



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

**ISIRI**

**8651**

1st . Edition



استاندارد ملی ایران

۸۶۵۱

چاپ اول

**کیفیت آب - تعیین آهن به روش اسپکترومتری با استفاده از  
۱، ۱۰ فنانترولین**

**Water quality - Determination of Iron -  
Spectrometric method using 1.10- Phenanthroline**

## « 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 عهده‌دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) می‌باشد.


تدوین استاندارد در رشته‌های مختلف توسط کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت می‌گیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت‌ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن‌آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش‌نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون‌های 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 می‌شود.


پیش‌نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می‌گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می‌شود 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 بین‌المللی 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 بین‌المللی استفاده می‌نماید.


مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.


همچنین به منظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی‌کنندگان سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره‌کنندگان 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 می‌نماید. ترویج سیستم بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می‌باشد.

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 ۰۲۱-۸۸۸۷۱۰۳ - ۸۸۸۷۰۸۰ 

بخش فروش - تلفن : ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ - دورنگار : ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ 

پیام نگار : [Standard @ isiri.or.ir](mailto:Standard@isiri.or.ir) 

بهاء : ۱۳۷۵ 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](mailto:Standard@isiri.or.ir)
-  **Price :** 1375 RLS

## کمیسیون استاندارد "کیفیت آب- تعیین آهن به روش اسپکترومتری با استفاده از ۱۰.۱ فنانترولین - روش آزمون"

### سمت یا نمایندگی

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

### رئیس

محبی نوذر، سیده لیلی

(فوق لیسانس شیمی آلی)

### اعضاء

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

اسماعیل پور، سوسن

(لیسانس شیمی)

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

اکبرزاده، غلامعلی

(لیسانس شیلات و محیط زیست)

دانشگاه آزاد اسلامی بندرعباس

رضوی، سید عبدالله

(فوق لیسانس زبان انگلیسی)

اداره کل محیط زیست هرمزگان

سلیمی زاده، مریم

(لیسانس خاک شناسی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان گیلان

صادقی پور شیجانی، معصومه

(فوق لیسانس محیط زیست)

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

مرتضوی، محمد صدیق

(دکترای شیمی تجزیه)

### دبیر

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

آقاجری، ناصر

(لیسانس تکنولوژی آبزیان)

## اعضای شرکت کننده در سیمد و نود و دومین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد

شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۸۴/۱۲/۹

رئیسمیر حبیبی، افتخار السادات  
(فوق لیسانس)سمت یا نمایندگی

هیئت علمی دانشگاه الزهرا

اعضاء

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

آقاجری، ناصر  
(لیسانس آبیان)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

اسماعیل پور، سوسن  
(لیسانس شیمی)

مرکز تحقیقات وزارت کار

بنی اعمام، مهرناز  
(لیسانس شیمی)

دانشگاه تربیت معلم

قلی پور، وانیک  
(دکتری)

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

محبی نودز، سیده لیلی  
(فوق لیسانس شیمی)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مهدوی، آذر  
(کمک کارشناس)دیبر

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فتحی رشتی، ام البنین  
(لیسانس شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	پیشگفتار
۱	۱- هدف
۱	۲- دامنه کاربرد
۱	۳- مراجع الزامی
۲	۴- اساس روش
۲	۵- مواد لازم
۴	۶- وسایل لازم
۵	۷- نمونه برداری و آماده سازی نمونه ها
۶	۸- روش اجرای آزمون
۹	۹- بیان نتایج
۹	۱۰- دقت
۹	۱۱- مزاحمت ها
۱۰	۱۲- گزارش آزمون
۱۱	پیوست الف - اطلاعاتی

**پیشگفتار**

استاندارد "کیفیت آب- تعیین آهن به روش اسپکترومتری با استفاده از ۱، ۱۰ فنانترولین - روش آزمون"، که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده و در سیصد و نود و دومین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی پلیمر مورخ ۱۳۸۴/۱۲/۹ مورد تایید 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 می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد 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 های سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای بین المللی و استانداردهای ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منبع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است :

*ISO 6332: 1988, Water quality – Determination of Iron –Spectrometric method using 1,10- phenanthroline.*

## کیفیت آب- تعیین آهن به روش اسپکترومتری با استفاده از ا، ۱۰ فنانترولین روش آزمون

### ۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین آهن در آب و پساب به روش اسپکترومتری با استفاده از ا، ۱۰ فنانترولین است.

