



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مشهارة استاندارد ایران

3257



نمونه‌برداری و تعیین مقدار کادمیوم در سدیم کلراید بروش طیف سنجی جذب اتمی با شعله

چاپ اول

## موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

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

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

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

اجرای استانداردهای ملی ایران بنفع تمام مردم و اقتصاد کشور است و باعث افزایش صادرات و فروش داخلی و تأمین ایمنی و بهداشت مصرف کنندگان و صرفه جوئی در وقت و هزینه‌ها و در نتیجه موجب افزایش درآمد ملی و رفاه عمومی و کاهش قیمتتها میشود.

## کمیسیون استاندارد نمونه برداری و تعیین مقدار کادمیوم در سدیم کلراید

### رئیس

فرهی- فرجاله

دکترای داروسازی - مواد  
خوراکی

دانشکده داروسازی دانشگاه تهران

### اعضاء

پناهنده- حسین

پوررعدي- محمود

جوادی- آفاق

شمس لاهیجانی-

محمدمهدی

شیرازی- مژگان

محمدی فتنده- زهرا

دکترای - مهندسی شیمی

دکترای دامپزشکی

مهندس کشاورزی

لیسانس شیمی

لیسانس شیمی

مهندسی صنایع غذایی و علوم  
تغذیه

فوق لیسانس مهندسی بهسازی

فوق لیسانس بیوشیمی

دانشکده فنی دانشگاه تهران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

سازمان دامپزشکی کشور

مرکز تهیه و توزیع مواد خوراکی - وزارت بازرگانی

کارخانه تماد - شرکت سهامی داروپخش

آزمایشگاههای کنترل غذا و دارو - وزارت بهداشت

آموزش و درمان

آزمایشگاههای کنترل غذا و دارو - وزارت بهداشت

آموزش و درمان

مرکز پژوهش های خواص و کاربرد مواد و نیرو

انسیتو تغذیه و دانشکده علوم تغذیه

هاشمی جوادی- سکینه

هالك- فرح

همت- مهوش

### دبیر

اخوان هزاوه- زهرا

فوق لیسانس تکنولوژی  
هستهای

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

## فهرست مطالب

نمونه برداری و تعیین مقدار کادمیوم در سدیم کلراید به روش طیفسنجی جذب اتمی با شعله

هدف و دامنه کاربرد

اصول

مواد شیمیائی مورد نیاز

دستگاهها

نمونه برداری و نمونه ها

روش عمل

گزارش آزمون

پیوست الف

## بسمه تعالی

### پیشگفتار

استاندارد نمونه‌برداری و تعیین مقدار کادمیوم در سدیم کلراید به روش طیف سنجی جذب اتمی با شعله که بوسیله کمیسیون فنی مواد افزودنی خوراکی تهیه و تدوین شده و در هشتاد و هفتمین کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های کشاورزی و غذایی مورخ 69/6/26 مورد تأیید قرار گرفته، اینک با استناد ماده یک قانون مواد الحاقی به قانون تأسیس موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب آذر ماه سال 1349 بعنوان استاندارد رسمی ایران منتشر می‌گردد.

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

بنابراین برای مراجع به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین چاپ و تجدیدنظر آنها استفاده کرد.

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

لذا با بررسی امکانات و مهارتهای موجود و اجرای آزمایشهای لازم این استاندارد با استفاده از منابع زیر تهیه گردیده است:

Sodium Chloride Determination of total Cadmium Content. Europeah Committee

for The Study of Salt. Standardization Comission of Analysis Methods.

1982.hr314

نمونه‌برداری و تعیین مقدار کادمیوم در سدیم کلراید به روش طیف سنجی جذب اتمی با شعله<sup>1</sup>

#### 1 - هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد نمونه‌برداری و تعیین روش طیف سنجی جذب اتمی با شعله برای اندازه‌گیری مقدار کل کادمیوم در سدیم کلراید میباشد.

