که میزان کروم کمتر از ۰/۵ میلی گرم در لیتر باشد، اندازه گیری می تواند پس از تبخیر دقیق نمونه اسیدی شده به حجم کوچک، انجام گیرد. حین عمل باید دقت نمود از تشکیل رسوب جلوگیری شود.

یادآوری ۴ - برای اندازه گیری کروم در مقادیری کمتر از ۰/۱ میلی گرم در لیتر، باید روش تعیین شده در بند ۴ این استاندارد، مورد استفاده قرار گیرد. چون استفاده از تبخیر تاثیر مواد مزاحم را افزایش می دهد.

یادآوری ۵ - برای تجزیه آب و فاضلاب وقتی که میزان کروم در آن بین ۵ تا ۱۰۰ میکرو گرم در لیتر است، باید از روش طبق بند ۴ این استاندارد، با تزریق ۲۰ میکرو لیتر نمونه، بهره گیری شود. چنانچه میزان کروم زیادتر باشد، حجم کمتری از نمونه به کار می رود.

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. معهذاً 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 مرجع زیر برای کاربرد استاندارد الزامی است:

۲-۱ استاندارد ملی ایران ۲۳۴۷ : سال ۱۳۶۲ روش نمونه برداری آب.



۲ اندازه گیری کروم به روش بیناب سنجی جذب اتمی شعله ای

۲-۱ پایه کار

روش اندازه گیری بر پایه بیناب سنجی جذب اتمی میزان کروم در نمونه اسیدی شده با شعله نیترو اکسید^۵ / استیلن در طول موج ۳۵۷/۹ نانومتر استوار است. برای کاهش مزاحمت ها در بافت^۶ نمونه، افزودن نمک لانتانیم^۷ ضرورت دارد.

واکنشگرها

همه واکنشگرها باید دارای نابی تجزیه ای باشد. آب بکار رفته، باید آب بدون یون یا آب چکیده (که وسایل شیشه ای برای تهیه آن بکار رفته است) باشد.

میزان کروم آب بکار رفته برای آزمون های تهی و تهیه واکنشگرها و محلول های استاندارد، باید در مقایسه با کمترین مقادیر کروم موجود در نمونه ها، قابل چشم پوشی باشد.

۳-۲-۱ هیدروکلریک اسید، HCL، با چگالی برابر ۱/۱۸ گرم در میلی لیتر (دمای معمولی)

۳-۲-۲ نیتریک اسید، HNO₃، با چگالی برابر ۱/۴۲ گرم در میلی لیتر (دمای معمولی)

۳-۲-۳ نیتریک اسید، با غلظت ۱/۵ مول در لیتر

طرز تهیه : ۵۰۰ میلی لیتر آب را به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری بریزید. ۱۰۰ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۲) به آن بیافزایید و با آب به حجم برسانید.

۳-۲-۴ پراکسید هیدروژن، H₂O₂، محلول ۳۰ درصد وزنی.

۳-۲-۵ لانتانیوم کلرید، LaCl₃، محلول با غلظت ۲۰ گرم در لیتر

طرز تهیه : ۲۳/۵ گرم لانتانیم اکسید را در ۲۰۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (طبق بند ۳-۲-۱) حل کرده و با آب به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید و سپس بیامیزید.

هشدار- چون واکنش لانتانیم اکسید با هیدروکلریک اسید شدیداً گرم‌زا است، لازم است احتیاط شود (ضمن استفاده از عینک های محافظ، عمل افزودن لانتانیوم اکسید به داخل اسید به تدریج انجام شود).

۳-۲-۶ محلولهای کروم

۳-۲-۶-۱ محلول ذخیره کروم، با غلظت ۱ گرم در لیتر

1- Nitrous oxide
2- Matrix
3- Lanthanum



مقداری پتاسیم دی کرومات^۸ را در دمای 2 ± 105 زینه سلسیوس در مدت ۲ ساعت، خشک کنید. $0.001 \pm$ گرم از آن را پس از سرد کردن در آب حل کنید.

1 ± 5 میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۲) را به آن بیافزایید و در بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری با آب، به حجم برسانید.

هر میلی لیتر از این محلول ذخیره، ۱ میلی گرم کروم دارد.

محلول را در دمای اتاق و در گنجایه های پلی اتیلنی^۹ یا شیشه ای بروسیلیکاتی، نگهداری نمائید. این محلول برای مدت ۱ سال در دمای اتاق، در تاریکی و در pH بین ۱ تا ۲، پایدار است.

