



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۲۸۳۲



سولفات سدیم بدون آب نوع صنعتی

ویژگی ها و روش های 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 استانداردهای 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 "سولفات سدیم بدون آب نوع صنعتی - ویژگیها و روش های

### آزمون - تجدیدنظر"

رئیس	سمت یا نمایندگی
میر حبیبی ، افتخار السادات(فوق لیسانس شیمی)	عضو هیأت علمی دانشگاه الزهرا
اعضاء	
احمدی ، رحیم(دیپلم)	شرکت سولفاتیک
اشرفیان ، سهیلا(لیسانس شیمی)	شرکت چوکا
پیراسته ، ویدا(لیسانس شیمی)	شرکت شیمیایی مهد تابان
پرویز ، رزا(لیسانس شیمی)	شرکت معدنی املاح ایران
تیمورنیا ، عبدالله پیمان(لیسانس شیمی)	شرکت سولفاتیک
حسینی ، سید فرزین(لیسانس شیمی)	شرکت شیمیایی مهد تابان
سعادتجو ، نقی (دکتری شیمی)	شرکت پاکسان
قاسم زاده ، محمد مهدی(فوق لیسانس مهندسی شیمی)	شرکت معدنی املاح ایران
قاسملو ، نیکپوی(لیسانس مهندسی شیمی)	شرکت بین المللی محصولات پارس
کاسه گری ، حسین(دکتری شیمی)	شرکت پاکسان
کریمخانی ، مهرناز(فوق لیسانس شیمی)	شرکت ایران فلوت
محمودیان ، امیر(لیسانس شیمی)	شرکت پاکسان

شرکت پاکسان	معایر حقیقی فرد ، سودابه (لیسانس شیمی)
شرکت معدنی املاح ایران	نعمتی ، فرشیده (فوق لیسانس شیمی)
	<u>دبیر</u>
عضو هیأت علمی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران	سالاروند ، زهره (فوق لیسانس شیمی)

صفحه	فهرست مندرجات	پیشگفتار
ب		
۱	هدف و دامنه کاربرد	۱
۱	مراجع الزامی	۲
۲	اصطلاحات و تعاریف	۳
۳	ویژگی ها	۴
۴	نمونه برداری	۵
۴	روش های آزمون	۶
۴	مواد شیمیایی	۱-۶
۴	خلوص برحسب $\text{Na}_2\text{SO}_4$	۲-۶
۴	اندازه گیری سولفات به روش وزنی	۱-۲-۶
۸	اندازه گیری سولفات به روش تیتراسیون	۲-۲-۶
۱۰	اندازه گیری اسیدی یا قلیایی	۳-۶
۱۲	اندازه گیری مواد نامحلول در آب	۴-۶
۱۳	اندازه گیری کلریدها برحسب $\text{NaCl}$	۵-۶
۱۴	اندازه گیری آهن	۶-۶
۱۴	اندازه گیری آهن به روش اسپکتروفتومتری با ۱ و ۱۰ فنانترولین	۱-۶-۶
۱۹	اندازه گیری آهن به روش اسپکتروفتومتری با اسید تیوگلیکولیک	۲-۶-۶
۲۳	اندازه گیری مجموع کلسیم و منیزیم	۷-۶
۲۵	اندازه گیری pH	۸-۶
۲۵	اندازه گیری مواد فرار در دمای ۱۱۰ درجه سلسیوس	۹-۶

۲۷	دانه بندی	۱۰-۶
۲۷	درجه سفیدی	۱۱-۶
۲۸	بسته بندی و نشانه گذاری	۷
۲۹	پیوست الف	

## پیش گفتار

استاندارد "سولفات سدیم بدون آب نوع صنعتی - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون" نخستین بار در سال ۱۳۶۸ تهیه شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در سید و پانزدهمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی مورخ ۸۳/۵/۱۸ تصویب شد. اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد.

در تهیه و تجدیدنظر 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.

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

۱ استاندارد ملی ایران به شماره ۲۸۳۲ : ۱۳۶۸ - ویژگیها و روشهای آزمون سولفات سدیم بدون

آب نوع صنعتی

2 ISO - 3234 : 1975 - Sodium sulphate for industrial use - Determination of loss in mass at 110 °C

- 3 ISO – 3237 : 1975 – Sodium sulphate for industrial use – Determination of sulphates content – Calculation methods and barium – Sulphate gravimetric method
- 4 ISO – 3239 : 1975 – Sodium sulphate for industrial use – Determination of iron content – 1,10 – Phenanthroline photometric method
- 5 ISO – 3240 : 1975 – Sodium sulphate for industrial use – Determination of acidity or : ب y
- 6 ISO – 3241 : 1975 – Sodium sulphate for industrial use – Measurement of pH potentiometric method
- 7 ISO – 5142: 1975 – Sodium sulphate for industrial use – Determination of sodium sulphate content – Gravimetric method
- 8 IS 255 : 1967 – Specification for sodium sulphate , anhydrous (first revision)

## **سولفات سدیم بدون آب نوع صنعتی - ویژگیها و روش های آزمون**

### **۱ هدف و دامنه کاربرد**

هدف از تدوین این استاندارد تعیین ویژگی ها ، روش های آزمون، نمونه برداری و بسته بندی سولفات سدیم بدون آب نوع صنعتی است. سولفات سدیم بدون آب در صنایع مختلف از جمله پودرهای شوینده، کاغذ سازی، شیشه سازی ، نساجی و بعنوان رقیق کننده مواد رنگی (رنگینه یار) کاربرد دارد.

### **۲ مراجع الزامی**

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است . به این ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و

یا تجدید نظر، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست . معهدا 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 :

۱-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۵۹۹ : ۱۳۵۶ - روش ازمون الک کردن

۲-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸ : ۱۳۸۱ - آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگیها و روشهای آزمون

۳-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۲۳۰۵ : ۱۳۶۸ - روشهای نمونه گیری تصادفی و چگونگی استفاده از جداول اعداد تصادفی

2-4 ASTM E 313 : 2000 – Standard practice for calculating yellowness and whiteness indices from instrumentally measured color coordinates .

2-5 ASTM E 1345 : 1998 – Standard practice for reducing the effect of variability of color measurement by use of multiple measurements .

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و / یا واژه ها با تعاریف زیر بکار می رود.

#### ۱-۳ نمونه برداری<sup>۱</sup>

روشی است که برطبق آن از یک جامعه یا بهر ارایه شده برای بازرسی ، بخش ( جزء ) یا بخشهای کوچکی انتخاب می شود تا براساس مقایسه نتایج حاصل از اندازه گیری یا آزمایش اجزاء تشکیل دهنده آنها ، در مورد کل جامعه یا بهر بتوان قضاوت کرد .

### ۲-۳ نمونه

به مقداری از مواد که از یک جامعه یا بهر انتخاب شود و معرف جامعه و یا بهر باشد، نمونه گویند.

### ۳-۳ حجم نمونه<sup>۱</sup>

مقدار مواد تشکیل دهنده یک نمونه را حجم نمونه گویند و با حرف n نشان می دهند.

### ۴-۳ بهر<sup>۲</sup>

مجموعه ای از مواد یا محصولاتی را که تحت شرایط تولیدی نسبتا یکسان و در یک مرحله یا نوبت و در مدت زمان معین تولید شده‌اند، بهر گویند.

### ۵-۳ حجم بهر<sup>۳</sup>

مقدار مواد و یا تعداد اجزاء تشکیل دهنده بهر را حجم بهر گویند و با حرف N نشان می‌دهند

## ۴ ویژگیها

سولفات سدیم بدون آب، ترکیبی است با فرمول شیمیایی  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  که نوع صنعتی آن بصورت پودر سفید رنگ است و باید دارای قابلیت ریزش آزاد (روانروی<sup>۴</sup>) و عاری از ناخالصی‌های قابل رویت باشد و ویژگیهای آن باید مطابق با مشخصات مندرج در جدول شماره یک باشد.

### جدول شماره یک - ویژگیهای سولفات سدیم صنعتی

ردیف	مشخصات	مدودقابل قبول	روش آزمون
۱	خلوص برحسب $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ؛ درصد جرمی (حداقل)	۹۹	۲-۶
۲	اسیدی برحسب ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) و یا قلیایی برحسب $\text{Na}_2\text{CO}_3$ درصد جرمی (حداکثر)	۰/۰۱	۳-۶

2- Sample size

3- Lot

4- Lot size

1- Free flowability



۴-۶	۰/۱	مواد نامحلول در آب ؛ درصد جرمی (حداکثر)	۳
۵-۶	۰/۳	کلرید ها برحسب NaCl ؛ درصد جرمی (حداکثر)	۴
۶-۶	۵۰	آهن (Fe) ؛ میلی گرم برکیلوگرم (حداکثر)	۵
۷-۶	۰/۱۵	مجموع کلسیم و منیزیم برحسب CaCO <sub>3</sub> ؛ درصد جرمی (حداکثر)	۶
۸-۶	۵-۸	pH محلول ۵ درصد آبی	۷
۹-۶	۰/۲۵	رطوبت در 110 °C ؛ درصد جرمی (حداکثر)	۸
۱۰-۶	مورد توافق طرفین	دانه بندی	۹
۱۱-۶	مورد توافق طرفین	درجه سفیدی	۱۰

## ۵ نمونه برداری

برای تهیه نمونه مورد نیاز برای انجام آزمونها طبق بند ۶ و مطابقت آن با جدول شماره یک این استاندارد ، از روش نمونه برداری در پیوست الف استفاده کنید .