این روش برای محصولاتی که حاوی مقداری بیش از 0/05 میلی‌گرم کادمیوم (Cd) در کیلوگرم نمک باشد، قابل کاربرد است (به یادآوری 7 مراجعه کنید).

#### 2 - اصول

1-1- حل کردن نمونه در محلول نیتریک اسید بمنظور کاتی کردن<sup>2</sup> کامل کادمیوم.

2-2- کمپلکس کردن فلز (کادمیوم) با استفاده از آمونیوم پیرولیدین دی‌تیو کاربامات.

3-2- استخراج کاربامات‌های فلز (کادمیوم) بوسیله کلروفرم و استخراج برگشتی آن بوسیله نیتریک اسید.

4-2- اندازه‌گیری جذبی در طول موج 228/8 نانومتر با استفاده از یک طیف سنج جذب اتمی مجهز به لامپ کاتد یک کادمیومی.

### 3 - مواد شیمیایی مورد نیاز

در صورتی که برای مواد شیمیایی توصیه خاصی نشده باشد، در تمام مراحل آزمایش، از مواد شیمیایی با درجه خلوص آزمایشگاهی، و از آب تقطیر و دی یونازید شده یا آب با خلوص معادل استفاده کنید. هر جا که در این استاندارد کلمه آب مورد استفاده قرار میگیرد، منظور آب با مشخصات فوق است.

1-3- نیتریک اسید - نیتریک اسید با دانسیته  $P = 1/40$  گرم در میلی لیتر، محلول 925 گرم در لیتر  $\text{NO}_3\text{H}$

2-3- کلروفرم با دانسیته  $P = 1/481$  گرم در میلی لیتر

3-3- آمونیوم پیرولیدین دی تیوکاربامات (APDC)<sup>3</sup>

محلول 20 گرم در لیتر APDC با درجه خلوص مخصوص A.A.S این محلول را روزانه تهیه و مصرف کنید (به یادآوری 3 مراجعه شود)

4-3- دی آمونیوم هایدروژن سترات - محلول 113 گرم در لیتر  $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$  124 گرم دی آمونیوم هایدروژن سترات را در یک بالن ژوژه 500 میلی لیتری حل کنید و تا خط نشانه رقیق کرده و بخوبی مخلوط کنید.

این محلول را مطابق روش زیر خالص کنید:

100 میلی لیتر از محلول فوق را با 10 میلی لیتر محلول APDC (3-3) بخوبی تکان دهید. سه بار و هر بار به ترتیب با 5، 5 و 5 میلی لیتر کلروفرم (2-3) استخراج کنید. محلول استخراج فوق را بوسیله نیتریک اسید طبق روش 5-6-2 استخراج کنید. عمل استخراج را آنقدر تکرار کنید، تا جذب محلولهای استخراجی با تیتریک اسید در طول موج 228/8 نانومتر 10 مرتبه کمتر از جذب 20 میلی لیتر کلروفرم استخراج شده در یک میلی لیتر نیتریک اسید (1-3) و 9/0 میلی لیتر آب باشد.

100 میلی لیتر از محلول خالص شده را در یک بالن ژوژه 200 میلی لیتری منتقل کنید و 20 میلی لیتر محلول آمونیاک ( $P = 0/9$  گرم در میلی لیتر) بر آن افزوده و تا خط نشانه به حجم برسانید.

5-3- محلول استاندارد ذخیره کادمیوم 1000 میلی گرم در لیتر - 1000 میلی گرم نوار فلز کادمیوم و یا گرانول 99/99 درصد را با دقت 0/1 میلی گرم وزن کنید و آن را در 10 میلی لیتر نیتریک اسید (1-3) حل کنید.

محلول را با دقت در یک بالن ژوژه یک لیتری منتقل کنید و تا خط نشانه به حجم رسانده و بهم بزنید.

توجه: چنانچه محلول استاندارد کادمیوم تجارتي آماده برای طیف سنجی جذب اتمی در دسترس باشد، نیز میتواند استفاده کنید.