یادآوری - محلول های ذخیره کروم به صورت تجاری قابل دسترس است.

۳-۲-۲-۶-۲ محلول استاندارد کروم، با غلظت ۵۰ میلی گرم در لیتر

0.01 ± 50 میلی لیتر محلول ذخیره کروم (طبق بند ۳-۲-۳-۶-۱) را در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری بریزید، یک میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۲) به آن افزوده با آب به حجم رسانیده و سپس بیامیزید.

این محلول دست کم تا مدت یک ماه پایدار است.

۱-۲ وسایل لازم

۳-۳-۱ بیناب سنج جذب اتمی مجهز به لامپ کاند حفرة ای کروم^{۱۰} و مشعل نیترواکسید / استیلن^{۱۱}.

یادآوری - هنگام کار با دستگاه، باید برابر دستورات سازنده عمل شود و همه نکات ایمنی بویژه موقع کار با شعله نیترواکسید / استیلن، رعایت شود.

۳-۳-۲ شیشه آلات

همه شیشه آلات را با دقت برای مدت ۲۴ ساعت در نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۳) قرار داده و سپس به طور کامل با آب، آبکشی نمایید. اگر چنانچه احتمال می رود میزان کروم در نمونه کم باشد (مانند نمونه های آب زیرزمینی) ، بهتر است شیشه آلات تا هنگام استفاده در نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۳)، نگهداری شوند. از کرومیک اسید، نباید برای پاکیزه سازی شیشه آلات استفاده شود.

1- $K_2Cr_2O_7$

1- Polyethylene

2- Chromium hollow cathode lamp

3- Nitrous oxide / acetylene burner



۳-۳-۳ پالایه های غشایی با قطر منافذ ۰/۴۵ میکرومتری باید بطور کامل با نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲) شسته شده و سپس با آب (طبق بند ۳-۲) آبکشی شوند.

۲-۲ نمونه برداری و آماده کردن نمونه^{۱۲}

۳-۴-۱ برای برداشت و نگهداری نمونه، باید برابر استاندارد ملی ایران ۲۳۴۷ سال ۱۳۶۲ عمل شود. نمونه ها باید در گنجایه های پلی اتیلنی یا شیشه ای بروسلیکاتی که از پیش با نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۳) پاکیزه و سپس با آب (طبق بند ۳-۲) آبکشی شده اند، جمع آوری شود.

۲-۴-۳ کروم محلول در اسید

۳-۴-۲-۱ پس از برداشت نمونه، بی درنگ به آن مقدار کافی نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۲) بیفزایید تا pH آن بین ۱ تا ۲، تنظیم شوند.

۳-۴-۲-۲ به ۹۰ میلی لیتر از نمونه اسیدی شده، ۱ میلی لیتر هیدروژن پراکسید (طبق بند ۳-۲-۴) و ۲ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۲)، بیفزائید.

۳-۴-۲-۳ محلول به دست آمده را جوشانیده و تا حجم ۵۰ میلی لیتر، تبخیر کنید. از خشک شدن کامل نمونه باید جلوگیری شود. در صورت احتمال کم بودن مقدار کروم در نمونه، عمل هضم بهتر است در اتوکلاو یا آون ریز موج^{۱۳}، برابر دستورات سازنده انجام شود.

۳-۴-۲-۴ به محلول تبخیر شده ۱۰ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۲) افزوده و آن را به بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید.

۳-۴-۲-۵ ۱۰ میلی لیتر محلول لانتانیم کلرید (طبق بند ۳-۲-۵) را به بالن افزوده و تا نشانه با آب به حجم رسانیده و سپس بیامیزید.

۳-۴-۳ کروم محلول در آب

۳-۴-۳-۱ پس از برداشت نمونه آن را هر چه زودتر از پالایه غشایی (طبق بند ۳-۳-۳) بگذرانید و بی درنگ به آن نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۲) بیفزایید تا pH بین ۱ تا ۲ تنظیم شود.

۳-۴-۳-۲ ۱۰ میلی لیتر محلول لانتانیوم کلرید (طبق بند ۳-۲-۵) را به یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید و تا نشانه با محلول به دست آمده از بند ۳-۴-۳-۱، به حجم رسانیده و بیامیزید. (یا اینکه بسته به میزان کروم موجود از حجم معین و مناسب دیگری از محلول طبق بند ۳-۴-۳-۱، استفاده کنید.)