## ۶ روش های آزمون

### ۱-۶ مواد شیمیایی

۱-۱-۶ در کلیه آزمون ها باید از مواد شیمیایی با خلوص تجزیه ای استفاده شود .

۲-۱-۶ در کلیه روش های آزمون باید از آب مطابق با استاندارد بند ۲-۲ استفاده شود.

### ۲-۶ خلوص برمساب Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

در این استاندارد برای تعیین خلوص سولفات سدیم مقدار سولفات کل در نمونه به روش وزنی یا حجمی اندازه گیری می شود سپس برحسب سولفات سدیم محاسبه می گردد و باید توجه شود که روش وزنی روش مرجع محسوب می گردد .

## ۶-۲-۱ اندازه گیری سولفات به روش وزنی

### ۶-۲-۱-۱ اساس روش

در این روش سولفات موجود در نمونه توسط یون باریم (محلول کلرید باریم) به رسوب سولفات باریم تبدیل می شود پس از صاف کردن و خشک کردن، رسوب حاصل توزین و مقدار سولفات برحسب سولفات سدیم گزارش می شود.

مقدار خطا در این روش علاوه بر دقت توزین به مقدار زیادی به میزان رسوب سولفات باریم ( $BaSO_4$ ) تشکیل شده و حلالیت آن بستگی دارد. جرم تجزیه ای سولفات باریم حداقل ۵۰ میلی گرم تا حداکثر ۸۰۰ میلی گرم می باشد بنابراین با توجه به درصد خلوص سولفات در نمونه، باید از مقدار مناسب نمونه جهت آزمون استفاده شود. حلالیت رسوب سولفات باریم در دمای محیط تقریباً ۳ میلی گرم در لیتر می باشد و این مقدار در محدوده pH کمتر از یک (بین صفر تا یک) به شدت افزایش می یابد (تا حدود ۱۰ میلی گرم در لیتر)، به همین دلیل هنگام رسوب گیری به هیچ عنوان نباید pH محلول کمتر از یک باشد و علاوه بر این با این کار از تشکیل رسوب سولفیت، فسفات، کربنات و کرومات نیز جلوگیری بعمل می آید.

### ۶-۲-۱-۲ مواد لازم

#### ۶-۲-۱-۲-۱ مملول اسید هیدروکلریک - ۱ : ۱

یک حجم اسید هیدروکلریک غلیظ با چگالی ۱/۹ گرم بر میلی لیتر را با یک حجم آب مخلوط کنید.

#### ۶-۲-۱-۲-۲ مملول کلرید باریم - ده درصد وزنی / مهمی

۱۰ گرم کلرید باریم دو آبه ( $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ ) را در آب حل کرده و سپس حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

#### ۶-۲-۱-۲-۳ اسید سولفوریک غلیظ با چگالی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر

#### ۶-۲-۱-۲-۴ مملول هیدروکسید سدیم - تقریباً ۲ نرمال

۰/۸ گرم هیدروکسید سدیم را در کمی آب حل کنید سپس حجم آن را با آب به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

#### ۵-۲-۱-۲-۶ مملول نیترات نقره - ۵ گرم در لیتر

۰/۵ گرم نیترات نقره را در کمی آب حل کنید ۱۰ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ (چگالی ۱/۴۰ گرم بر میلی لیتر) اضافه کنید و حجم آن را با آب به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید .

#### ۶-۲-۱-۲-۶ مملول شناساگر متیل اورانژ

۰/۵ گرم شناساگر متیل اورانژ را در محلول ۲۰ درصد حجمی / حجمی اتانل و آب حل کنید و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید .

#### ۳-۱-۲-۶ وسایل لازم

وسایل معمول آزمایشگاهی و

#### ۱-۳-۱-۲-۶ آون قابل کنترل در دمای $110 \pm 2$ درجه سلسیوس

#### ۲-۳-۱-۲-۶ کوره قابل کنترل در دمای $850 \pm 50$ درجه سلسیوس

#### ۳-۳-۱-۲-۶ کاغذ صافی باند قرمز

#### ۱۴-۳-۱-۲-۶ کاغذ صافی بدون فاکستر با اندازه روزه بین ۴ / ۰ تا یک میکرو متر ( باند آبی)

#### ۵-۳-۱-۲-۶ بوته پلاتینی یا چینی

#### ۱۴-۱-۲-۶ روش آزمون

#### ۱-۱۴-۱-۲-۶ تهیه مملول آزمون

حدود ۱۰ گرم نمونه مجزا (الف-۳-۳) را با دقت ۰/۰۱ / ۰ گرم توزین و در یک بشر ۶۰۰ میلی لیتری در ۳۵۰ میلی لیتر آب حل کنید .

سه قطره محلول شناساگر متیل اورانژ (۶-۲-۱-۲-۶) بیافزایید . اگر رنگ محلول قرمز شد، قطره قطره

محلول هیدروکسید سدیم (۴-۲-۱-۲-۶) افزوده تا رنگ محلول زرد شود . سپس قطره قطره محلول

اسید هیدروکلریک (۱-۲-۱-۲-۶) بیافزایید تا رنگ محلول قرمز شود محلول را به مدت ۱۰ دقیقه

بجوشانید و به مدت ۳۰ دقیقه روی حمام آب قرار دهید. پس از خنک کردن تا دمای ۲۰ درجه

سلسیوس آنرا بطور کمی به یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و به حجم برسانید . در

صورت مشاهده ذرات معلق و یا کدورت در محلول ، آن را به کمک کاغذ صافی خشک (۳-۳-۱-۲-۶) صاف کنید، قسمت اول صاف شده (حدود ۵۰ میلی لیتر) را دور بریزید . محلول را در یک ظرف تمیز و خشک جمع آوری و نگهداری کنید .

#### **۲-۴-۱-۲-۶ روش اندازه گیری**

۲۵/۰ میلی لیتر از محلول آزمون (۱-۴-۱-۲-۶) را به یک بشر ۴۰۰ میلی لیتری منتقل کنید حجم آن را با آب به حدود ۲۰۰ میلی لیتر برسانید . pH محلول را با اسید هیدروکلریک در حدود ۲ تنظیم کنید و حرارت دهید تا بجوش آید . در حالیکه محلول را هم می زنید قطره قطره و به آرامی ۱۵ میلی لیتر محلول کلرید باریم گرم اضافه کنید محلول را در حال بهم زدن برای چند دقیقه بجوشانید. روی بشر را با شیشه ساعت بپوشانید و حداقل به مدت ۴ ساعت روی حمام آب در دمای حدود ۶۰ درجه سلسیوس و یا برای مدت ۱۲ ساعت در دمای اتاق نگهدارید . رسوب حاصل را با کاغذ صافی (۴-۳-۱-۲-۶) صاف کنید و روی صافی را با آب داغ شستشو دهید . عمل شستشو را تا حذف کامل یون کلرید ادامه دهید. برای کنترل حضور یون کلرید مقدار کمی از محلول صاف شده را در یک شیشه ساعت جمع کنید. چند قطره محلول نیترات نقره به آن بیافزایید . اگر پس از ۵ دقیقه محلول بدلیل عدم تشکیل رسوب کلرید نقره کدر نشد و شفاف باقی ماند ، عمل شستشو را خاتمه دهید . کاغذ صافی همراه رسوب را بدقت به یک بوته چینی یا پلاتینی که قبلا در دمای  $850 \pm 50$  درجه سلسیوس به وزن ثابت رسیده و وزن شده است ، منتقل کنید. بوته همراه کاغذ صافی را به آرامی حرارت دهید تا کاغذ صافی خشک شود و بدون شعله‌ور شدن بسوزد سپس آن را به مدت یک ساعت در کوره در دمای  $850 \pm 50$  درجه سلسیوس قرار دهید. بوته را از کوره خارج و درون دسیکاتور خنک و سپس با دقت ۰ / ۱ میلی گرم وزن کنید.

**یادآوری -** رسوب حاصل باید کاملا سفید باشد و اگر رنگ آن تیره و خاکستری بود نشانه وجود کربن (دوده) است. بنابراین قبل از توزین رسوب ، آن را باید با چند قطره اسید سولفوریک غلیظ مرطوب کنید

و دوباره برای مدت ۱۵ دقیقه در کوره در دمای  $150 \pm 50$  درجه سلسیوس قرار دهید پس از خنک کردن درون دسیکاتور، آن را وزن کنید.