### ۲ دامنه کاربرد

این روش برای اندازه‌گیری آهن با غلظت ۰/۰۱ تا ۵ میلی گرم در لیتر کاربرد دارد

**یادآوری** - این روش در غلظت های بیشتر از ۵ میلی گرم در لیتر آهن، چنانچه محلول با رقت‌های مناسب تهیه شود، کاربرد دارد.

دستورالعمل های ارایه شده ، در موارد زیر کاربرد دارد.

۱-۲	آهن کل (مجموع آهن مملول و غیر مملول)
۱-۱-۲	اندازه‌گیری مستقیم
۲-۱-۲	اندازه‌گیری بعد از تمزیه
۲-۲	کل آهن مملول (مجموع آهن ۲ و ۳ ظرفیتی مملول)
۳-۲	اندازه‌گیری آهن (II) مملول

### ۳ 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 می‌شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و یا تجدید نظر، اصلاحیه و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهدا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها 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:

۱-۳ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸: ۱۳۸۱ آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی ها و روش های آزمون

3-2 ISO 5667-1, Water quality –sampling – Part 1: Guidance on the design of sampling programmes.

## ۴ اساس روش

۱، ۱۰ فنانتروالین به آزمون اضافه می شود و کمپلکس قرمز نارنجی حاصل در طول موج ۵۱۰ نانومتر اندازه گیری می شود.

برای تعیین آهن کل یا آهن کل محلول، هیدروکسیل آمونیم کلراید افزوده می شود تا آهن (III) به آهن (II) احیاء شود، در صورت وجود آهن غیر محلول، اکسیدهای آهن یا کمپلکس های آهن، برای انحلال آن ها باید عملیات آماده سازی روی نمونه انجام شود. به بند (۸-۱-۲) رجوع کنید.

کمپلکس آهن (II) با ۱، ۱۰ فنانتروالین در محدوده pH ۲/۵ تا ۹ پایدار بوده و شدت رنگ متناسب با مقدار آهن (II) موجود در نمونه است.

رابطه بین جذب و غلظت، تا غلظت ۵/۰ میلی گرم در لیتر آهن، خطی است و بیشترین جذب در طول موج ۵۱۰ نانومتر رخ می دهد [ضریب جذب مولی  $10^3 \times 11$  لیتر بر (سانتی متر  $\times$  مول)]

## ۵ مواد لازم

فقط از مواد با خلوص تجزیه ای<sup>۱</sup> و آب با ویژگی های ذکر شده در استاندارد بند ۳-۱ استفاده کنید.

۱-۵ سولفوریک اسید با پگالی ۱/۸۴ گرم در میلی لیتر

۲-۵ مملول سولفوریک اسید با غلظت ۴/۵ مول در لیتر، (۱+۳)

به آرامی و همراه با هم زدن یک حجم از سولفوریک اسید (بند ۵-۱) را در حالی که محلول را سرد می کنید به ۳ حجم آب اضافه کنید.