۳-۲ روش کار

۱-۵-۳ آزمون تهی

همزمان با آزمون نمونه، آزمون تهی را با جایگزینی آب با آزمون و با بهره گیری از روش یکسان و مقادیر یکسانی از همه واکنشگرها، انجام دهید.

۲-۵-۳ تهیه محلول های کالیبراسیون

دست کم ۵ محلول کالیبراسیون را در گستره مقادیر مورد اندازه گیری به شرح زیر از محلول استاندارد کروم (طبق بند ۲-۶-۲-۳)، تهیه نمایید. این محلول ها، باید پیش از هر سری از اندازه گیری ها آماده شده باشند:

به ترتیب حجم های ۱، ۲/۵، ۵، ۱۰ و ۲۰ میلی لیتر از محلول استاندارد کروم (طبق بند ۲-۶-۲-۳) را به بالن های حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید. به هر کدام از بالن ها بسته به عمل هضم (به بند های ۳-۴-۳-۲ و ۳-۴-۳ این استاندارد مراجعه کنید)، به ترتیب ۱۰ یا ۲ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۲-۲-۳) و ۱۰ میلی لیتر محلول لانتانیم کلرید (طبق بند ۵-۲-۳) بیافزایید و سپس تا نشانه با آب به حجم رسانیده و بیامیزید. غلظت کروم در این محلول ها به ترتیب ۰/۵۰، ۱/۲۵، ۲/۵، ۵ و ۱۰ میلی گرم در لیتر خواهد بود. به همین ترتیب سایر غلظت های مورد نظرتان را تهیه کنید.

۳-۵-۳ کالیبراسیون

دستگاه جذب اتمی را با بهره گیری از شعله نیترواکسید / استیلن در طول موج ۳۵۷/۹ نانومتر و برابر راهنمای آن آماده کنید.

محلول کالیبراسیون بند ۲-۵-۳ را بیفشانید^{۱۴} و افشانندگی^{۱۵}، ارتفاع مشعل و وضعیت شعله را، بهینه کنید. با آب چکیده جذب دستگاه را صفر کرده و به ترتیب محلول های کالیبراسیون بند ۲-۵-۳ و محلول تهی بند ۱-۵-۳ را بیفشانید. نموداری رسم کنید، که غلظت های کروم محلول های استاندارد به میلی گرم در لیتر محور افقی آن و مقادیر جذب متناظر با آنها محور عمودی آن باشد.

۴-۵-۳ اندازه گیری آزمون

آزمون تهی شده طبق بندهای ۲-۴-۳ یا ۳-۴-۳ را، به درون شعله بیفشانید. جذب را اندازه گیری نمایید. در صورت لزوم پس از هر بار اندازه گیری با آب چکیده، جذب دستگاه را صفر کنید.

روش محاسبه و بیان برآمدها

غلظت کروم را از روی جذب آزمونه (طبق بند ۳-۵-۴) و محلول تهی (طبق بند ۳-۵-۱) با مراجعه به نمودار کالیبراسیون رسم شده برابر بند ۳-۵-۳ تعیین کرده و با بهره گیری از فرمول ۱ زیر غلظت کروم نمونه را محاسبه نمایید:

$$\rho = \frac{(A_s - A_{so}) \times V_w}{V_p \times b} \quad \text{فرمول (۱)}$$

که در آن :

ρ : عبارت است از، غلظت کروم نمونه به میلی گرم در لیتر.

A_s : عبارت است از، جذب آزمونه.

A_{so} : عبارت است از، جذب تهی.

V_p : عبارت است از، حجم نمونه اسیدی شده به میلی لیتر (تهیه شده طبق بندهای ۳-۴-۲ و ۳-۴-۳ این استاندارد).

b : عبارت است از، حساسیت (شیب^۱ نمودار کالیبراسیون) به لیتر در میلی گرم.

V_w : عبارت است از، حجم آزمونه به میلی لیتر (تهیه شده طبق بند های ۳-۴-۲ و ۳-۴-۳ این استاندارد).

۳-۷ مزاحمت ها

یون های زیر مورد آزمایش قرار گرفته اند و نشان داده اند که در غلظت های پایین تر از مقادیر تعیین شده در جدول ۱ هیچ مزاحمتی را ایجاد نمی کنند. این آگاهی ها از آزمایش های عملی یک گروه که در سال ۱۹۸۴ کار کرده اند، ارائه شده است. همه باقی مانده خشک نمونه، نباید از ۱۵ گرم به ازای هر لیتر نمونه بیشتر باشد و هدایت الکتریکی نمونه، بهتر است پایین تر از ۲۰۰۰ میلی زیمنس در متر باشد.

