



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۳۶۴۷

چاپ اول

**ISIRI**

**13647**

**1st. Edition**

کیفیت آب – اندازه‌گیری سولفات‌ها –  
روش آنالیز جریان پیوسته (CFA)

**Water quality - Determination of  
sulfates - Method by continuous flow  
analysis (CFA)**

ICS:13.060.50

## به نام خدا

### آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه\* صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup> کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای 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 استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و / یا اقلام وارداتی، 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 آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سا زمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

\* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

1- International organization for Standardization

2 - International Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

### « کیفیت آب - اندازه‌گیری سولفات‌ها - روش آنالیز جریان پیوسته (CFA) »

#### رئیس:

مظلوم اردکانی، محمد  
(دکترای شیمی)

#### سمت و/یا نمایندگی

دانشگاه یزد

#### دبیران:

توکلیان اردکانی، زهرا  
(فوق لیسانس شیمی)  
توکلیان اردکانی، فاطمه  
(لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد  
شرکت پارس معیار سنجش ایساتیس

#### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اقبال، مجتبی  
(لیسانس بهداشت محیط)

شبکه بهداشت و درمان اردکان

باغیانی، هما  
( لیسانس شیمی )

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

پورحکاک، پوران  
( فوق لیسانس شیمی )

شرکت کیمیا پژوهش

سالاری میبدی، محمد حسن امید  
( لیسانس شیمی )

شرکت آب منطقه ای استان یزد

علیدوست، ابراهیم  
( لیسانس شیمی )

شرکت آب و فاضلاب استان یزد

قیصری، ناهید  
(فوق لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

نارگانی، شهره  
( لیسانس شیمی )

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

ناظمی اردکانی، محمد رضا  
(لیسانس شیمی)

شرکت پارس معیار سنجش ایساتیس

وطنخواه اردکانی، مصطفی  
(فوق لیسانس زمین شناسی - هیدرولوژی)

شرکت آب منطقه‌ای استان یزد

## فهرست مندرجات

| عنوان                                                           | صفحه |
|-----------------------------------------------------------------|------|
| آشنایی با موسسه استاندارد                                       | ب    |
| کمیسیون فنی تدوین استاندارد                                     | ج    |
| پیش گفتار                                                       | ه    |
| ۱ هدف و دامنه کاربرد                                            | ۱    |
| ۲ مراجع الزامی                                                  | ۱    |
| ۳ مزاحمت‌ها                                                     | ۲    |
| ۴ اساس روش                                                      | ۲    |
| ۵ مواد و /یا واکنشگرها                                          | ۲    |
| ۶ وسایل                                                         | ۴    |
| ۷ نمونه‌برداری و پیش آماده سازی                                 | ۵    |
| ۸ روش انجام آزمون                                               | ۵    |
| ۹ محاسبه نتایج                                                  | ۷    |
| ۱۰ بیان نتایج                                                   | ۸    |
| ۱۱ گزارش آزمون                                                  | ۸    |
| پیوست الف (اطلاعاتی) مثالی از سیستم CFA برای اندازه‌گیری سولفات | ۹    |
| پیوست ب (اطلاعاتی) دقت و درستی                                  | ۱۰   |
| پیوست پ (اطلاعاتی) کتاب‌نامه                                    | ۱۱   |

## پیش گفتار

استاندارد «کیفیت آب - اندازه‌گیری سولفات‌ها - روش آنالیز جریان پیوسته (CFA)» که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پارس معیار سنجش ایساتیس تهیه و تدوین شده و در هفتصد و هشتاد و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۹/۱۲/۹ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان 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 پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 22743:2006, Cor 1(2007): Water quality - Determination of sulfates - Method by continuous flow analysis (CFA)

## کیفیت آب - اندازه‌گیری سولفات‌ها - روش آنالیز جریان پیوسته (CFA)

**هشدار** - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

**توجه** - کاملاً ضروری است که آزمون‌ها مطابق با این استاندارد، به وسیله کارشناسان مجرب آموزش دیده انجام شود.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش آنالیز جریان پیوسته (CFA)<sup>۱</sup> برای اندازه‌گیری سولفات در انواع مختلف آب (از قبیل آب زیرزمینی، آب آشامیدنی و پساب) است. این روش برای نمونه‌های با غلظت جرمی سولفات از ۳۰ میلی‌گرم بر لیتر تا ۳۰۰ میلی‌گرم بر لیتر کاربرد دارد. این روش برای سایر گستره‌های غلظتی، به شرط این که غلظت نمونه مضرب ده از واحدهای غلظت باشد، کاربرد دارد (یعنی ۱۰۰ میلی‌گرم بر لیتر تا ۱۰۰۰ میلی‌گرم بر لیتر).