۳-۵ نیتریک اسید غلیظ با پگالی ۱/۴۰ گرم در میلی لیتر

۴-۵ هیدروکلریک اسید غلیظ با پگالی ۱/۱۹ گرم در میلی لیتر

<sup>۱</sup> - Analytical grade

**۵-۵ مملول هیدروکلریک اسید تقریباً ۷/۷ مول در لیتر**

۴۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۵-۴) را به ۶۰ میلی لیتر آب اضافه کنید

**۶-۵ بافر استات**

۴۰ گرم آمونیم استات ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) و ۵۰ میلی لیتر استیک اسید گلاسیال ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) (  $d=1/06 \text{ g/ml}$ ) را در آب حل کنید و حجم نهایی محلول را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

**۷-۵ هیدروکسیل آمونیوم کلراید، مملول ۱۰۰ گرم در لیتر**

۱۰ گرم هیدروکسیل آمونیوم کلراید ( $\text{NH}_2\text{OH}, \text{HCl}$ ) را در آب حل کنید و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

این محلول تا یک هفته پایدار است.

**۸-۵ مملول ۱۰ فنانترولین**

۰/۵ گرم ۱، ۱۰ فنانترولین کلراید یک آبه ( $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{ClN}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) را در آب حل کنید و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

یا اینکه ۰/۴۲ گرم از ۱، ۱۰ فنانترولین یک آبه را در ۱۰۰ میلی لیتر آب حاوی دو قطره هیدروکلریک اسید (بند ۵-۵) حل کنید.

این محلول اگر در تاریکی نگهداری شود تا یک هفته پایدار است.

**۹-۵ پتاسیم پراکسودی سولفات ، مملول ۴۰ گرم در لیتر**

۴ گرم پتاسیم پراکسودی سولفات ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ) را در آب حل کنید و تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

این محلول در صورتی که در دمای اتاق و درون بطری شیشه‌ای تیره، نگهداری شود تا چند هفته

پایدار است.

**۱۰-۵ آهن، مملول ذخیره<sup>۱</sup> ، دارای ۰/۱۰ گرم در لیتر آهن**

۵۰/۰ میلی گرم سیم آهنی (با خلوص ۹۹/۹۹ درصد) را درون یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری وزن

کنید. ۲۰ میلی لیتر آب، ۵ میلی لیتر محلول هیدروکلریک اسید (بند ۵-۵) به آن اضافه کنید و به

<sup>۱</sup> - Stock

ملايمنت گرم كنيد تا سيم حل شود. سپس محلول را سرد كنيد و در يك بالن حجمي ۵۰۰ ميلي ليتري به حجم برسانيد. يك ميلي ليتراز اين محلول ۰/۱ ميلي گرم آهن دارد. در صورت نگهداري محلول در بطري شيشه‌اي و يا بطري پلاستيكي مقاوم تا حداقل يك ماه پايدار خواهد بود.

**يادآوری -** از محلول ذخيره تجارتي نيز مي توان استفاده كرد.

#### ۱۱-۵ آهن ، مملول استاندارد (شماره يك)، داراي ۲۰ ميلي گرم آهن در ليتر

با يك پي پت حبابدار ۵۰ ميلي ليتراز محلول آهن (بند ۵-۱۰) را درون بالن حجمي ۲۵۰ ميلي ليتري بريزيد و با آب به حجم برسانيد. اين محلول را تازه تهيه كنيد.

#### ۱۲-۵ آهن ، مملول استاندارد (شماره دو) ، داراي يك ميلي گرم آهن در ليتر

۵ ميلي ليتراز محلول استاندارد آهن شماره يك (بند ۵-۱۱) را به يك بالن حجمي ۱۰۰ ميلي ليتري منتقل كنيد و با آب به حجم برسانيد. اين محلول را تازه تهيه كنيد.

### ۶ وسایل لازم

**يادآوری -** كليشه ظروف شيشه‌اي از جمله ظرف نمونه بايد قبل از استفاده با هيدروكلريك اسيد (بند ۵-۵) شسته و با آب آبكشي شوند.

وسايل معمولي آزمايشگاهي و

#### ۱-۶ اسپكترومتر

مناسب براي اندازه گيري در طول موج ۵۱۰ نانومتر

## ۶-۲ سل ها

با حداقل طول مسیر عبور نور<sup>۱</sup> ۱۰ میلی متر و مناسب برای اندازه‌گیری محلول مورد آزمون

**یادآوری-** سل های با طول مسیر عبور نور بیش از ۱۰ میلی متر برای اندازه‌گیری آهن با غلظت‌های کمتر از ۰/۱ میلی گرم در لیتر ارجحیت دارند.