جدول ۱ - یونهای مزاحم

یون	غلظت (میلی گرم در لیتر)	یون	غلظت (میلی گرم در لیتر)
سولفات	۱۰۰۰۰	آهن	۵۰۰
کلراید	۱۲۰۰۰	نیکل	۱۰۰
سدیم	۹۰۰۰	مس	۱۰۰

پتاسیم	۹۰۰۰	کبالت	۱۰۰
منیزیم	۲۰۰۰	آلومینیم	۱۰۰
کلسیم	۲۰۰۰	روی	۱۰۰

یادآوری - اثر مزاحمت های احتمالی از طریق آنالیز نمونه های افزوده شده با کروم و غلظت های مختلف مواد د مزاحم بالقوه از روش افزایش استاندارد قابل اندازه گیری است.

۴-۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:

- ۳-۸-۱ روش آزمون بکار گرفته شده، برابر استاندارد ملی ایران
- ۳-۸-۲ شناسایی کامل نمونه.
- ۳-۸-۳ برآمدهای حاصل از تجزیه، طبق بند ۳-۶ استاندارد ملی ایران
- ۳-۸-۴ دیگر آگاهی های مربوط به روش کار.
- ۳-۸-۵ تاریخ انجام آزمون.
- ۳-۸-۶ نام و نام خانوادگی و امضاء آزمایش کننده.

۳ اندازه گیری کروم به روش بیناب سنجی جذب اتمی با اتمساز برق گرمایی (ET-AAS)^{۱۶}

۳-۱ پایه های کار

اندازه گیری مستقیم کروم در نمونه اسیدی شده به روش بیناب سنجی جذب اتمی با اتمساز برق گرمایی، از طریق قرار دادن نمونه در لوله گرافیتی گرم شده با جریان برق و اندازه گیری جذب آن در طول موج ۳۵۷/۹ نانومتر، (در صورت نیاز، روش افزایش استاندارد مورد استفاده قرار می گیرد).

۳-۲ واکنشگرها

همه واکنشگرها باید برخوردار از نابی تجزیه ای باشند. آب به کاررفته، باید بدون یون و یا آب چکیده (تهیه شده از وسایل تمام شیشه) باشد. میزان کروم آب بکار رفته برای آزمون های شاهد و تهیه واکنشگرها و محلول های استاندارد، باید در مقایسه با کمترین مقادیر کروم موجود در نمونه ها، قابل چشم پوشی باشد.

۴-۲-۱ محلول استاندارد کروم با غلظت ۰/۵ میلی گرم در لیتر

1- Electrothermal atomization atomic absorption spectrometry.



۰/۰۱ ± ۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد کروم (طبق بند ۳-۲-۶-۲) را به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری بریزید و به آن ۱۰ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۲) افزوده و با آب به حجم برسانید. این محلول، دست کم برای مدت یک ماه پایدار است.

۳-۳ وسایل لازم

۱-۳-۴ بیناب سنج جذب اتمی، مجهز به اتم ساز برق گرمایی^{۱۷}، لامپ کاتد حفره ای کروم و وسیله مناسب برای تصحیح زمینه.

۲-۳-۴ لوله های اتمساز^۱

پیش از بهره گیری از آن، باید برابر دستورالعمل سازنده شرایط لازم در لوله های اتمساز وابسته به دستگاه، برقرار شده باشد. لوله ها^{۱۸} باید دارای پوشش پیرولیتیک باشند.

۳-۳-۴ تزریق کننده خودکار نمونه یا ریز سرنگ^{۱۹} با حجم مناسب. برای دقت های بالا استفاده از تزریق کننده خودکار، ضرورت دارد.

۴-۳ نمونه برداری و تهیه آزمون

همه روش های تعیین شده در بند ۳-۴ این استاندارد را، بدون بهره گیری از محلول لانتانیم کلرید دنبال نمائید.

یادآوری - از آنجایی که مقادیر بسیار کمی از کروم اندازه گیری خواهد شد، بنابراین باید برای جلوگیری از بروز هرگونه آلودگی در همه مراحل نمونه برداری و تجزیه، نکات احتیاطی لازم رعایت شود.