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است، که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع الزامی زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران ۹۸۸۶: سال ۱۳۸۶، کیفیت آب - نمونه برداری - نگهداری و جابجایی نمونه‌های آب - آیین کار

2-3 ISO 8466-1, Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function

2-4 ISO 8466-2, Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 2: Calibration strategy for non-linear second-order calibration functions

### ۳ مزاحمت‌ها

یون‌های کلسیم، منیزیم، آهن و آلومینیوم در اندازه‌گیری سولفات مزاحم هستند (خطای منفی). با استفاده از رزین تبادل کاتیونی می‌توان مزاحمت‌ها را کاهش داد. سولفید، سولفیت، فسفات و تانیک اسیدها می‌توانند منجر به خطای مثبت شوند، اما آنها معمولاً در نمونه‌های حقیقی با غلظتی که باعث ایجاد مزاحمت شوند، یافت نمی‌شوند.

### ۴ اساس روش

سولفات در محلول اسیدی با باریم کلرید برای تشکیل باریم سولفات واکنش می‌دهد. اضافی باریم کلرید با متیل تیمول آبی در محلول بازی برای تشکیل کی‌لایت باریم متیل تیمول واکنش می‌دهد. جذب مقادیر آزاد متیل تیمول در طول موج  $(460 \pm 10)$  نانومتر با استفاده از آشکارساز جریان اندازه‌گیری می‌شود. سایر فلزات از قبیل کلسیم، منگنز، آهن و آلومینیوم به وسیله ستون تبادل یونی قبل از واکنش با باریم حذف می‌شوند.

### ۵ مواد و / یا واکنشگرها

در تمام اندازه‌گیری‌ها بجز در موارد تصریح شده از مواد شیمیایی با درجه خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید.

- |      |                                                                                                                                                        |
|------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ۱-۵  | آب، آب مقطر درجه یک مطابق با استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸.                                                                                        |
| ۲-۵  | باریم کلرید دو آبه، $(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ .                                                                                      |
| ۳-۵  | هیدروکلریک اسید غلیظ، با غلظت ۱۲ مول بر لیتر و جرم حجمی ۱/۱۹ گرم بر میلی‌لیتر.                                                                         |
| ۴-۵  | متیل تیمول آبی، $(\text{C}_{37}\text{H}_{43}\text{N}_2\text{O}_{13}\text{SNa})$ یا $(\text{C}_{37}\text{H}_{40}\text{N}_2\text{O}_{13}\text{SNa}_4)$ . |
| ۵-۵  | سورفکتانت، محلول ۳۰ درصد کسر جرمی پلی اکسی اتیلن -۲۳- لوریل اتر $(\text{C}_{12}\text{H}_{25}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{23}\text{OH})$ در آب.           |
| ۶-۵  | سدیم هیدروکسید، $(\text{NaOH})$ .                                                                                                                      |
| ۷-۵  | نمک تتراسدیم اتیلن دی نیتریلو تتراستیک اسید، $(\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_8) \text{Na}_4\text{-EDTA}$ .                   |
| ۸-۵  | آمونیم کلرید، $(\text{NH}_4\text{Cl})$ .                                                                                                               |
| ۹-۵  | محلول آمونیاک، محلول ۲۵ درصد آمونیاک با غلظت ۱۴ مول بر لیتر و جرم حجمی ۰/۹۱ گرم بر میلی‌لیتر.                                                          |
| ۱۰-۵ | اتانول، $(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})$ ، با کسر حجمی ۹۶ درصد و جرم حجمی ۰/۷۹ گرم بر میلی‌لیتر با درجه خلوص غذایی یا خلوص بالا.                      |