6-3- محلول استاندارد کادمیوم 5 میلی گرم در لیتر - با استفاده از پبیت ژوژه، 5 میلی لیتر از محلول استاندارد ذخیره (5-3) را در بالن ژوژه یک لیتری منتقل کنید و یک میلی لیتر نیتریک اسید (1-3) را نیز با پبیت ژوژه بردارید و بر آن افزوده تا خط نشانه به حجم برسانید و بهم بزنید.

### 4 - دستگاهها

- وسائل آزمایشگاهی معمولی مورد استفاده قرار میگیرد و سایر موارد بشرح زیر است:

1-4- طیف سنج جذب اتمی مجهز به مشعل هوا اسپتلن که دارای سیستمهای مناسبی برای تبدیل مقدار کادمیوم در مقیاس قابل خواندن باشد.

یادآوری - برای کاهش تداخل ناشی از جذب غیر اتمی، توصیه میشود از سیستم تصحیح خطای زمینه<sup>5</sup>، استفاده کنید.

4-2- لامپ کاتدی کادمیوم<sup>6</sup>

4-3- قیف‌های جدا کننده 500 میلی لیتری

4-4- قیف‌های جدا کننده 100 میلی لیتری

#### 5 - نمونه‌برداری و نمونه‌ها

یک نمونه میانگین به میزان 500 گرم را طوری انتخاب کنید که بطور اطمینان بخش معرف کل ساخت باشد. این نمونه را طبق روش زیر با توجه به اندازه ذرات مختلف سدیم کلراید تهیه کنید.

5-1- نمونه سدیم کلراید اولیه با اندازه ذرات کوچکتر از یک میلی متر حدود 5 کیلوگرم از نمونه سدیم کلراید که اندازه ذرات آن کوچکتر از یک میلی متر باشد را برداشته و با استفاده از روشهای معمولی، 500 گرم از آن را جهت آزمون، نمونه‌برداری کنید.

5-2- نمونه سدیم کلراید اولیه با اندازه ذرات بزرگتر از یک میلی متر و کوچکتر از 10 میلی متر

مقدار 15 کیلوگرم از نمونه را انتخاب کنید و آن را آسیاب کرده تا ابعاد ذرات آن کمتر از یک میلی متر شود. مخلوط کنید تا کاملاً یکنواخت شود.

مقدار 5 کیلوگرم از مخلوط فوق را بردارید و نمونه‌برداری را طبق بند 5-1 ادامه دهید.

5-3- نمونه سدیم کلراید اولیه با اندازه ذرات بزرگتر از 10 میلی متر

حداقل 20 کیلوگرم نمونه را برداشته، آسیاب کنید تا قطر ذرات آن حداکثر 10 میلی متر شود، بخوبی بهم بزنید تا یکنواخت شود.

حدود 15 کیلوگرم از مخلوط فوق را بردارید و طبق بند 5-2 نمونه‌برداری کنید.

در هر مرحله بایستی اطمینان داشته باشید که نمونه اولیه معرف کل ساخت باشد.

#### 6 - روش عمل

6-1- بخش آزمودنی<sup>7</sup> - 250 گرم از نمونه آزمودنی (آزمونه) را با دقت حدود یک گرم وزن کنید.

6-2- محلول آزمودنی<sup>8</sup> - بخش آزمودنی (6-1) را در یک بشر 2 لیتری بریزید و 850 میلی لیتر آب بر آن افزوده، به هم بزنید تا حل شود.

6-3- آزمون تهی<sup>9</sup> (شاهد) - (به بند یادآوری 7 مراجعه شود).

850 میلی لیتر آب را در بشر 2 لیتری بریزید.

6-4- کانی کردن - بر روی هر یک از بشرهای 2 لیتری (6-2) و (6-3)، طبق روش زیر عمل کنید.