۵-۳ روش کار

۱-۵-۴ آزمون تهی

همزمان با آزمون نمونه، آزمون تهی را با جایگزینی آب با آزمون انجام دهید.

۲-۵-۴ تهیه محلول های کالیبراسیون

پیش از هر اندازه گیری، دست کم ۵ محلول کالیبراسیون را از محلول استاندارد کروم (طبق بند ۴-۲-)، به گونه ای تهیه نمایید، که گستره غلظت های مورد اندازه گیری را پوشش دهد. محلول تهی را طبق بند ۴-۵-۱، آماده کرده و برای صفر کردن دستگاه بکار برید. از آنجایی که گستره خطی نمودار کالیبراسیون به نوع

1- Atomizar tubes

۲- استفاده از لوله های دارای سکوی L,VOV مجاز است.

3- Micro syringe



دستگاه به کار رفته بستگی دارد، بنابراین لازم است پیش از استفاده از نمودار، گستره خطی آن بررسی شود. چنانچه انحرافی در خطی بودن بروز کرده باشد، بالاترین استاندارد کالیبراسیون را، بالاترین غلظت در قسمت خطی نمودار کالیبراسیون در نظر گرفته و متناسب با آن، گستره غلظت را تنظیم نمایید.

به عنوان مثال: برای اندازه گیری کرم در گستره غلظتی بین ۵ تا ۲۵ میکروگرم در لیتر ۱، ۲، ۳، ۴ و ۵ میلی لیتر محلول استاندارد کروم (طبق بند ۴-۲-۱) را به بالن های حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید و طبق بندهای ۳-۴-۲ و ۳-۴-۳، به ترتیب ۱۰ یا ۲ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۲)، به همه بالن ها افزوده و با آب به حجم رسانیده و بیامیزید.

غلظت کروم در این محلول ها، به ترتیب ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰، ۲۵ میکروگرم در لیتر خواهد بود. این محلول ها باید بلافاصله پیش از انجام آزمایش تهیه شود.

۳-۵-۴ کالیبراسیون و اندازه گیری

۱-۳-۵-۴ اندازه گیری مستقیم

برابر دستور کار سازنده، دستگاه را آماده نمایید. حجمی از محلول کالیبراسیون (طبق بند ۴-۵-۲) را درون لوله اتمساز^۱ (طبق بند ۴-۳-۲) قرار دهید. مقدار حجم باید برای گرفتن پاسخ رضایت بخش بسنده باشد (برای مثال: ۲۰ میکرو لیتر). سپس شرایط دستگاه را بهینه نمایید. با محلول تهی (طبق بند ۴-۵-۱) و محلول های کالیبراسیون (طبق بند ۴-۵-۲) را با استفاده از تزریق کننده خودکار یا سرنگ تزریق نموده، از طریق پهنه قله (یا ارتفاع قله) پاسخ دستگاه را اندازه گیری کرده و سپس نمودار کالیبراسیون را برابر روش مشروح در بند ۳-۵-۳، ترسیم کنید.

آزمونه (طبق بندهای ۳-۴-۲ یا ۳-۴-۳) را تزریق کرده و از طریق اندازه گیری پهنه قله (یا ارتفاع قله)، پاسخ را اندازه گیری نمایید.

هر اندازه گیری را دو بار تکرار کنید.

یادآوری ۱ - حجم مناسب آزمونه، بسته به دستگاه بکار رفته، بهتر است در گستره ۵ تا ۳۰ میکرو لیتر باشد و همان حجم برای آزمونه ها، محلول کالیبراسیون و تهی مورد استفاده قرار گیرد.

یادآوری ۲ - شماری از اصلاحگرهای بافت^۱، برای اندازه گیری توسط خود سازندگان و متناسب با نوع تجهیزات، سفارش می شوند.

1- Atomizer

1- Matrix Modifier



۴-۵-۳-۲ نحوه کار با استفاده از روش افزایش استاندارد

در صورت احتمال وجود مزاحمت های بافتی، بهتر است به روش زیر عمل شود:

به ۴ بالن حجمی ۱۰ میلی لیتری، ۵ میلی لیتر از نمونه پیش تیمار شده (طبق بند ۳-۴-۲ یا ۳-۴-۳) بریزید و ۰/۵ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۳-۲-۲) به آنها بیفزایید. با پی پت صفر، ۰/۱۰، ۰/۳۰، ۰/۶۰، میلی لیتر از محلول استاندارد کروم (طبق بند ۴-۲-۱) را به بالن ها بریزید و آنها را با آب به حجم رسانیده و بیامیزید. جذب هر محلول را طبق روش تعیین شده در بند ۴-۵-۳-۱، اندازه گیری کنید.