- ۱۱-۵ سدیم سولفات، ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )، خشک شده به مدت دو ساعت در دمای ۱۰۵ درجه سلسیوس.
- ۱۲-۵ رزین تبادل کاتیونی، 'DOWEX 50W-X8'، با اندازه ذرات ۰/۳ میلی‌متر تا ۰/۸ میلی‌متر به فرم  $\text{H}^+$ .
- ۱۳-۵ محلول باریم کلرید
- در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری، ( $1 \pm 917$ ) میلی‌گرم باریم کلرید دوآبه (بند ۵-۲) را در حدود ۵۰۰ میلی‌لیتر آب (۵-۱) حل کرده و سپس آن را با آب (۵-۱) به حجم برسانید. این محلول به مدت یک ماه برای ذخیره در شرایط دمایی (۲ تا ۶) درجه سلسیوس پایدار است.
- ۱۴-۵ هیدروکلریک اسید رقیق، با غلظت یک مول بر لیتر
- در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری، ۸۲ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۵-۳) را در تقریباً ۸۰۰ میلی‌لیتر آب رقیق کرده و سپس آن را با آب (۵-۱) به حجم برسانید.
- ۱۵-۵ محلول متیل تیمول بلو
- در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری، ( $1 \pm 160$ ) میلی‌گرم متیل تیمول بلو (۵-۴) را در ۵۰ میلی‌لیتر محلول باریم کلرید (۵-۱۳) حل کنید. ۴۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید رقیق (۵-۱۴) و ۳۶۰ میلی‌لیتر اتانول (۵-۱۰) به آن اضافه کنید. محلول را با آب (۵-۱) به حجم برسانید. یک میلی‌لیتر سورفکتانت (۵-۵) به آن اضافه کنید. این محلول به مدت یک هفته در دمای (۲ تا ۶) درجه سلسیوس پایدار است.
- ۱۶-۵ محلول بافر  $\text{Na}_4\text{-EDTA}$ ،  $\text{pH}=10.5$
- در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری، ۶/۷۵ گرم آمونیوم کلرید (۵-۸) و ۴۰ گرم  $\text{Na}_4\text{-EDTA}$  (۵-۷) را در حدود ۵۰۰ میلی‌لیتر آب (۵-۱) حل کنید. ۵۷ میلی‌لیتر محلول آمونیاک (۵-۹) به آن اضافه کرده و سپس با آب (۵-۱) به حجم برسانید.
- ۱۷-۵ محلول سدیم هیدروکلرید، با غلظت ۰/۲۵ مول بر لیتر
- در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری، ۱۰/۰ گرم سدیم هیدروکسید (۵-۶) را در حدود ۵۰۰ میلی‌لیتر آب (۵-۱) حل کرده و سپس با آب به حجم برسانید.
- ۱۸-۵ محلول ذخیره سولفات، با جرم حجمی سولفات ۳۰۰۰ میلی‌گرم بر لیتر
- در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری، ( $1 \pm 4436$ ) میلی‌گرم سدیم سولفات (۵-۱۱) را در حدود ۵۰۰ میلی‌لیتر آب (۵-۱) حل کرده و سپس با آب به حجم برسانید.

#### ۱۹-۵ محلول سولفات، با جرم حجمی سولفات ۶ میلی گرم بر لیتر

در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری، ۲۱۰۰ میلی لیتر محلول ذخیره سولفات (۵-۱۸) را با تقریباً ۸۰۰ میلی لیتر آب (۵-۱) رقیق کرده و سپس با آب به حجم برسانید. یک میلی لیتر سورفکتانت (۵-۵) به آن اضافه کنید.

**یادآوری-** محلول سولفات به منظور دستیابی به حالت خطی بهتر در قسمتهای پایین تر منحنی کالیبراسیون اضافه می شود. با توجه به غلظت سولفات در شاهد یا کیفیت متیل تیمول بلو، مقدار سولفات اضافه شده را میتوان کمی تغییر داد. بدون افزایش سولفات قسمت پایین تر منحنی خطی نخواهد بود.

#### ۲۰-۵ محلول های کالیبراسیون

حداقل پنج محلول کالیبراسیون با رقیق کردن محلول ذخیره سولفات (۵-۱۸) آماده کنید. در جدول یک مثالهایی از آماده سازی ده محلول کالیبراسیون در محدوده ۳۰ میلی گرم بر لیتر تا ۳۰۰ میلی گرم بر لیتر آورده شده است.

جدول یک - مثالی برای آماده سازی ده محلول کالیبراسیون سولفات در محدوده ۳۰ میلی گرم بر لیتر تا ۳۰۰ میلی گرم بر لیتر

|                                                                                 |    |    |    |     |     |     |     |     |     |     |
|---------------------------------------------------------------------------------|----|----|----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| حجم محلول ذخیره سولفات (۵-۱۸) بر حسب میلی لیتر که تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق شده است | ۱  | ۲  | ۳  | ۴   | ۵   | ۶   | ۷   | ۸   | ۹   | ۱۰  |
| غلظت سولفات در محلول کالیبراسیون بر حسب میلی گرم بر لیتر                        | ۳۰ | ۶۰ | ۹۰ | ۱۲۰ | ۱۵۰ | ۱۸۰ | ۲۱۰ | ۲۴۰ | ۲۷۰ | ۳۰۰ |

#### ۶ وسایل

#### ۱-۶ آنالیز جریان پیوسته (CFA)

سیستم به طور کلی شامل اجزای زیر می باشد (به شکل الف - ۱ پیوست الف مراجعه شود).