با یک بیبت ژوژه 10 میلی لیتر نیتریک اسید (3-1) را بر آن افزوده و بهم بزنید. چند مروراید شیشه‌ای (سنگ جوش) بر آن افزوده، حرارت دهید و برای مدت 30 دقیقه در حال جوشیدن نگهدارید. توجه کنید که هرگز کل حجم از 800 میلی لیتر کمتر نشود و در صورت نیاز میتوانی کمی آب به آن اضافه کنید.

صبر کنید تا سرد شود (به یادآوری 4 مراجعه شود) و سپس آن را با دقت در یک بالن ژوژه یک لیتری بریزید، تا خط نشانه با آب رقیق کنید و بهم بزنید.

## 5-6- تعیین مقدار

1-5-6- روش تهیه محلولهای مقایسه‌ای استاندارد

1-1-5-6- روش تهیه محلولهای مقایسه‌ای استاندارد برای محلول آزمودنی .

بدون هر يك از چهار قیف جدا کننده 500 ميلي لیتری (3-4)، 200 ميلي لیتر محلول آزمودنی کانی شده (4-6) بریزید و بر آنها حجمی از محلول استاندارد کادمیوم (3-6) را که طبق جدول زیر نشان داده شده است .

شماره محلول های استاندارد مقایسه‌ای	حجم محلول استاندارد کادمیوم (۲ - ۶) بر حسب میلی لیتر	جرم تطبیقی کادمیوم بر حسب میکروگرم
۱	۰	۰
۲	۰/۵۰	۲/۵
۳	۱/۰۰	۵
۴	۲/۰۰	۱۰/۰

در مورد محلول استاندارد مقایسه‌ای شماره 1 به یادآوری 5 مراجعه شود .

طبق جمله دوم بند 2-5-6 عمل کنید .

2-1-5-6- روش تهیه محلولهای مقایسه‌ای استاندارد برای محلول تهی ( شاهد ) بدون هر يك از چهار بالن ژوژه 50 میلی‌لیتری ، حجمهای معینی از محلول استاندارد کادمیوم (3-6) نشان داده شده در جدول 1-1-5-6- بریزید .

بر روی هر يك از آنها 5/0 میلی لیتر نیتريك اسید (1-3) افزوده و تا خط نشانه رقیق کنید و بهم بزنید .

طبق روش عمل 4-5-6 انجام دهید .

2-5-6- کمپلکس کردن و استخراج نمودن کادمیوم - 200 میلی لیتر محلول تهی ( شاهد ) کانی شده را طبق بند (4-6) بدون يك قیف جدا کننده 500 میلی‌لیتری (3-4) بریزید . بر روی این قیف جدا کننده 500 میلی‌لیتری و چهار قیف جدا کننده دیگر مربوط به (1-1-5-6) طبق روش زیر عمل کنید :

به هر يك از قیفهای جدا کننده ، 20/0 میلی لیتر از محلول دي آمونیوم هایدرژن سیترات (3-4) اضافه کنید و 5/0 میلی لیتر محلول APDC (3-3) را بر آنها افزوده و برای مدت 30 ثانیه تکان دهید .

ده میلی لیتر کلروفرم (2-3) بر آنها افزوده و برای مدت يك دقیقه بشدت تکان دهید . بعد از جدا شدن دو فاز از یکدیگر ، لایه ، آلی زیرین را به يك قیف جدا کننده 100 میلی لیتری (4-4) دیگری که قبلاً خشک شده است و حاوی يك میلی لیتر نیتريك اسید (1-3) میباشد ، بریزید . این عمل استخراج را دوبار تکرار کنید و در هر بار پنج میلی لیتر کلروفرم (2-3) بکار برید .

فازهای آلی حاصل از استخراج را با یکدیگر در يك قیف جدا کننده بریزید و برای مدت 30 ثانیه بشدت تکان دهید . 9 میلی لیتر آب بر آن افزوده و برای مدت يك دقیقه بشدت تکان دهید .