#### ۵-۱-۲-۶ محاسبه

مقدار سولفات در نمونه معجزا را برحسب سولفات سدیم طبق معادله (۱) محاسبه کنید.

$$\text{درصد جرمی سولفات برحسب } (\text{Na}_2\text{SO}_4) = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 1217, \quad (1)$$

$m_1$  = جرم نمونه برحسب گرم

$m_2$  = جرم بوته خالی برحسب گرم

$m_3$  = جرم بوته همراه رسوب برحسب گرم

#### ۶-۱-۲-۶ ارزیابی انطباق

برای محاسبه مقدار سولفات در نمونه و ارزیابی انطباق آن با جدول ویژگی‌ها (شماره یک) مطابق بند الف-۵-۱ عمل کنید.

#### ۲-۲-۶ اندازه گیری سولفات به روش تیتراسیون

#### ۱-۲-۲-۶ اساس روش

دراین روش مقدار کل یون سولفات در نمونه از طریق تیتراسیون با محلول استاندارد کلرید باریم در حضور شناساگر آلیزارین رداس تعیین و برحسب درصد جرمی سولفات سدیم محاسبه می‌شود.

#### ۲-۲-۲-۶ مواد لازم

#### ۱-۲-۲-۲-۶ شناساگر آلیزارین رد - اس $[\text{Cl}_4\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_7\text{S}]$

۰/۵ گرم شناساگر آلیزارین رد - اس را با ۹۹/۵ گرم کلرید سدیم به خوبی مخلوط کنید.

#### ۲-۲-۲-۲-۶ مملول بافر - ۴ - ۵ / ۳ pH

۲۷/۲ گرم استات سدیم سه آبه ( $\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) را در حدود ۵۰۰ میلی لیتر آب حل کرده به یک بالن یک لیتری منتقل کنید. ۲۰۰ میلی لیتر اسید استیک غلیظ به آن بیافزایید سپس آن را با آب به حجم برسانید .

**۳-۲-۲-۲-۶ مملول استاندارد اسید سولفوریک ۰/۱ مول بر لیتر**

**۴-۲-۲-۲-۶ متانول**

**۵-۲-۲-۲-۶ مملول هیدروکسید سدیم تقریباً ۱ / ۰ مول بر لیتر**

۰/۴ گرم هیدروکسید سدیم را در کمی آب حل کنید و حجم آن را با آب به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

**۶-۲-۲-۲-۶ مملول استاندارد کلرید باریم - ۱ / ۰ مول بر لیتر**

۲۱۴ / ۱۲ گرم کلرید باریم دو آبه ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) را توزین و در ۱۰۰ میلی لیتر آب حل کنید . آن را به یک بالن ۵۰۰ میلی لیتری منتقل و با آب به حجم برسانید. ۵/۰ میلی لیتر محلول استاندارد اسید سولفوریک (۳-۲-۲-۲-۶) را به یک ارلن منتقل کنید ده میلی لیتر محلول هیدروکسید سدیم (۵-۲-۲-۲-۶) ، ۵ میلی لیتر متانول (۴-۲-۲-۲-۶) و ۵ میلی لیتر محلول بافر (۲-۲-۲-۲-۶) و به اندازه سر اسپاتول شناساگر آلزارین (۱-۲-۲-۲-۶) اضافه کنید و با محلول کلرید باریم تهیه شده تا تغییر رنگ زرد به قرمز کم رنگ تیترا کنید . حجم کلرید باریم مصرف شده را یادداشت کنید و طبق معادله (۲) غلظت محلول کلرید باریم را محاسبه کنید .

$$M = \frac{5 \times C_M}{V} \quad (2)$$

$M =$  غلظت محلول کلرید باریم بر حسب مول بر لیتر

$V =$  حجم محلول کلرید باریم مصرفی بر حسب میلی لیتر

$C_M =$  غلظت محلول استاندارد اسید سولفوریک بر حسب مول بر لیتر

#### ۳-۲-۲-۶ روش کار

حدود ۲ گرم نمونه مجزا (الف-۳-۳) را با دقت ۰/۱ میلی گرم توزین و در حدود ۲۰ میلی لیتر آب گرم حل کنید. در صورت نیاز آن را با کمک کاغذ صافی متوسط صاف کرده و به یک بالن ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب به حجم برسانید، ۵ میلی لیتر از آن را با کمک پی پت به یک ارلن منتقل کنید ۵ میلی لیتر متانول (۶-۲-۲-۲-۴)، ۵ میلی لیتر بافر (۶-۲-۲-۲-۲) سر اسپاتول شناساگر آلیزارین (۶-۲-۲-۲-۱) به آن بیافزایید و با محلول استاندارد کلرید باریم تا تغییر رنگ زرد به قرمز کم رنگ تیترا کنید.

#### ۱۴-۲-۲-۶ محاسبه

مقدار کل سولفات در نمونه مجزا را بر حسب درصد جرمی سولفات سدیم طبق معادله (۳) محاسبه کنید.

$$\text{مقدار کل سولفات} = \frac{284/08 \times M}{m} \quad (۳)$$

$V$  = حجم مصرفی محلول استاندارد کلرید باریم بر حسب میلی لیتر

$M$  = غلظت محلول استاندارد کلرید باریم بر حسب مول بر لیتر

$m$  = جرم نمونه بر حسب گرم

#### ۵-۲-۲-۶ ارزیابی انطباق

به بند ۶-۱-۲-۶ مراجعه کنید.

#### ۳-۶ اندازه گیری مقدار اسیدی یا قلیایی

#### ۱-۳-۶ اساس روش

به محلول نمونه حجم معلومی از محلول استاندارد اسید سولفوریک در حضور متیل رد اضافه می شود برای خارج شدن کامل گاز  $CO_2$  محلول باید جوشانده شود سپس اسید اضافی با محلول استاندارد هیدروکسید سدیم تیترا می شود. مقدار اسیدی (بر حسب  $H_2SO_4$ ) و یا قلیایی (بر حسب  $Na_2CO_3$ ) در

نمونه براساس اینکه مقدار اسید تیتر شده در نمونه بیشتر یا کمتر از مقدار اسیدی است که دقیقا اضافه شده است ، محاسبه می شود .

#### ۲-۳-۶ مواد لازم

۱-۲-۳-۶ مملول استاندارد اسید سولفوریک ۱۰ / ۰ مومل بر لیتر

۲-۲-۳-۶ مملول استاندارد هیدروکسید سدیم عاری از کربناتها - ۱۰ / ۰ مومل بر لیتر

۳-۲-۳-۶ مملول شناساگر متیل رد - یک گرم در لیتر

۱ / ۰ گرم متیل رد را درمقداری اتانول ۹۵ درصد حجمی حل کنید سپس حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید .

#### ۳-۳-۶ روش آزمون

۱-۳-۳-۶ آزمون نمونه

حدود ۱۰ گرم نمونه مرکب (الف-۳-۲) را بادقت ۰ / ۰۱ گرم توزین و به یک ارلن ۵۰۰ میلی لیتری منتقل و در ۲۰۰ میلی لیتر آب حل کنید. ۵ قطره محلول متیل رد (۳-۲-۳-۶) به آن بیافزایید . اگر رنگ محلول زرد شد توسط بورت محلول استاندارد اسید سولفوریک (۱-۲-۳-۶) اضافه کنید تا رنگ محلول قرمز شود . سپس ۵ میلی لیتر دیگر محلول استاندارد اسید سولفوریک اضافه کنید. اگر رنگ محلول اولیه قرمز بود ۵ میلی لیتر از محلول استاندارد اسید سولفوریک اضافه کنید محلول حاصل را به مدت ۵ دقیقه بجوشانید اگر درطول جوشاندن رنگ محلول زرد شد بتدریج از محلول استاندارد اسید سولفوریک اضافه کنید تا رنگ محلول قرمز شودحجم کل اسید مصرفی را یادداشت کنید .

محلول را تا دمای محیط خنک و اسید اضافی را با محلول استاندارد هیدروکسید سدیم (۲-۲-۳-۶) تا تغییر رنگ محلول به زرد تیتر کنید .

#### ۲-۳-۳-۶ آزمون شاهد

همزمان با انجام آزمون نمونه یک آزمون شاهد با حجم های مساوی از محلول استاندارد اسید سولفوریک و محلول متیل رد که در اندازه گیری نمونه مصرف شده است انجام دهید .



#### ۶-۳-۱۴ محاسبه

در صورتیکه

$M$  = غلظت محلول استاندارد اسید سولفوریک برحسب مول بر لیتر

$V_1$  = حجم کل محلول استاندارد اسید سولفوریک اضافه شده در طول اندازه گیری ، برحسب میلی لیتر

باشد که برابر است با حجم اسیدی که برای محلول شاهد نیز استفاده شده است و

$V_2$  = حجم محلول استاندارد هیدروکسید سدیم مصرف شده برای تیترا نمونه برحسب میلی لیتر و

$V_3$  = حجم محلول استاندارد هیدروکسید سدیم مصرف شده برای تیترا محلول شاهد برحسب میلی لیتر و

$m$  = جرم نمونه مورد آزمون برحسب گرم باشد .