۶-۳ **صافی غشایی<sup>۲</sup>**، متوسط اندازه منافذ ۰/۴۵ میکرومتر

۶-۴ **بالن اکسیژن، (فلاسک وینکلر<sup>۳</sup>)** با گنجایش ۱۰۰ میلی لیتر

## ۷ نمونه برداری و آماده سازی نمونه ها

**یادآوری - هشدار** - احتیاط های لازم را هنگام اسیدی کردن نمونه‌ها به کار ببرید زیرا احتمال آزاد شدن گازهای سمی وجود دارد.

### ۱-۷ نمونه برداری

نمونه برداری را طبق استاندارد بند (۲-۳) و رعایت توصیه‌های ویژه برای آب مورد آزمایش انجام دهید.  
باید از ظروف مناسب مثل ظروف پلی اتیلنی استفاده شود.

### ۲-۷ آهن کل

نمونه را بلافاصله بعد از جمع آوری، اسیدی کنید تا pH به یک برسد. معمولاً یک میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ (بند ۵-۱) برای ۱۰۰ میلی لیتر نمونه کافی است. اگر لازم است، برای تنظیم pH از سولفوریک اسید رقیق (بند ۵-۲) استفاده کنید. در محاسبات نهایی میزان رقیق سازی را در نظر بگیرید.

<sup>1</sup> - Optical path length

<sup>2</sup> - Membrane filter

<sup>3</sup> - Winkler flask

### ۳-۷ کل آهن مملول

نمونه (بند ۱-۷) را بلافاصله بعد از نمونه برداری ، صاف کنید. نمونه صاف شده را اسیدی کنید تا pH به یک برسد (تقریباً برای هر ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه یک میلی لیتر سولفوریک اسید (بند ۱-۵) اضافه کنید).

### ۴-۷ آهن (II)

در بالن اکسیژن (بند ۶-۴) یک میلی لیتر سولفوریک اسید (بند ۱-۵) بریزید و آن را با آب مورد آزمایش پر کنید تا کاملاً هوای ظرف خالی شود. از مجاورت غیر ضروری نمونه با هوا جلوگیری کنید.

### ۸ روش اجرای آزمون

#### ۱-۸ آهن کل

#### ۱-۱-۸ اندازه گیری مستقیم

۵۰ میلی لیتر از نمونه اسیدی شده (بند ۲-۷) را به عنوان آزمون بردارید. در صورت وجود آهن غیر محلول، اکسیدهای آهن یا کمپلکسهای آهن، آزمون را به یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری (مناسب برای جوشاندن محلول) منتقل و عملیات آماده سازی را بشرح زیر (بند ۱-۱-۱-۸) انجام دهید.

#### ۱-۱-۱-۸ اکسایش

به آزمون (بند ۱-۸) ۵ میلی لیتر محلول پتاسیم پراکسودی سولفات (بند ۵-۹) افزوده و به آرامی حدود ۴۰ دقیقه بجوشانید، نگذارید که حجم محلول کمتر از ۲۰ میلی لیتر شود. پس از خنک کردن محلول آن را به یک بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب به حجم برسانید.

چنانچه محلول بعد از اکسایش و قبل از رقیق سازی کدر باشد بلافاصله آن را با صافی غشایی (بند ۶-۳) درون بالن حجمی صاف کنید. صافی را با مقدار کمی آب بشوید، حاصل شستشو را به بالن اضافه کنید و با آب به حجم برسانید.

#### ۲-۱-۱-۸ کاهش آهن (III) به آهن (II)

محلول بند (۱-۱-۱-۸) را به طور کامل به یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری انتقال دهید، سپس یک میلی لیتر هیدروکسیل آمونیوم کلراید (بند ۵-۷) به آن افزوده و به طور کامل هم بزنید. ۲ میلی

لیتر محلول بافر استات (بند ۵-۶) به آن اضافه کنید تا به pH ۳/۵ تا ۵/۵ برسد (pH مناسب ۴/۵ است).