هنگامی که لایه‌ها از یکدیگر جدا شدند ، لایه آلی زیرین را دور بریزید و لایه مائي فوقانی را در يك لوله خشک جمع‌آوری کنید .



3-5-6- تنظیم دستگاه - طیف سنج (1-4) را به لامپ کادمیوم (2-4) مجهز کنید .

جریان لامپ را برقرار کنید . شکاف و فشار استیلن هوا را طبق دستور العمل دستگاه میزان کنید . طول موج را در ماکزیم جذب 228/8 نانومتر تنظیم کنید .

4-5-6- اندازه گیری طیف سنجی- تمام محلولهای نهائی (2-5-6) و محلول مقایسه‌ای استاندارد برای محلول تهی ( شاهد ) ( 2-1-5-6) را به داخل شعله استیلن هوا بکشید و در همان زمان , جذب مربوط به هر یک از موارد را طبق روش زیر تعیین مقدار کنید :

1-4-5-6- چهار محلول مقایسه‌ای استاندارد برای محلول آزمودنی تهی (2-1-5-6) شماره‌های 1, 2, 3 و 4 جدول )

2-4-5-6- محلول نهائی آزمودنی تهی (3-6, طبق 2-5-6)

3-4-5-6- محلولی از (1-4-5-6) که نزدیکترین جذب , به جذب محلول (2-4-5-6) را داشته باشد .

4-4-5-6- سه محلول مقایسه‌ای استاندارد , نهائی برای محلول آزمودنی (1-1-5-6) شماره‌های 2, 3 و 4 جدول , طبق (2-5-6)

5-4-5-6- محلول آزمودنی نهائی (1-1-5-6 شماره 1 جدول, طبق 2-5-6)

6-4-5-6- محلول (1-4-5-6) که نزدیکترین جذب را نسبت به 5-4-5-6 داشته باشد .

بعد از هر اندازه‌گیری آب بکشید.

## 7- گزارش آزمون

1-7- روش محاسبه

1-1-7- ضرائب درجه‌بندی ( کالیبراسیون )<sup>10</sup>

1-1-1-7- ضرائب درجه‌بندی برای محلول آزمودنی - ضریب درجه‌بندی سه محلول استاندارد مقایسه‌ای برای محلول آزمودنی (1-1-5-6) از فرمول زیر بدست می‌آید .

$$F = \frac{m_1}{A_1 - A_2}$$

که در آن :

$m_1$  = عبارتست از جرم کادمیوم افزوده شده به محلول مقایسه‌ای استاندارد (1-1-5-6 شماره‌های 2, 3 و 4 جدول ) بر حسب میکروگرم .

$A_1$  = عبارتست از جذب بدست آمده برای هر محلول مقایسه‌ای استاندارد 1-1-5-6 اندازه‌گیری شده در 4-4-5-6

$A_2$  = عبارتست از جذب محلول نهائی اندازه‌گیری شده در 5-4-5-6

2-1-1-7- ضریب درجه‌بندی محلول آزمودنی تهی ( شاهد ) - ضریب درجه‌بندی سه محلول مقایسه‌ای استاندارد برای آزمودنی تهی (2-1-5-6) از فرمول زیر بدست می‌آید :

$$F_3 = \frac{m_1}{A_3 - A_4}$$

که در آن :

$m_1$  = عبارتست از جرم سرب افزوده شده به محلول مقایسه‌ای (2-1-5-6) شماره‌های 2, 3 و 4 جدول

$A_3$  = عبارتست از جذب بدست آمده برای هر محلول مقایسه‌ای استاندارد 2-1-5-6 شماره‌های 2, 3 و 4 جدول انداز‌گیری شده در 1-4-5-6

$A_4$  = عبارتست از جذب محلول مقایسه‌ای استاندارد 2-1-5-6 شماره 1 جدول , انداز‌گیری شده در 1-4-5-6

2-1-7- میانگین ضرایب درجه‌بندی - میانگین ضرایب درجه‌بندی عبارتند از , متوسط حسابی هرگونه از سه ضریب درجه‌بندی بدست آمده در (1-1-7) که در آن :

$F_{1m}$  = عبارتست از , میانگین ضریب درجه‌بندی برای محلول آزمودنی

$F_{3m}$  = عبارتست از , میانگین ضریب درجه‌بندی برای محلول آزمودنی تهی (به یادآوری 6 مراجعه شود).