برای محاسبه مقدار اسیدی یا قلیایی نمونه از معادله‌های (۴) یا (۵) استفاده کنید

#### ۶-۳-۱۴-۱ نمونه اسیدی

حالتی که  $V_2$  بزرگتر از  $V_3$  باشد نمونه اسیدی است و مقدار اسیدی نمونه برحسب درصد جرمی

اسیدسولفوریک از معادله (۴) محاسبه می شود :

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ جرمی درصد} = (V_2 - V_3) \times M \times \frac{V_1}{V_3} \times 0.049 \frac{100}{m} = \frac{4.9V_1(V_2 - V_3)M}{V_3m} \quad (۴)$$

#### ۶-۳-۱۴-۲ نمونه قلیایی

حالتی که  $V_3$  بزرگتر از  $V_2$  باشد نمونه قلیایی است و مقدار قلیایی در نمونه برحسب درصد جرمی

کربنات سدیم ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) از معادله (۵) محاسبه می شود .

$$\text{(Na}_2\text{CO}_3\text{) جرمی درصد} = (V_3 - V_2) \times M \times \frac{V_1}{V_3} \times 0.053 \frac{100}{m} = \frac{5.3V_1(V_3 - V_2)M}{V_3m} \quad (۵)$$

#### ۶-۳-۵ ارزیابی انطباق

برای ارزیابی انطباق نتیجه آزمون با جدول ویژگی‌ها (شماره یک) مطابق بند الف-۵-۲ عمل کنید.

#### ۶-۱۴ اندازه گیری مواد نامحلول در آب

#### ۶-۱۴-۱ وسایل لازم

۶-۴-۱-۱ کاغذ صافی با قطر روزنه ۰/۴ تا یک میکرومتر (باند آبی) یا بوته شیشه ای متخلخل نمره ۰۴ توصیه می شود برای کاهش خطا از بوته شیشه ای متخلخل استفاده شود.

۶-۴-۲-۱ آون قابل کنترل در دمای  $105 \pm 5$  درجه سلسیوس

#### ۶-۴-۲ روش کار

حدود ۱۰ گرم نمونه مرکب (الف-۳-۲) را با دقت ۰/۱ گرم توزین و در ۱۰۰ میلی لیتر آب حل کنید محلول را کمی گرم کرده و با کمک همزن شیشه ای آن را هم بزنید تا نمونه حل شود محلول را توسط کاغذ صافی که قبلاً توزین شده است یا بوته شیشه ای که قبلاً به وزن ثابت رسیده و توزین شده است ، صاف کنید روی صافی را با آب گرم شستشو دهید تا عاری از مواد محلول در آب گردد سپس صافی را همراه مواد نامحلول در دمای  $105 \pm 5$  درجه سلسیوس خشک کنید و به وزن ثابت برسانید .

#### ۶-۴-۳ محاسبه

$$\text{مواد نامحلول در آب (درصد جرمی)} = \frac{100m_2}{m_1} \quad (6)$$

$m_2$  = جرم مواد نامحلول بر حسب گرم

$m_1$  = جرم آزمون بر حسب گرم

#### ۶-۴-۴ ارزیابی انطباق

برای ارزیابی انطباق نتیجه آزمون با جدول ویژگی ها (شماره یک) مطابق بند الف ۵-۲ عمل کنید.

#### ۶-۵ اندازه گیری کلرید ها بر ماسب NaCl با استفاده از شناساگر کرومات پتاسیم

یادآوری - برای اندازه گیری مقدار کلرید ها در نمونه سولفات سدیم می توان از تیتراسیون

پتانسیومتری و یا آمپرومتری نیز استفاده کرد.

#### ۶-۵-۱ اساس روش

کلرید موجود در نمونه توسط محلول استاندارد نیترات نقره در حضور شناساگر کرومات پتاسیم در pH معین تیتر می شود .

#### ۲-۵-۶ مواد لازم

#### ۱-۲-۵-۶ مملول اسید نیتریک (رقیق (۱:۹)

یک حجم اسید نیتریک غلیظ با چگالی ۱/۴۰ گرم بر میلی لیتر به نه حجم آب اضافه کنید و خوب مخلوط نمایید.

#### ۲-۲-۵-۶ مملول استاندارد نیترات نقره - ۰ / ۰۱ مول بر لیتر

#### ۳-۲-۵-۶ مملول شناساگر کرومات پتاسیم - ۵ درصد جرمی

۵ گرم شناساگر کرومات پتاسیم را در ۲۰ میلی لیتر آب عاری از یون کلرید حل کنید. چند قطره محلول نیترات نقره به آن افزوده تا رسوب قهوه ای کم رنگ تشکیل گردد. بگذارید به مدت ۲۴ ساعت بماند. آن را صاف و تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

#### ۳-۵-۶ روش کار

۵ گرم نمونه مرکب (الف-۳-۲) را با دقت ۰ / ۰۰۱ گرم توزین و به یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و حدود ۱۰۰ میلی لیتر آب عاری از یون کلرید بیافزایید. کمی حرارت دهید تا نمونه در آب حل شود. pH محلول را اندازه گیری کنید در صورتیکه pH از ۷ بیشتر باشد به کمک اسید نیتریک رقیق (۱-۲-۵-۶) pH محلول را به حدود ۵ تا ۶ / ۶ برسانید. به ازاء هر ۱۰۰ میلی لیتر از کل حجم محلول نمونه، ۰/۵ میلی لیتر از محلول شناساگر کرومات پتاسیم (۳-۲-۵-۶) اضافه کنید و با محلول استاندارد نیترات نقره (۲-۲-۵-۶) تا پیدایش رنگ زرد چرک تیترا کنید.

#### ۴-۵-۶ محاسبه

مقدار کلریدها در نمونه را برحسب درصد جرمی کلرید سدیم با استفاده از معادله (۷) محاسبه کنید.

$$\text{کلریدها برحسب NaCl (درصد جرمی)} = \frac{5/846 \times M}{m} \quad (۷)$$

$M$  = غلظت محلول استاندارد نیترات نقره برحسب مول بر لیتر

$V$  = حجم محلول استاندارد نیترات نقره مصرف شده برحسب میلی لیتر

m = جرم نمونه برحسب گرم

#### ۵-۵-۶ ارزیابی انطباق

برای ارزیابی انطباق نتیجه آزمون با جدول ویژگی‌ها (شماره یک) مطابق بند الف-۵-۲ عمل کنید.

#### ۶-۶ اندازه گیری آهن

در این استاندارد برای تعیین مقدار آهن در نمونه سولفات سدیم می‌توان از یکی از دو روش ارائه شده در بند (۱-۶-۶) و یا (۲-۶-۶) استفاده کرد و باید توجه شود که روش اول (۱-۶-۶) روش مرجع محسوب می‌گردد.

#### ۱-۶-۶ روش اول - اندازه گیری مقدار آهن به روش اسپکتروفتومتری با ۱ و ۱۰ فنانترولین

##### ۱-۱-۶-۶ اساس روش

ابتدا آهن (III) بوسیله هیدوکسیل آمین هیدروکلرید به آهن (II) احیا شده و کمپلکس آهن (II) با ۱ و ۱۰ فنانترولین در محیط بافری تشکیل می‌شود. مقدار جذب کمپلکس رنگی ایجاد شده در طول موج ۵۱۰ نانومتر با دستگاه اسپکترومتر اندازه گیری می‌شود.

##### ۲-۱-۶-۶ مواد لازم

۱-۲-۱-۶-۶ اسید هیدروکلریک غلیظ - چگالی ۱/۱۹ گرم بر میلی لیتر

۲-۲-۱-۶-۶ مملول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید - ۱۰ درصد (جرمی / حجمی)

۱۰ گرم هیدروکسیل آمین هیدروکلرید ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ) را در مقداری آب حل نمایید سپس حجم آنرا تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۳-۲-۱-۶-۶ مملول شناساگر ۱۰۰ فنانترولین ۲/۵ گرم بر لیتر

۲۵ / ۰ گرم فنانترولین (منوهیدرات هیدروکلرید ۱ و ۱۰ فنانترولین  $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{HCl}\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) را در حداقل مقدار اتانول ۹۵ درصد حل کنید. سپس حجم آن را با آب تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق نمایید.

۴-۲-۱-۶-۶ مملول استات سدیم سه آب - ۵۰۰ گرم در لیتر

۶-۶-۱-۲-۵ آب بره اشباع

۶-۶-۱-۲-۶ مملول بافر ۴-۵ = pH

۲۷۲ گرم استات سدیم سه آبه ( $\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) را در حدود ۵۰۰ میلی لیتر آب حل کنید. ۲۴۰ میلی لیتر اسید استیک گلاسیال اضافه کرده و خوب مخلوط کنید. و در یک بالن حجمی یک لیتری به حجم برسانید.