۶-۱-۱ نمونه‌گیر یا وسیله دیگر، با قابلیت تجدیدپذیری برداشت نمونه

۶-۱-۲ ظروف واکنشگر

۶-۱-۳ پمپ با پالس کم (ضعیف)، همراه با لوله‌های مقاوم شیمیایی

۶-۱-۴ رابط ورودی، از جنس شیشه یا مواد شیمیایی بی‌اثر با قابلیت استفاده برای اجزاء هوا، نمونه و واکنشگر.

۶-۱-۵ فتومتر، با سل جریان با طول مسیر نوری برای مثال ۱۰ میلی‌متر و دامنه طول موج ۴۵۰ نانومتر تا ۴۷۰ نانومتر.

۶-۱-۶ واحد نمایش و جمع‌آوری داده‌ها، از قبیل رایانه، ثابت، چاپگر یا رسام.

۶-۲ بالن‌های مدرج، با ظرفیت اسمی ۱۰۰ میلی‌لیتر تا ۱۰۰۰ میلی‌لیتر.

۶-۳ پی‌پت‌های مدرج، با ظرفیت اسمی (۱، ۲، ۳، ۴، ۵، ۶، ۷، ۸، ۹، ۱۰ و ۵۰) میلی‌لیتر.

۶-۴ ستون تبادل کاتیونی

لوله شیشه‌ای با طول حداقل ۱۰ سانتی‌متر و قطر داخلی تقریباً ۲ میلی‌متر. رزین تبادل کاتیونی را در آب (۵-۱) به صورت سوسپانسیون درآورید و لوله را با این مخلوط پر کنید. دو طرف لوله را با تقریباً ۵ میلی‌متر پشم شیشه ببندید.

## ۷ نمونه‌برداری و پیش آماده‌سازی نمونه

مطابق استاندارد ملی ایران به شماره ۹۸۸۶ نمونه‌برداری کنید.

همه ظروف در تماس با نمونه را قبل از استفاده با آب (۵-۱) بشویید.

نمونه‌ها را می‌توان در ظروف شیشه‌ای یا پلاستیکی حداکثر به مدت یک ماه نگهداری کرد. استفاده از نگهدارنده جهت حفاظت نمونه قبل از آزمون لازم نیست (به استاندارد ملی ایران به شماره ۹۸۸۶ مراجعه کنید). در صورت نیاز، قبل از آزمون، نمونه را صاف کنید.

## ۸ روش انجام آزمون

### ۸-۱ آماده‌سازی برای آزمون

تجزیه‌گر جریان را مطابق شکل الف-۱ در پیوست الف تنظیم کنید.

هیدروکلریک اسید (۵-۱۴) را به مدت ۱۵ دقیقه برای احیای ستون تبادل یونی (۶-۴) پمپ کنید. از پمپ برای تزریق محلول سولفات (۵-۱۹) استفاده کنید. ستون را با جریان دادن آب (۵-۱) درون آن به مدت ۱۰ دقیقه بشویید.

واکنشگرها (به شکل الف-۱ مراجعه کنید) را به مدت ۱۵ دقیقه پمپ کرده و خط زمینه را روی صفر تنظیم کنید.

موقعی تجزیه‌گر قابل استفاده است که هیچ اختلالی در خط زمینه وجود نداشته باشد. مطابق با بند ۸-۲ تا ۸-۵ عمل کنید.

## ۸-۲ الزامات کیفیت برای سیستم اندازه‌گیری

### ۸-۲-۱ کنترل کارایی دستگاه

الزامات زیر را بکار برید:

الف در سیستم تجزیه‌ای که مطابق بند (۸-۱) آماده شده، یک محلول کالیبراسیون (۵-۲۰) با غلظت سولفات تقریباً ۱۰۰ میلی‌گرم بر لیتر باید حداقل جذبی برابر  $0.260 \text{ cm}^{-1}$  را نشان دهد. در غیر این صورت، سیستم جریان مناسب نیست و باید با سیستمی که این الزامات را برآورده می‌سازد، جایگزین شود.

اگر آشکارساز فتومتری (۶-۱-۵) هیچ جذبی را نشان ندهد، جذب می‌تواند به وسیله مقایسه با فتومتر خارجی سنجش جذب، اندازه‌گیری شود. در این گونه موارد، مقدار مناسبی از مخلوط واکنش (حاوی نمونه) و محلول‌های واکنشگر مناسب باید به طور دستی آماده شود و سپس بوسیله فتومتر خارجی اندازه‌گیری شود.