**یادآوری -** مؤثرترین pH برای کاهش آهن (III) به آهن (II) در حدود یک است. به همین دلیل بهتر است محلول بافر در آخر، افزوده شود.

#### ۳-۱-۱-۸ تشکیل محلول رنگی

۲ میلی لیتر محلول ۱، ۱۰ فنانترویلین (بند ۵-۸) به محلول بند (۸-۱-۱-۲) اضافه کنید، محلول را به حجم ۱۰۰ میلی لیتر رسانده و آن را به مدت ۱۵ دقیقه در محل تاریک قرار دهید.

#### ۴-۱-۱-۸ اندازه گیری

جذب محلول مورد آزمون (بند ۸-۱-۱-۳) و محلول شاهد (بند ۸-۱-۱-۴) را به وسیله اسپکترومتر (بند ۶-۱) در طول موج ۵۱۰ نانومتر، با استفاده از آب در سل مرجع، اندازه گیری کنید.

#### ۲-۱-۸ اندازه گیری آهن کل بعد از تجزیه

۵۰ میلی لیتر از نمونه اسیدی شده (بند ۷-۲) را درون یک بشر ۱۰۰ میلی لیتری بریزید، ۵ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۵-۳) و ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (بند ۵-۴) به آن اضافه کنید و برای انحلال کامل تا دمای ۷۰ تا ۸۰ درجه سلسیوس گرم کنید. بعد از حدود ۳۰ دقیقه، ۲ میلی لیتر سولفوریک اسید (بند ۵-۱) به محلول اضافه کنید و تا ظاهر شدن دود سفید رنگ سولفورتری اکسید (S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) آن را تبخیر کنید، نگذارید خشک شود. پس از خنک کردن تا دمای اتاق، ۲۰ میلی آب به آن بیافزایید. محلول را به یک بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب به حجم برسانید. کار را طبق روش بند ۸-۱-۱-۲ تا ۸-۱-۱-۴ ادامه دهید.

#### ۲-۸ اندازه گیری آهن محلول

۵۰ میلی لیتر از نمونه (بند ۷-۳) را به عنوان آزمون به یک بشر ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید کار را طبق روش بند ۸-۱-۱-۲ تا ۸-۱-۱-۴ ادامه دهید.

**۳-۸ اندازه‌گیری آهن (II)**

۵۰ میلی لیتر از نمونه (بند ۷-۴) را به عنوان آزمون بردارید و به بشر ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید.

ادامه روش کار مانند بند ۸-۱-۱-۲ است با این تفاوت که نباید هیدروکسیل آمونیوم کلراید به آن اضافه کرد. سپس روش شرح داده شده در بند ۸-۱-۱-۳ تا ۸-۱-۱-۴ را بکار برید. تا حد امکان از مجاورت با هوا جلوگیری کنید.

**۴-۸ تهیه محلول شاهد**

با استفاده از همان روشی که برای نمونه مورد آزمون بکار بردید، محلول شاهد را آماده کنید ولی به جای ۵۰ میلی لیتر آزمون از ۵۰ میلی لیتر آب استفاده کنید.

**۵-۸ کالیبراسیون****۱-۵-۸ تهیه محلولهای استاندارد**

یک سری محلول استاندارد آهن در محدوده غلظتی مناسب آماده کنید، به طوری که غلظت مورد انتظار نمونه مورد آزمون را در بر گیرد. برای این کار حجم‌های مناسب و معین از محلولهای استاندارد (بند ۵-۱۱) و (بند ۵-۱۲) را به دقت به یک سری بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید. ۰/۵ میلی لیتر سولفوریک اسید رقیق (بند ۵-۲) به هر یک از بالن‌ها بیافزایید و سپس آنها را با آب به حجم برسانید.