۶-۶-۱-۲-۷ مملول استاندارد آهن - ۲۰۰ / ۰ گرم آهن در لیتر

۱/۴۰۴۳ گرم سولفات آمونیوم آهن (II) ۶ آبه ( $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) را با دقت ۰/۱ میلی گرم توزین و در ۲۰۰ میلی لیتر آب حل کنید. ۲۰ میلی لیتر محلول اسید سولفوریک غلیظ (چگالی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر) اضافه و تا دمای محیط خنک کنید و به یک بالن حجمی یک لیتری منتقل کرده و به حجم برسانید.

۶-۶-۱-۲-۸ مملول استاندارد آهن - ۰/۱۰۰ گرم آهن در لیتر

۲۵/۰ میلی لیتر محلول استاندارد آهن (۶-۶-۱-۲-۷) را به یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری منتقل و به حجم برسانید و خوب مخلوط کنید این محلول باید تازه تهیه شود. یک میلی لیتر از این محلول شامل ۰/۰۱ میلی گرم آهن می باشد.

۶-۶-۱-۳ وسایل لازم

۶-۶-۱-۳-۱ وسایل معمول آزمایشگاهی

یادآوری - توصیه می شود ظروف شیشه ای قبل از استفاده ابتدا با اسید هیدروکلریک غلیظ شستشو داده شوند تا عاری از آهن و عناصر مزاحم گردند.

۶-۶-۱-۳-۲ دستگاه اسپکتروفتومتر قابل تنظیم در طول موج ۵۲۰ - ۵۰۰ نانومتر

۶-۶-۱-۳-۳ دستگاه pH متر و یا کاغذ pH با دقت ۰/۲ و ۰ واحد

۶-۶-۱-۴ روش کار

#### ۶-۱-۴-۱-۶-۶ تهیه مملول نمونه

حدود ۱۰ گرم نمونه مرکب (الف-۳-۲) را با دقت ۰/۰۱ گرم توزین و در یک بشر ۴۰۰ میلی لیتری در ۵۰ میلی لیتر آب حل کنید. ۲۵ میلی لیتر اسید هیدروکلریک غلیظ (۶-۶-۱-۲-۱) و ۵ میلی لیتر آب برم (۶-۶-۱-۲-۵) اضافه کنید و تا حل شدن کامل نمونه حداقل به مدت ۵ دقیقه بجوشانید. محلول را پس از خنک کردن به دقت به یک بالن ۵۰۰ میلی لیتری منتقل و به حجم برسانید و خوب هم بزنید. در صورت نیاز محلول را به کمک یک کاغذ صافی خشک، صاف کنید. قسمت اول محلول صاف شده (حدود ۵۰ میلی لیتر) را دور بریزید. محلول را در یک ظرف خشک جمع آوری کنید.

#### ۶-۱-۴-۱-۶-۶ تهیه مملول مورد آزمون<sup>۱</sup>

حجم مناسب از محلول نمونه (۶-۶-۱-۴-۱) را براساس مقادیر محتوی آهن در نمونه و مطابق جدول ۲ انتخاب کنید. دو مقدار از حجم انتخاب شده را با کمک پی پیپ از محلول نمونه برداشته و یکی را به یک بشر ۱۰۰ میلی لیتری و دیگری را به یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید.

#### جدول ۲ - حجم مورد نیاز از مملول نمونه

مقدار آهن در نمونه برمسب در صد جرمی	حجم مناسب از مملول نمونه برمسب میلی لیتر
کمتر از ۰/۰۱۰	۵۰
۰/۰۱۰ تا ۰/۰۲۵	۲۵
۰/۰۲۵ تا ۰/۰۵۰	۱۰
بیشتر از ۰/۰۵۰	۵

**۶-۶-۱-۴-۲** برای کنترل pH به محلول مورد آزمون که به بشر ۱۰۰ میلی لیتری منتقل شده

است، کمی آب اضافه کنید تا حجم آن به ۵۰ میلی لیتر برسد سپس ۵ میلی لیتر از محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید (۶-۶-۱-۲-۲)، ۵ میلی لیتر از محلول ۱ و ۱۰ فنانترولین (۶-۶-۱-۲-۳) و ۲۵ میلی لیتر محلول بافر (۶-۶-۱-۲-۶) اضافه کنید. pH محلول را با دستگاه pH متر و یا کاغذ pH بین ۴ تا ۵ کنترل کنید در صورت تنظیم نبودن pH کم کم از محلول استات سدیم (۶-۶-۱-۲-۴) اضافه کنید. به تریبی که پس از هر بار افزایش محلول را خوب به هم بزنید و pH را اندازه گیری کنید. مقدار محلول استات سدیم مصرف شده برای تنظیم pH را یادداشت کنید و محلول را دور بریزید.

**۶-۶-۱-۴-۳** به محلول مورد آزمون که به بالن ۱۰۰ میلی لیتری منتقل شده است به همان

مقدار از تمام مواد اضافه شده به آزمون کنترل (2-2-4-1-6-6) pH اضافه کنید آن را به حجم برسانید و خوب هم بزنید و بگذارید به مدت ۱۰ دقیقه بماند سپس طبق بند (۶-۶-۱-۴-۵) شدت رنگ ایجاد شده را اندازه گیری کنید.

#### **۶-۶-۱-۴-۳ تهیه محلول شاهد**

همزمان با اندازه گیری نمونه، یک آزمون شاهد انجام دهید و برای تهیه محلول شاهد از همان روش تهیه محلول نمونه و محلول مورد آزمون استفاده کنید و همان مقدار از همه مواد شیمیایی که در طول تهیه محلول نمونه و مورد آزمون استفاده شده است، استفاده کنید.

#### **۶-۶-۱-۴-۴ تهیه محلول های استاندارد آهن**

به یکسری ۵ تایی بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری مقادیری از محلول استاندارد آهن (۶-۶-۱-۲-۸) مطابق جدول ۳ با دقت منتقل کنید. حجم هریک را با آب به حدود ۵۰ میلی لیتر برسانید. سپس ۰/۵ میلی لیتر اسید هیدروکلریک غلیظ (۶-۶-۱-۲-۱)، ۵ میلی لیتر محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید (۶-۶-۱-۲-۲)، ۵ میلی لیتر محلول ۱ و ۱۰ فنانترولین (۶-۶-۱-۲-۳) و ۲۵ میلی لیتر محلول بافر (۶-۶-۱-۲-۶) اضافه کنید و هریک را به حجم برسانید و خوب هم بزنید و بگذارید به مدت ۱۰ دقیقه بماند. طبق بند (۶-۶-۱-۴-۵) شدت رنگ ایجاد شده در هریک را اندازه گیری کنید.

**جدول ۳ - حجم مورد نیاز برای تهیه محلول های استاندارد**

شماره محلول	حجم محلول استاندارد آهن ( میلی لیتر ) ( ۶-۶-۱-۲-۸ )	مقدار آهن موجود میلی گرم
۱	۰	۰
۲	۲/۵	۰/۰۲۵
۳	۵/۰	۰/۰۵
۴	۷/۵	۰/۰۷۵
۵	۱۰/۰	۰/۱۰۰
۱ - محلول صفر استاندارد		

**۶-۶-۱-۴-۵ اندازه گیری میزان جذب**

دستگاه اسپکتروفتومتر را در طول موج ۵۱۰ نانومتر تنظیم کنید. جذب دستگاه را در طول موج فوق با کمک محلول صفر استاندارد ( محلول شماره یک در جدول ۳ ) صفر کنید به ترتیب جذب محلول های استاندارد ( محلول های شماره ۲ تا ۵ در جدول ۳ ) ، محلول شاهد (۶-۶-۱-۴-۳) و محلول مورد آزمون (۶-۶-۱-۴-۲-۳) را با دستگاه اندازه گیری کنید .

**۶-۶-۱-۴-۶ تهیه منحنی استاندارد**

با استفاده از مقادیر آهن در محلولهای استاندارد (۶-۶-۱-۴-۴) بر حسب میلی گرم و مقادیر جذب اندازه گیری شده هریک ، منحنی استاندارد را رسم کنید.

**۶-۶-۱-۴-۷ تعیین غلظت آهن در محلول مورد آزمون و شاهد**

با استفاده از میزان جذب اندازه گیری شده برای محلول مورد آزمون و شاهد و مقایسه با منحنی استاندارد، مقدار آهن در هریک را بر حسب میلی گرم تعیین کنید .

**۶-۶-۱-۵ مناسبه**



مقدار آهن در نمونه مرکب را برحسب میلی گرم در کیلوگرم طبق معادله (۸) محاسبه کنید .

$$\text{آهن (Fe) (میلی گرم بر کیلوگرم)} = \frac{5 \times 10^6 (m_1 - m_2)}{V \times m} \quad (8)$$

$m_1$  = مقدار آهن در محلول آزمون برحسب میلی گرم

$m_2$  = مقدار آهن محلول شاهد برحسب میلی گرم

$V$  = حجم محلول نمونه انتخاب شده (۶-۶-۱-۴-۲-۱)

$m$  = جرم نمونه برحسب گرم (۶-۶-۱-۴-۱)

#### ۶-۱-۶-۶ ارزیابی انطباق

برای ارزیابی انطباق نتیجه آزمون با جدول ویژگی (شماره یک) طبق بند الف-۵-۲ عمل کنید.