3-1-7- مقدار کادمیوم - مقدار کادمیوم بر حسب میلی‌گرم در کیلوگرم نمک از فرمول زیر بدست می‌آید :

$$\frac{1}{m} (5A_2 \cdot F_{1m} - A_5 \cdot F_{3m})$$

که در آن :

$A_2$  = جذب انداز‌گیری شده برای محلول نهایی محلول آزمودنی (5-4-5-6) میباشد :

$A_5$  = جذب انداز‌گیری شده برای محلول نهایی محلول آزمودنی تهی (2-4-5-6) میباشد :

$m$  = جرم بخش آزمودنی (1-6) بر حسب گرم است .

2-7- قابلیت تکرار انفرادی<sup>11</sup> و همگانی<sup>12</sup> - برای تحصیل نتایج آماری زیر تجزیه بر روی سه نمونه انجام می‌گیرد , که برای این منظور در هر آزمایشگاه توسط یک آزمایش‌کننده و بر روی هر نمونه دو تجزیه انجام میشود .

(۵) نمک دریا	(۴) نمک مکتی	(۳) نمک سنگ	
۱۵	۱۵	۱۴	تعداد آزمایشگاهها
۰/۰۱۱	۰/۰۰۱	۰/۰۰۲	میانگین ( میلی‌گرم کادمیوم در کیلوگرم نمک )
۰/۰۰۲۲	۰/۰۰۵۴	۰/۰۰۲۶	انحراف معیار برای قابلیت تکرار انفرادی ( $\sigma_r$ )
۰/۰۱۰۲	۰/۰۱۰۴	۰/۰۰۱۱۹	انحراف معیار برای قابلیت تکرار مکانی ( $\sigma_R$ )

یادآوری‌ها

1 - با کمال دقت مراقبت کنید , هیچگونه آثار کادمیوم وارد جریان تجزیه نشود .

2- تمام وسائل و لوازم شیشه‌ای مورد استفاده برای این تعیین مقدار باید به ترتیب زیر شستشو شود و پس از هر عمل ، دقت بسیار با آب پاک گردد .

چنانچه جدارها چرب باشد ، با استفاده از یک برس و مواد پاک‌کننده تمیز کنید . با استفاده از محلول نیتریک اسید (1:2) بشوئید

3- آمونیوم پیرولیدین دی تیوکربامات (APCD) جامد میتواند با کمترین گروه آمونیوم‌دار تجزیه شود .

چنانچه فرآورده حاصل از تجزیه موجود باشد ، بصورت جرم یا کفی بر روی سطح محلول مائی قرار میگیرد که سهولت بوسیله صاف کردن جدا میشود .

4- در مورد ویژه‌ای که نمک حاوی مواد نامحلول در اسید باشد ، جزئیات هرگونه عملیاتی در این استاندارد پیش بینی نشده است ، یا در حد قابل قبول تلقی میشود که همراه هر گونه حادثه‌ای که میتواند تأثیری روی نتایج داشته باشد ، باید گزارش گردد .

5- محلول 6-5-1-1- شماره 1 در جدول عبارتست از محلول آزمایشی

6- اگر نمودار درجه‌بندی ( کالیبراسیون ) خط مستقیم نباشد ، ضرایب درجه بندی مورد استفاده در فرمول 7-1-3 از روی نمودار درجه‌بندی قرائت خواهد شد . و  $F_{1m}$  یا  $F_{3m}$  که میانگین ضرایب درجه بندی هستند ، بکار خواهند رفت .