کلیه عملیاتی را که بر روی نمونه مورد آزمون انجام دادید، بر روی محلول‌های استاندارد نیز انجام دهید. روش مناسب را با توجه به نوع آهنی که می‌خواهید اندازه‌گیری کنید (بند ۸-۱ تا ۸-۳) به کار برید.

**۲-۵-۸ رسم منحنی کالیبراسیون**

برای هر سری از محلول‌های استاندارد، منحنی کالیبراسیون برحسب غلظت آهن (میلی گرم در لیتر) و میزان جذب معادل آن رسم کنید. برای هر نوع آهن و برای فتومترها و سل‌های با طول مسیر عبور نور<sup>۱</sup> متفاوت، یک منحنی کالیبراسیون جداگانه نیاز است.

<sup>۱</sup> - Optical path length of cell

**۳-۵-۸ فواصل کالیبراسیون**

کالیبراسیون را در فواصل معین و بخصوص هر بار که از مواد جدیدی استفاده می شود ، کنترل کنید.

**۹ بیان نتایج****۱-۹ مناسبه**

غلظت مربوط به جذب محلول نمونه و شاهد را با استفاده از منحنی کالیبراسیون (بند ۸-۵-۲) به دست آورید.

پس از کم کردن غلظت شاهد از نمونه، مقدار آهن نمونه را بر حسب میلی گرم در لیتر بدست آورید.

**یادآوری-** حجم سولفوریک اسید اضافه شده به نمونه ، باید در محاسبه منظور شود.

**۲-۹ گزارش نتایج**

نتایج را با مشخص کردن نوع آهن اندازه گیری شده، به صورت زیر گزارش کنید.

**۱-۲-۹** برای غلظت آهن در محدوده ۰/۱۰ تا ۰/۱۰۰ میلی گرم در لیتر ، با دقت ۰/۰۰۱ میلی گرم در لیتر

**۲-۲-۹** برای غلظت آهن در محدوده بیشتر از ۰/۱۰۰ تا ۱۰ میلی گرم در لیتر، با دقت ۰/۰۱ میلی گرم در لیتر

**۳-۲-۹** برای غلظت آهن بیشتر از ۱۰ میلی گرم در لیتر ، با دقت ۰/۱ میلی گرم در لیتر

مثال : غلظت آهن ۰/۰۲ میلی گرم در لیتر، به صورت ۰/۰۲۰ گزارش می شود.

**۱۰ دقت**

مقادیر بدست آمده از یک سری آزمون بین آزمایشگاهی ، در جدول پیوست الف آورده شده است.

**۱۱ مزاحمت**

در روش تعیین میزان آهن با استفاده از ۱، ۱۰ فنانترولین ، در مقایسه با سایر روش هایی که از

دیگر معرف ها استفاده می شود مزاحمت ها کمتر هستند.



مس، کبالت، کروم و روی اگر دارای غلظت ۱۰ برابر غلظت آهن باشند مزاحم هستند، نیکل در غلظت‌های بیش از ۲ میلی‌گرم در لیتر مزاحمت ایجاد می‌کند. اثر این مزاحمت‌ها با تنظیم pH بین ۳/۵ تا ۵/۵ از بین می‌رود.

بیسموت، نقره و جیوه در غلظت‌های بیش از یک میلی‌گرم در لیتر و کادمیم در غلظت‌های بیش از ۵۰ میلی‌گرم در لیتر مزاحمت ایجاد می‌کنند. سیانیدها هم ایجاد مزاحمت می‌کنند اما معمولاً با اسیدی کردن نمونه رفع می‌شود مگر اینکه سیانید به شکل بعضی از کمپلکس‌ها باشد که در این صورت انجام بند (۸-۱-۲) توصیه می‌شود.