#### ۶-۶-۲ روش دوم - اندازه گیری مقدار آهن به روش اسپکتروفتومتری با اسید تیوگلیکولیک

**یادآوری -** توصیه می شود کلیه آزمایشها در این قسمت بطور دوتایی و همزمان انجام شود.

#### ۱-۲-۶-۶ مواد لازم

۱-۱-۲-۶-۶ آمونیاک - چگالی ۰/۹۱ گرم بر میلی لیتر

۲-۱-۲-۶-۶ بی سولفات پتاسیم [KHSO<sub>4</sub>] خالص بدون آب

۳-۱-۲-۶-۶ مملول اسید تیوگلیکولیک [C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>S] - ۱۰ درصد جرمی / حجمی

۱۰ میلی لیتر اسید تیوگلیکولیک ۹۰ درصد را با آب تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید

**یادآوری -** دقت کنید اسید تیوگلیکولیک با پوست بدن تماس پیدا نکند زیرا ایجاد زخمهای دردناک

می کند.

۴-۱-۲-۶-۶ مملول سیترات سدیم - ۳۰ درصد (جرمی / حجمی)

۳۰ گرم نترات سدیم ( $C_6H_5O_7Na_3, 2H_2O$ ) را در مقداری آب حل کنید سپس حجم آن را تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق نمایید.

#### ۵-۱-۲-۶-۶ مملول اسید هیدروکلریک (۱:۱)

یک حجم اسید هیدروکلریک غلیظ (چگالی ۱/۱۹ گرم بر میلی لیتر) را به یک حجم آب اضافه کنید و خوب مخلوط کنید.

#### ۶-۱-۲-۶-۶ مملول استاندارد آهن - (مملول ذفیره) - ۰/۱ گرم آهن در لیتر

۰/۷۰۲۳ گرم سولفات آمونیم آهن  $[Fe(SO_4)_2(NH_4)_2, 6H_2O]$  (II) را با دقت ۰/۱ میلی گرم توزین و به یک بشر محتوی ۱۰۰ میلی لیتر آب و ۱۰ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ (چگالی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر) منتقل کنید پس از حل شدن کامل آن را به یک بالن یک لیتری منتقل و با آب به حجم برسانید هر میلی لیتر این محلول شامل ۰/۱ میلی گرم آهن می باشد

#### ۷-۱-۲-۶-۶ مملول استاندارد آهن - ۱۰/۰ گرم در لیتر

۲۵/۰ میلی لیتر محلول استاندارد آهن (۶-۶-۲-۱-۶) را به یک بالن حجمی ۲۵۰ میلی لیتری منتقل و به حجم برسانید و خوب هم بزنید. این محلول باید تازه تهیه شود یک میلی لیتر این محلول شامل ۰/۰۱ میلی گرم آهن می باشد.

#### ۲-۲-۶-۶ وسایل لازم

#### ۱-۲-۲-۶-۶ وسایل معمول آزمایشگاهی

**یاد آوری -** توصیه می شود ظروف شیشه ای قبل از استفاده ابتدا با اسید هیدروکلریک غلیظ شستشو داده شوند تا عاری از آهن و عناصر مزاحم گردند .

#### ۲-۲-۲-۶-۶ بوتله پلاتینی

## ۳-۲-۲-۶-۶ دستگاه اسپکتروفتومتر قابل تنظیم در طول موج ۵۳۰ نانومتر

### ۳-۲-۶-۶ روش کار

#### ۱-۳-۲-۶-۶ تهیه محلول نمونه

حدود ۵ گرم نمونه مرکب (الف-۳-۲) را با دقت ۰/۰۱ گرم توزین و به یک بوته پلاتینی منتقل کنید. ۲۰ گرم بی سولفات پتاسیم (۲-۱-۲-۶-۶) افزوده و بآرامی حرارت دهید تا ماده مذاب شفاف بدست آید. آن را تا دمای محیط خنک کنید. ۵ میلی لیتر محلول اسید هیدروکلریدریک (۵-۱-۲-۶-۶) به آن بیافزاید و حرارت دهید. محلول اسیدی داخل بوته را خوب بچرخانید تا کناره های بوته به آن آغشته شود ۱۰ تا ۱۵ میلی لیتر آب بیافزاید روی بوته را با شیشه ساعت کاملاً بپوشانید و حرارت دهید تا محلول شفاف بدست آید آن را خنک و به یک بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید ۲ میلی لیتر محلول سیترات سدیم (۴-۱-۲-۶-۶) و یک میلی لیتر محلول اسید تیوگلیکولیک (۳-۱-۲-۶-۶) بیافزاید آن را بوسیله محلول آمونیاک قلیایی کنید تا رنگ صورتی حاصل از تشکیل کمپلکس آهن با اسید تیوگلیکولیک ظاهر شود محلول را با اسید هیدروکلریدریک (۵-۱-۲-۶-۶) اسیدی کنید بطوریکه رنگ صورتی با افزودن آخرین قطره اسید از بین برود سپس ۲ میلی لیتر محلول آمونیاک (۱-۱-۲-۶-۶) بیافزاید تا رنگ صورتی دوباره تشکیل شود. آن را با آب به حجم برسانید بگذارید به مدت ۵ دقیقه بماند سپس طبق بند (۴-۳-۲-۶-۶) شدت رنگ ایجاد شده را اندازه گیری کنید.

#### ۲-۳-۲-۶-۶ تهیه محلول شاهد

همزمان با اندازه گیری نمونه یک آزمون شاهد انجام دهید و برای تهیه محلول شاهد از همان روش تهیه محلول نمونه و همان مقدار از مواد شیمیایی به غیر از نمونه استفاده کنید.

#### ۳-۳-۲-۶-۶ تهیه محلول های استاندارد آهن

به یک سری ۱۱ تایی بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری دو گرم بی سولفات پتاسیم (۲-۱-۲-۶-۶) ، ۱۰ میلی لیتر آب و ۵ میلی لیتر اسید هیدروکلریدریک (۵-۱-۲-۶-۶) اضافه کنید به ترتیب به هر یک حجم هایی از محلول استاندارد آهن (۷-۱-۲-۶-۶) که معادل ۰ و ۱۰ و ۲۰ و ۳۰ و ۴۰ و ۵۰ و ۶۰ و ۷۰ و ۸۰ و ۹۰

و ۱۰۰ میکروگرم آهن می باشند، بیافزایید. ۲ میلی لیتر محلول سیترات سدیم (۴-۱-۲-۶-۶) و یک میلی لیتر محلول اسید تیوگلیکولیک (۳-۱-۲-۶-۶) به هر یک اضافه کنید. هر یک را به وسیله محلول آمونیاک (۱-۱-۲-۶-۶) قلیایی کنید تا رنگ صورتی تشکیل گردد. کم کم اسید هیدروکلریک (۵-۱-۲-۶-۶) اضافه کنید تا رنگ صورتی از بین برود. ۲ میلی لیتر آمونیاک (۱-۱-۲-۶-۶) بیافزایید تا رنگ صورتی دوباره تشکیل شود و با آب به حجم برسانید. بگذارید هریک به مدت ۵ دقیقه بمانند. سپس شدت رنگ ایجاد شده را طبق بند (۴-۳-۲-۶-۶) اندازه گیری کنید .

#### ۴-۳-۲-۶-۶ اندازه گیری مقدار جذب

دستگاه اسپکتروفوتومتر را در طول موج ۵۳۰ نانومتر تنظیم کنید جذب دستگاه را در طول موج فوق با محلول معادل صفر میلی گرم آهن (۳-۳-۲-۶-۶) صفر کنید به ترتیب جذب محلول‌های استاندارد، محلول شاهد و محلول نمونه را با دستگاه اندازه گیری کنید .

#### ۵-۳-۲-۶-۶ تهیه منحنی استاندارد

با استفاده از مقادیر آهن در محلول های استاندارد (۳-۳-۲-۶-۶) برحسب میلی گرم و مقادیر جذب اندازه گیری شده هریک ، منحنی استاندارد را رسم کنید .

#### ۶-۳-۲-۶-۶ تعیین غلظت آهن در مملول نمونه و شاهد

با استفاده از میزان جذب اندازه گیری شده برای محلول نمونه و شاهد و مقایسه با منحنی استاندارد، مقدار آهن در هر یک را برحسب میلی گرم تعیین کنید .

#### ۴-۲-۶-۶ محاسبه

مقدار آهن در نمونه را برحسب میلی گرم در کیلوگرم طبق معادله (۹) محاسبه کنید.

$$\text{آهن (Fe) میلی گرم بر کیلوگرم} = \frac{1000(m_1 - m_2)}{m} \quad (9)$$

$m_1$  = مقدار آهن در محلول نمونه برحسب میلی گرم

$m_2$  = مقدار آهن در محلول شاهد برحسب میلی گرم

m = جرم نمونه بر حسب گرم

#### ۵-۲-۶-۶ ارزیابی انطباق

برای ارزیابی انطباق نتیجه آزمون با جدول ویژگی ها (شماره یک) مطابق بند الف-۵-۲ عمل کنید.