۳-۶ بیان برآمدها

۴-۶-۱ چنانچه روش بکار رفته برای اندازه گیری، روش مستقیم برابر آنچه که در بند ۴-۵-۳-۱ شرح داده شده است باشد، غلظت کروم را از نمودار کالیبراسیون و از روی پهنه (یا ارتفاع) قله نمونه و محلول تهی طبق بند ۳-۶، تعیین کنید.

۴-۶-۲ در صورت استفاده از روش افزایش استاندارد (طبق بند ۴-۵-۳-۲)، نموداری رسم کنید که مقادیر جذب در محور عمودی و غلظت های کروم در محور افقی باشند. از روی محل برخورد نمودار با محور افقی (عرض از مبدا)، غلظت کروم نمونه ها را محاسبه نمایید. مقدار جذب تهی و رقیق سازی نمونه در عمل پیش تیمار، نیز باید در محاسبه منظور شوند.

۴-۶-۳ داده های دقت این روش در جدول ب.۲ نوشته شده است.

۴-۷ مزاحمت ها

با تجزیه نمونه هایی که کروم و غلظت های متغیری از مواد بالقوه مزاحم به آنها افزوده شده است، اثر مواد مزاحم احتمالی را، اندازه گیری نمایید. به بند ۳-۷ این استاندارد مراجعه شود.

۴-۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:

۴-۸-۱ روش آزمون بکار گرفته شده، برابر استاندارد ملی ایران

۴-۸-۲ شناسایی کامل نمونه.

۴-۸-۳ برآمدهای تجزیه طبق بند ۴-۶ استاندارد ملی ایران

۴-۸-۴ همه آگاهی های مربوط به آزمون.

۴-۸-۵ تاریخ انجام آزمون.



نام و نام خانوادگی و امضاء آزمایش کننده. ۶-۸-۴

پیوست الف

روش پیش تیمار

(اطلاعاتی)

الف.۱. پیش تیمار نمونه های لجن و رسوبات

نمونه های لجن و رسوبات باید پس از نمونه برداری در همان بطری های اولیه (طبق بند ۳-۴-۱) در یخچال نگهداری شوند و یا برای تیمارهای بعدی، منجمد گردند. در صورت انجام آزمون بر روی مانده خشک نمونه، باید ترجیحا در حالت منجمد خشک گردد یا اینکه به مدت ۲۴ ساعت در دمای 2 ± 10.5 زینه سلسیوس، خشک و پس از آن همگن شود. یادآوری - نمونه های خشک شده ممکن است نم گیر^{۲۲} شده باشند. بنابراین، سفارش می شود پیش از آزمایش مجددا خشک شوند، بویژه چنانچه مدت نگهداری آن طولانی بوده باشد.

الف.۲. هضم

روش تعیین شده در زیر نیز می تواند به جای روش شرح داده شده در بند ۳-۴-۲ این استاندارد برای هضم نمونه ها بکار رود:

مقدار نمونه با دقت توزین شده را درون بالن هضم با گنجایش ۱۰۰ میلی لیتر بریزید (بطری باید بی رنگ بوده و از جنس مقاوم به گرما باشد).

بطری و کلاهک پیچی آن، باید کمینه فشار ۲۰۰ کیلو پاسکال را در دمای ۱۲۰ زینه سلسیوس تحمل نمایند. بیشترین مقدار مجاز نمونه، یک گرم برای نمونه های خشک شده و یا معادل آن برای نمونه های مرطوب می باشد. به بالن هضم، ۲۰ میلی لیتر اسید نیتریک (طبق بند ۳-۲-۱) اضافه کنید. و سپس آن را محکم ببندید و برای مدت ۳۰ دقیقه تا ۱۲۰ زینه سلسیوس (در فشار ۲۰۰ کیلو پاسکال در داخل اتوکلاو یا گرمخانه ریزموج) گرما دهید. آنگاه تا دمای اتاق خنک نمایید و محلول را به بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید و تا نشانه



با آب به حجم برسانید. پس از ته نشین شدن مواد حل ناشدنی، اندازه گیری را روی فاز مایع شفاف انجام دهید.