**یادآوری- هشدار-** اسیدی کردن نمونه‌های شامل سیانید یا سولفید باید با دقت انجام شود زیرا باعث تشکیل بخارات بسیار سمی می‌شود. اسیدی کردن نمونه‌ها، همچنین پیروفسفات‌ها و پلی فسفات‌ها را به اورتوفسفات‌ها تبدیل می‌کند که  $PO_4^{3-}$  حتی تا غلظت‌های ۱۰ برابر غلظت آهن هم مزاحمت ایجاد نمی‌کند و در غلظت‌های بیش از این مقدار تجزیه طبق بند ۸-۱-۲ توصیه می‌شود.

## ۱۲ گزارش آزمون

آزمون باید شامل موارد زیر باشد:

- ۱-۱۲ اشاره به شماره این استاندارد ملی که آزمون طبق آن انجام شده
- ۲-۱۲ مشخصات نمونه
- ۳-۱۲ نتایج و روش بیان آنها
- ۴-۱۲ روش رفع مزاحمت‌ها
- ۵-۱۲ هر مورد غیر عادی در مین اندازه‌گیری
- ۶-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده، یا اختیاری در نظر گرفته شده است.

پیوست (الف)

اطلاعاتی

نتایج یک سری آزمون بین آزمایشگاهی

جدول ۱- داده‌های آماری برای تجدید پذیری روش

غلظت آهن mg/l	آزمایشگاه	طول مسیر عبور نور <sup>۱</sup> (mm)	مقدار میانگین ۳۰ نتیجه ( $\frac{mg}{l}$ )	انحراف استاندارد (mg/l)
۰/۰۱۰	۱	۱۰۰	۰/۰۱۰	۰/۰۰۲
	۲	—	۰/۰۱۰	۰
	۳	۵۰	۰/۰۱۰	۰/۰۰۱
	۴	۱۰	۰/۰۱۰	۰/۰۱۱
	۵	—	۰/۰۱۰	۰/۰۰۰
۰/۰۴۰	۵	—	۰/۰۴۱	۰/۰۰۲
۰/۰۵۰	۱	۱۰۰	۰/۰۴۶	۰/۰۰۵
	۲	—	۰/۰۴۸	۰/۰۰۴
	۳	—	۰/۰۴۵	۰/۰۰۴
	۴	۱۰	۰/۰۴۸	۰/۰۱۱
۰/۱۰۰	۱	۵۰	۰/۱۰۴	۰/۰۱۵
	۲	—	۰/۱۰۲	۰/۰۰۴
	۳	—	۰/۰۹۶	۰/۰۰۶
	۴	۱۰	۰/۱۰۱	۰/۰۱۴
	۵	—	۰/۰۹۹	۰/۰۰۶
۰/۵۰۰	۱	۵۰	۰/۴۸	۰/۰۲۵
	۲	—	۰/۵۰۰	۰/۰۱۲
	۳	—	۰/۴۹۴	۰/۰۰۵
	۴	۱۰	۰/۴۹۸	۰/۰۱۶
۱/۰۰۰	۱	۱۰	۰/۹۷	۰/۰۵
	۲	—	۱/۰۰۳	۰/۰۰۸
	۳	—	۱/۰۰۹	۰/۰۰۶
	۴	۱۰	۱/۰۰۴	۰/۰۱۹
	۵	—	۱/۰۱۸	۰/۰۰۴
۲/۰۰۰	۱	۱۰	۲/۰۵	۰/۰۷
	۳	—	۲/۰۶	۰/۰۰۸
	۴	۱۰	۱/۹۹۴	۰/۰۱۷
۴/۰۰۰	۱	۱۰	۴/۰۲	۰/۰۸
	۳	—	۳/۹۸۹	۰/۰۱۳
	۴	۱۰	۳/۹۶۸	۰/۰۳۳
	۵	—	۴/۰۰۳	۰/۰۱۹
۵/۰۰۰	۱	۱۰	۵/۰۱	۰/۰۷
	۵	—	۵/۰۳۲	۰/۰۱۵

۱- در مواردی که طول مسیر عبور نور توسط آزمایشگاه تعیین نشده، در جدول برای آن مقداری داده نشده است