#### ۷-۶ اندازه گیری مجموع کلسیم و منیزیم برمسب $\text{CaCO}_3$

##### ۱-۷-۶ اساس روش

ابتدا نمونه در اسید هیدروکلریک رقیق حل می شود و مواد نامحلول با کمک صافی جدا می گردد و مقدار مجموع کلسیم و منیزیم از طریق تیتراسیون با EDTA در  $\text{pH}=10$  اندازه گیری می شود

##### ۲-۷-۶ مواد لازم

##### ۱-۲-۷-۶ مملول هیدروکلریک اسید - مدود ۶ مول بر لیتر

۵۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (چگالی  $1/19$  گرم بر میلی لیتر) را به مقداری آب اضافه کنید. حجم آن را با آب به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید و خوب هم بزنید.

##### ۲-۲-۷-۶ مملول بافر - $\text{pH} = 10$

۴۵۰ میلی لیتر آمونیاک به ۵۴ گرم کلرید آمونیوم اضافه کرده و حجم نهایی را با آب به یک لیتر برسانید.

##### ۳-۲-۷-۶ مملول استاندارد 0 / 01 - EDTA مول بر لیتر

##### ۴-۲-۷-۶ شناساگر اریوکرم بلاک T

یک گرم شناساگر اریوکرم بلاک T را با ۲۰۰ گرم کلرید سدیم در هاون بسایید و در ظروف شیشه‌ای تیره نگهداری کنید.

##### ۳-۷-۶ روش کار

۵ گرم نمونه مرکب (الف-۳-۲) را با دقت  $0/001$  گرم توزین و در یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری در مقداری آب حل کنید. ۲ میلی لیتر اسید هیدروکلریک (۶-۷-۲-۱) اضافه کنید و تا نزدیک جوش حرارت دهید. محلول را با کاغذ صافی، صاف و حجم آن را تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. ۲ تا ۵ میلی لیتر محلول بافر

(۶-۷-۲-۲) بیافزایید تا pH محلول به حدود ۱۰ برسد. به اندازه سر اسپاتول شناساگر اریوکرم بلاک T اضافه و با محلول استاندارد EDTA تا تغییر رنگ به آبی تیترا کنید.

**یادآوری ۱-** اگر در بعضی از نمونه ها تغییر رنگ در خاتمه عمل با اشکال مواجه شود می توان از محلول یک درصد سیانید سدیم نیز استفاده کرد.

**یادآوری ۲-** هنگام کار با سیانید سدیم موارد ایمنی باید رعایت شود.

#### ۶-۷-۴ محاسبه

مقدار مجموع کلسیم و منیزیم را بر حسب درصد جرمی کربنات کلسیم در نمونه با استفاده از معادله (۱۰) محاسبه کنید :

$$\text{مجموع کلسیم و منیزیم بر حسب } (\text{CaCO}_3) \text{ ؛ درصد جرمی} = \frac{10 \times M}{m} \quad (10)$$

$V$  = حجم محلول استاندارد EDTA مصرف شده بر حسب میلی لیتر

$M$  = غلظت محلول استاندارد EDTA بر حسب مول بر لیتر

$m$  = جرم نمونه بر حسب گرم

#### ۶-۷-۵ ارزیابی انطباق

برای ارزیابی انطباق نتیجه آزمون با جدول ویژگی ها (شماره یک) مطابق بند الف-۵-۲ عمل کنید.

#### ۶-۸ اندازه گیری pH

مواد لازم ۶-۸-۱

آب عاری از  $\text{CO}_2$  ۶-۸-۱-۱

مقداری آب را برای مدت چند دقیقه بجوشانید سپس در آن را گذاشته و سرد کنید . این آب را بصورت تازه تهیه و استفاده کنید.

**۶-۸-۲ وسایل لازم**

**۶-۸-۲-۱ دستگاه pH متر مجهز به الکتروود شیشه و الکتروود استاندارد مرجع**

**۶-۸-۳ روش کار**

۵ گرم نمونه مرکب (الف-۳-۲) را با دقت ۰/۱ گرم وزن و در ۸۰ میلی لیتر آب (۶-۸-۱-۱) حل کنید. حجم آن را تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق نمایید. pH محلول حاصل را در دمای ۲۰ درجه سلسیوس با استفاده از دستگاه pH متر (۶-۸-۲-۱) و طبق دستورالعمل دستگاه اندازه بگیرید.

**۶-۸-۴ ارزیابی انطباق**

برای ارزیابی انطباق نتیجه آزمون با جدول ویژگی ها (شماره یک) مطابق بند الف-۵-۲ عمل کنید.

**۶-۹ اندازه گیری مواد فرار در دمای ۱۱۰ درجه سلسیوس**

**۶-۹-۱ وسایل لازم**

**۶-۹-۱-۱ ظرف توزین**

از یک ظرف مناسب با عمق کم استفاده کنید. بطور مثال قطر حدود ۵۰ میلی متر و ارتفاع حداکثر ۲۵ میلی متر

**۶-۹-۱-۲ آون قابل کنترل در دمای  $110 \pm 2$  درجه سلسیوس**

**۶-۹-۲ روش آزمون**

ظرف توزین و سرپوش آن را در آون در دمای  $110 \pm 2$  درجه سلسیوس خشک و به وزن ثابت برسانید. پس از خنک شدن در دسیکاتور آن را با دقت ۰/۱ میلی گرم توزین کنید . ۵ گرم نمونه را با دقت ۰/۰۰۱ گرم در ظرف فوق وزن کنید (به یاد آوری مراجعه شود). ظرف توزین و سرپوش آن را بطور جداگانه در آون قرار دهید. بعد از دو ساعت سرپوش را روی ظرف توزین قرارداده و آن را به دسیکاتور منتقل

کنید . بعد از خنک کردن ظرف توزین همراه با سرپوش را با دقت ۱ / ۰ میلی گرم وزن کنید. عمل حرارت دادن را به مدت یک ساعت تکرار کنید و پس از خنک کردن وزن کنید تا جایی که دو توزین متوالی بیش از ۰/۱ میلی گرم اختلاف نداشته باشند .

**یادآوری -** در صورتیکه نمونه بصورت کلوخه باشد قبل از توزین با یک ابزار مناسب کلوخه ها را خرد کنید.

#### ۳-۹-۶ ماسه

$$(11) \quad C = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \times 100 \text{ (درصد جرمی)}$$

$m$  = جرم ظرف توزین و سرپوش آن برحسب گرم

$m_1$  = جرم ظرف توزین و سرپوش آن همراه نمونه قبل از خشک کردن برحسب گرم

$m_2$  = جرم ظرف توزین و سرپوش آن همراه نمونه بعد از خشک کردن برحسب گرم

#### ۴-۹-۶ ارزیابی انطباق

برای ارزیابی انطباق نتیجه آزمون با جدول ویژگی ها (شماره یک) مطابق بند الف-۵-۲ عمل کنید.

#### ۱۰-۶ دانه بندی

آزمون دانه بندی را مطابق استاندارد بند ۲-۱ انجام دهید.

#### ۱۱-۶ درجه سفیدی

#### ۱-۱۱-۶ تعاریف

#### ۱-۱-۱۱-۶ سفیدی



کیفیتی از رنگ است که بوسیله آن نزدیک بودن رنگ یک جسم به یک سفیدی مرجع (اختیاری) سنجیده می شود .

#### ۶-۱۱-۲ اندیس سفیدی (WI)

عددی است که با استفاده از یک روش مشخص و داده‌های رنگ سنجی محاسبه می‌شود و درجه نزدیکی رنگ جسم را به رنگ سفید مرجع (اختیاری) نشان می‌دهد .

#### ۶-۱۱-۲ اساس روش

در این روش مقدار اندیس سفیدی نمونه با استفاده از دستگاه رنگ‌سنج و براساس فرمول CIE اندازه‌گیری می‌شود. CIE یکی از واحد های اختیاری برای تعیین سفیدی می باشد که طبق معادله ۱۲ محاسبه می‌گردد :

$$WI = Y + (WI, x)(x_n - x) + (WI, y)(y_n - y) \quad (12)$$

که :

$Y, x, y$  = فاکتور روشنایی و مختصات رنگی نمونه

$y_n, x_n$  = مختصات رنگی ماده استاندارد CIE ( صفحه سفید مرجع ) و منبع نور مورد استفاده

$(WI, x)$  و  $(WI, y)$  = ضرایب عددی

**یادآوری - برای کسب اطلاعات بیشتر به استاندارد بند ۲-۴ مراجعه کنید.**

#### ۶-۱۱-۳ وسایل لازم

#### ۶-۱۱-۳-۱ دستگاه رنگ سنج با قابلیت مماسبه مقدار اندیس سفیدی طبق رابطه CIE

#### ۶-۱۱-۴ روش کار

ابتدا دستگاه را برای اندازه گیری براساس واحد CIE تنظیم کنید و با استفاده از کاشی های مرجع مربوط به دستگاه آن را کالیبره نمایید . سپس مقدار اندیس سفیدی نمونه را اندازه گیری کنید .