7- چنانچه تعیین کادمیوم در مقادیر کمتر از حد 0/05 میلی گرم کادمیوم در یک کیلوگرم نمک مورد نظر باشد ، بایستی نکات زیر مورد توجه خاص قرار گیرد .

- آزمایش‌کننده بایستی ماهر و برای این روش دارای تجزیه کافی باشد .

- ظروف بایستی کاملاً تمیز باشد .

- دستگاه در حالت بهینه تنظیم شود .

- محلول‌های استاندارد پایدار بکار رود .

- مواد شیمیائی خالص عاری از کادمیوم بکار رود .

تا کنون استاندارد بین‌المللی برای تعیین مقدار کادمیوم در حد پائین‌تر در دسترس قرار نگرفته است . برای تخمین انداز مگیری این مقدار میتوان از روش توضیح داده شده در پیوست استفاده نمود .

8- اگر سرب و کادمیوم هر دو در یک نمونه نمک مورد اندازه‌گیری باشند ، میتوان آنها را با هم مورد آزمون قرار داد . در این صورت محلول‌های استاندارد مقایسه‌ای را طبق روش ارائه شده توسط کمیسیون استاندارد کمیته اروپائی مطالعه نمک شماره 313 مربوط به تعیین مقدار سرب تهیه کنید .

## پیوست الف

تخمین تعیین مقدار حد کادمیوم

برای انجام تجزیه‌های با حساسیت زیاد در غلظتهای نزدیک به مرز و یا حد تعیین مقدار ، لازمست که انحراف معیار مقادیر تهی کنترل شود . این کنترل بمنظور حصول اطمینان از اینکه نتایج بدست آمده ، دارای معنی و مفهوم باشد و اینکه مقدار واقعی حد اندازه‌گیری مذکور به انحراف معیار ( که در آزمایشگاهی میتواند بدست آورد ) بستگی دارد انجام میگیرد .

محاسبه تعیین مقدار حد کادمیوم

یک سری از نمونه‌ها شامل 10 تعیین مقدار زیر در نظر بگیرید. انحراف معیار کامل نمونه‌های تهی را طبق روش زیر محاسبه کنید:

که در آن :

$Sb_1 = \text{انحراف معیار نمونه تهی}$

$x_{ib1} = \text{مقدار هر یک از نمونه های تهی}$

$\bar{x}_{b1} = \frac{\sum_{i=1}^n x_{ib1}}{n} = \text{میانگین حسابی مقادیر مربوط به نمونه های تهی}$

$n = \text{تعداد اندازه گیری های انجام شده به منظور محاسبه } (n = 10)$

برای محاسبه LD میتوان از رابطه زیر استفاده نمود :

$$LD = \frac{1.0 \sqrt{2}}{\sqrt{m}} \cdot Sb_1$$

$m = \text{تعداد اندازه گیری ها برای نمونه های تهی که در طول تجزیه نمونه انجام شده است. که در عمل } m = 1 \text{ میباشد.}$

مقدار  $Sb_1$  را منظمًا کنترل کنید.

---

Flame Atomic Absorption Spectrometric-1

Mineralization-2

Ammonium Pyrropidine dithiocarbamate (APDC)-3

Atomic Absorption Spectrometric-4

Back Ground correction (B . G . C . ) -5

Cadmium Hollow - Cathode lamp-6

Test Portion-7

Test Solution-8

Blank Test-9

Calibration-10

11- قابلیت تکرار انفرادي , قابلیت تکرار در آزمایشگاه است و بوسیله يك آزمایش کننده ایجاد میشود .  
(Repeatability)

12- قابلیت تکرار همگاني قابلیت تکرار در چند آزمایشگاه میباشد . (Reproducibility)

Rock Salt -13

Vaccum Salt-14

See Salt-15



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

3257



SODIUM CHLORIDE DETERMINATION OF TOTAL CADMIUM CONTENT BY  
FLAME ATOMIC ASSORPTION SPECTROMETRIC METHOD

First Edition