پیوست ب

داده های دقت

(اطلاعاتی)

ب.۱ داده های دقت برای بند ۳

جزئیات دقیق یک آزمون بین آزمایشگاهی روی این روش در جدول ب-۱ نشان داده شده است. این آزمون در سال ۱۹۸۵ انجام شده است.

جدول ب.۱ داده های دقت برای بند ۳

CV _R	S _R	CV _F	S _F	y	\bar{x}	x _s	n	L	نوع نمونه
۵/۵	۰/۷۹۸	۰/۶	۰/۰۸۴	۹۷/۵	۱۴/۶۴	۱۵/۰	۴۳	۱۱	محلول استاندارد
۱۰/۶	۰/۲۱۸	۲/۶	۰/۰۵۳	۱۰۳/۰	۲/۰۶	۲/۰	۵۶	۱۴	آب با غلظت افزوده شده

که در آن:

L عبارت است از، تعداد آزمایشگاه ها.

n عبارت است از، تعداد ارزشهای اندازه گیری شده (بدون احتساب نمونه های حذف شده).

x_s عبارت است از، غلظت نمونه ها به میلی گرم در لیتر.

\bar{X} عبارت است از، میانگین غلظت به میلی گرم در لیتر.

y عبارت است از، میزان بازیابی به درصد.

S_F عبارت است از، انحراف استاندارد تکرار پذیری به میلی گرم در لیتر.

CV_F عبارت است از، ضریب تغییرات تکرار پذیری به درصد.

S_R عبارت است از، انحراف استاندارد تجدید پذیری به میلی گرم در لیتر.

CV_R عبارت است از، ضریب تغییرات تجدید پذیری به درصد.

بقیه جدول ب.۱

یادآوری ۱ - برای تهیه محلول استاندارد از آب بدون یون مضاف شده با کروم استفاده شده است.

یادآوری ۲ - آب بکار رفته، فاضلاب تصفیه شده به روش زیست شناختی بوده، که به آن کروم افزوده شده است.
 یادآوری ۳ - روش هضم بکار رفته، روش شرح داده شده در بند ۳-۴-۲ این استاندارد بوده و وسیله بکار رفته بیناب سنج جذب اتمی با لامپ کاتد تو خالی بوده است.

ب. داده های دقت برای بند ۴

جزئیات دقیق یک آزمون بین آزمایشگاهی که در سال ۱۹۸۵ انجام شده است در جدول ب.۲ شرح داده شده است.

جدول ب.۲ داده های دقت برای بند ۴

CV _R	S _R	CV _F	S _F	y	\bar{x}	x _s	n	L	نوع نمونه
۱۴/۹	۳/۵۸۶	۲/۹۶	۰/۶۸۹	۹۶/۰۳	۲۳/۹۹	۲۵/۰	۷۱	۱۸	محلول استاندارد
۳۷/۰	۴/۰۴۵	۶/۲	۰/۶۹۰	۱۰۹/۴	۱۰/۹۴	۱۰/۰	۷۲	۱۸	آب با غلظت افزوده شده

که در آن:

- L** عبارت است از، تعداد آزمایشگاه ها.
 - n** عبارت است از، تعداد ارزشهای اندازه گیری شده (بدون احتساب نمونه های حذف شده).
 - x_s** عبارت است از، غلظت نمونه ها به میلی گرم در لیتر.
 - \bar{X} عبارت است از، میانگین غلظت به میلی گرم در لیتر.
 - y** عبارت است از، میزان بازیابی به درصد.
 - S_F** عبارت است از، انحراف استاندارد تکرار پذیری به میلی گرم در لیتر.
 - CV_F** عبارت است از، ضریب تغییرات تکرار پذیری به درصد.
 - S_R** عبارت است از، انحراف استاندارد تجدید پذیری به میلی گرم در لیتر.
 - CV_R** عبارت است از، ضریب تغییرات تجدید پذیری به درصد.
- یادآوری ۱ - برای تهیه محلول استاندارد، از آب بدون یون، مضاف شده با کروم استفاده شده است.
 یادآوری ۲ - آب مورد آزمون آب آشامیدنی، مضاف شده با کروم بوده است.
 یادآوری ۳ - در دستگاه بیناب سنج جذب اتمی از لامپ کاتدی تو خالی استفاده شده است.



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

_7046



**Water quality – Determination of chromium
– Atomic absorption spectrometric methods – Test
method _**

1st. Revision