**یادآوری -** با توجه به اینکه اندیس سفیدی یک کمیت اختیاری است و براساس کیفیت فیزیکی و ظاهری (مشاهده‌ای) تعریف می شود برای کاهش اثر متغیرهای موجود به حداقل ممکن و افزایش تکرارپذیری این روش به استاندارد بند ۲-۵ مراجعه کنید.

## **۷ بسته بندی و نشانه گذاری**

### **۱-۷ بسته بندی**

سولفات سدیم نوع صنعتی باید در کیسه های کاغذی چند لایه بسته بندی شود و یا براساس توافق بین خریدار و فروشنده در بسته بندی مناسب عرضه شود .

### **۲-۷ نشانه گذاری**

برای نشانه گذاری موارد زیر باید بصورت خوانا بر روی هر یک از کیسه ها ( در صورتیکه بسته بندی در کیسه باشد ) یا به نحوی بر روی برگه نشانه گذاری همراه محموله ذکر شود .

#### **۱-۲-۷ نام فرآورده**

#### **۲-۲-۷ وزن فالص برمسب کیلوگرم (یا واحد جرم مناسب)**

#### **۳-۲-۷ تاریخ تولید یا شماره سری تولید**

#### **۴-۲-۷ نام تولید کننده یا علامت تجاری آن**

#### **۵-۲-۷ ذکر عبارت "سافت ایران"**

## **پیوست الف**

### **نمونه برداری**

### **( الزامی )**

## الف-۱ شرایط عمومی مورد نیاز در نمونه برداری

در برداشت ، نگهداری و حمل نمونه ، دستورات و مراقبت‌های زیر باید رعایت شود .

**الف-۱-۱** برای جلوگیری از آلودگی نمونه ها ، موادی که از آنها نمونه برداری می شود، ابزار

نمونه برداری و ظروف نمونه ها باید پیش بینی های لازم بعمل آید .

**الف-۱-۲** برای تهیه نمونه، محتویات هر ظرف که برای نمونه برداری انتخاب می شود باید با یک

وسیله مناسب به خوبی مخلوط و همگن گردد .

**الف-۱-۳** نمونه ها باید در یک ظرف شیشه ای تمیز ، خشک و غیر قابل نفوذ هوا و یا از جنس

مناسب دیگر که اثر شیمیایی بر روی مواد نمونه نداشته باشد ، قرار داده شود .

**الف-۱-۴** هرکدام از ظروف نمونه باید بعد از پرشدن با یک درپوش مناسب و غیر قابل نفوذ هوا

مهر و موم شود و مشخصات نمونه و تاریخ نمونه برداری روی آن ثبت گردد .

## الف-۲ میزان نمونه برداری

**یاد آوری - مجموعه ای از مواد یا محصولات که تحت شرایط تولیدی نسبتاً یکسان و در یک**

**مرحله یا نوبت و در یک مدت زمان معین تولید شده اند را بهر گویند.**

**الف-۲-۱** برای تعیین مطابقت محموله با مشخصات مذکور در این استاندارد ، از هر بهر باید بطور

جداگانه نمونه برداری و آزمون انجام گیرد .

**الف-۲-۲** تعداد بسته‌ها که برای این مقصود باید انتخاب شوند (  $n$  ) به حجم بهر (  $N$  ) بستگی

دارد و باید مطابق جدول شماره ۴ باشد .

**الف-۲-۳** این بسته‌ها باید بطور تصادفی از بهر انتخاب شوند و برای اطمینان از انتخاب تصادفی باید جداول اعداد تصادفی مورد استفاده قرار گیرد. برای استفاده از جداول اعداد تصادفی به استاندارد ملی ایران به شماره ۲۳۰۵ رجوع کنید .

#### جدول ۴- میزان نمونه برداری

حجم نمونه n	حجم بهر N
۵	تا ۵۰
۶	۱۰۰ تا ۵۱
۷	۳۰۰ تا ۱۰۱
۸	۵۰۰ تا ۳۰۱
۹	۵۰۱ به بالا

در صورت عدم دسترسی به جداول اعداد تصادفی از روش زیر استفاده کنید . به این ترتیب که بسته‌های هر بهر را به ترتیب بچینید سپس از یک طرف شروع به شمارش به صورت ۱ و ۲ و ۳ و ۰۰۰ کنید تا به عدد  $\Gamma$  برسید (  $\Gamma$  برابر جزء صحیح نسبت  $\frac{N}{n}$  است که در آن  $N$  حجم بهر و  $n$  حجم نمونه می باشد) هر بسته  $\Gamma$  ام را از بهر جدا کنید تا نمونه به حجم مورد نیاز انتخاب شود.

#### الف-۳ آماده سازی نمونه آزمون

**الف-۳-۱** از قسمت‌های مختلف هر بسته بوسیله ابزار مناسب نمونه برداری ، مقدار کمی ماده انتخاب کنید بطوریکه مقدار کل ماده برداشته شده از هر بسته برای آزمون هریک از ویژگیهای بند (۴) کافی بوده و بیشتر از یک کیلوگرم نباشد .

**الف-۳-۲** مواد برداشته شده از قسمت های مختلف هر بسته را به خوبی با هم مخلوط کنید . سپس از هریک از نمونه های فوق مقادیر حداقل و مساوی از ماده برداشت کنید و آنها را کاملا با یکدیگر مخلوط کنید به نحوی که یک نمونه ی مرکب بدست آید . و مقدار آن از ۶۰۰ گرم کمتر نباشد . آزمون مرکب باید به سه قسمت مساوی تقسیم شود . یکی از آنها نزد خریدار ، دیگری نزد عرضه کننده و قسمت سوم به عنوان نمونه مرکب مرجع نگهداری شود .

**الف-۳-۳** قسمت باقیمانده از مواد برداشته شده از هر بسته (بند الف-۳-۱) باید به سه قسمت مساوی تقسیم شود به صورتیکه هر قسمت کمتر از ۱۰۰ گرم نباشد و هر قسمت باید در ظروف نمونه برداری پر و سپس مهر وموم شده و به عنوان نمونه های مجزا نشانه گذاری شوند در نهایت سه مجموعه نمونه مجزا بدست می آید که شامل n تا نمونه می باشد و هر کدام یک سری نمونه مجزا محسوب می گردد. یکی از این سه مجموعه برای خریدار، دیگری برای عرضه کننده و سومی به عنوان نمونه مجزا مرجع علامت گذاری می شوند.

**الف-۳-۴** تمام بسته های محتوی نمونه های مجزا و نمونه مرکب باید لاک و مهر شوند و مشخصات مربوطه بر روی آنها ذکر گردد .

**الف-۳-۵** نمونه مرکب مرجع و سری نمونه های مجزای مرجع باید درحضور خریدار و عرضه کننده مهر وموم شود و در جای مناسب و مورد توافق طرفین نگهداری شود تا در موارد داوری از آنها استفاده شود.

#### **الف-۴** تعداد آزمون

**الف-۴-۱** آزمون اندازه گیری خلوص سولفات سدیم باید بر روی کلیه نمونه های مجزا انجام گیرد.

**الف-۴-۲** برای تعیین سایر مشخصات جدول یک ، آزمونها باید بر روی نمونه مرکب انجام گیرد.

#### **الف-۵** شرایط انطباق

**الف-۵-۱** برای نمونه های مجزا

با استفاده از نتایج حاصل از آزمون خلوص سولفات سدیم بر روی نمونه‌های مجزا، مقدار میانگین  $\bar{X}$  و گستره تغییرات (R) را محاسبه کنید.

که:

$\bar{X}$  = مقدار میانگین حاصل از جمع مقادیر بدست آمده تقسیم بر تعداد آنها

R = گستره که برابر است با تفاوت بیشترین مقدار و کمترین مقدار نتایج آزمون بدست آمده.

هنگامی که مقدار رابطه  $\bar{X} R 6/0 \pm$  برابر و یا بزرگتر از حد قابل قبول تعیین شده در جدول یک

باشد، بهر در مورد مشخصه خلوص سولفات سدیم با استاندارد مطابقت دارد

#### **الف-۵-۲ برای نمونه مرکب**

سایر مشخصات مطابق با جدول شماره یک باید بر روی نمونه مرکب انجام گیرد و هنگامی که نتیجه هر آزمون مطابق با ویژگی‌های مذکور باشد، بهر با استاندارد مطابقت خواهد داشت.



**ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN**

**Institute of Standards and Industrial Research of Iran**

**ISIRI**

**ISIRI**

**2832**



**Sodium sulphate, anhydrous, for industrial  
use - Specification and test methods**

1st. Revision