ب محلول کالیبراسیون (۵-۲۰) با غلظت سولفات ۳۰ میلی‌گرم بر لیتر باید نسبت علامت به نوفه، حداقل سه به یک (۳:۱) را نشان دهد.

### ۸-۲-۲ آزمون روزانه حساسیت

در صورت استفاده از ثبات برای اندازه‌گیری، ردیاب نمونه<sup>۱</sup> را بعد از تثبیت خط زمینه به محلول کالیبراسیون سولفات (۵-۲۰) برای مثال ۳۰۰ میلی‌گرم بر لیتر متناسب با دامنه کل مقیاس) منتقل کنید. هنگامی که پاسخ مثبت ناشی از رنگ تولید شده از محلول کالیبراسیون در ثبات وجود دارد، پاسخ را برای خواندن ۹۵ درصد از مقیاس کل تنظیم کنید.

## ۸-۳ کالیبراسیون

هر محدوده را با حداقل پنج محلول کالیبراسیون (۵-۲۰) با غلظت‌هایی که به طور مساوی در سرتاسر دامنه کاری توزیع شده و آب (۵-۱) به عنوان شاهد کالیبره کنید. محلول‌های کالیبراسیون مناسب (۵-۲۰) را انتخاب کنید.

اگر محدوده کاری متفاوتی استفاده می‌شود، برای هر دامنه کاری، کالیبراسیون مجزایی انجام دهید. قبل از شروع آزمون، خط زمینه را مطابق توصیه کارخانه سازنده یا روش مناسب دیگری تنظیم کنید.

با استفاده متوالی از محلول‌های کالیبراسیون و شاهد، آزمون را انجام دهید و مقادیر اندازه‌گیری را بر طبق این محلول‌ها بدست آورید. منحنی کالیبراسیون را مطابق استاندارد ISO 8466-1 ترسیم کنید.

اگر آزمون خطی بودن شرح داده شده در استاندارد فوق نشان داد که منحنی کالیبراسیون خطی نیست، منحنی کالیبراسیون را مطابق استاندارد ISO 8466-2 ترسیم کنید. شرایط آزمون برای استانداردها و نمونه‌ها یکسان است (به بند ۸-۴ مراجعه شود). علامت خروجی با غلظت سولفات متناسب است.

معادلات ۱ و ۲ به شرح زیر استفاده شده‌اند:

برای منحنی‌های خطی:

$$y=a+bp \quad (1)$$

برای منحنی‌های غیر خطی:

$$y=a+(bp)+(cp^2) \quad (2)$$

که در آن‌ها:

- y مقدار اندازه‌گیری شده بر حسب واحدهای مربوطه سیستم؛
- a عرض از مبدأ منحنی کالیبراسیون بر حسب واحدهای مربوطه سیستم؛
- b ضریب تابع کالیبراسیون بر حسب واحدهای وابسته سیستم در لیتر بر میلی گرم؛
- c ضریب تابع کالیبراسیون بر حسب واحدهای مربوطه سیستم در مربع لیتر بر مربع میلی گرم؛
- p غلظت جرمی سولفات بر حسب میلی گرم بر لیتر.

#### ۸-۴ اندازه‌گیری

نمونه‌ها را به همان روش محلول‌های کالیبراسیون آزمون کنید. اگر غلظت نمونه خارج از محدوده کاری انتخابی است، نمونه را در محدوده دیگری آزمون کنید و یا قبل از آزمون آن را رقیق کنید.

بعد از اندازه‌گیری هر سری نمونه، حداکثر بعد از هر ۲۰ اندازه‌گیری، سیستم کالیبراسیون را با استفاده از محلول‌های کالیبراسیون (۵-۲) برای نقاط پایین‌تر و بالاتر از دامنه کاری مورد نظر کنترل کنید. اگر نتایج این دو محلول خارج از حدود اطمینان منحنی کالیبراسیون قرار گرفت، سیستم را دوباره کالیبره کنید (به استاندارد ISO 8466-1 مراجعه کنید).

#### ۸-۵ پایان کار سیستم

سیستم را با اتصال لوله‌های پمپ حاوی واکنشگر متیل تیمول بلو (۵-۱۵) و محلول سدیم هیدروکسید (۵-۱۷) با محلول Na<sub>4</sub>-EDTA (۵-۱۶) بشویید. بعد از ۱۵ دقیقه، محلول Na<sub>4</sub>-EDTA را با آب (۵-۱) جایگزین کرده و به مدت ۱۵ دقیقه بشویید.

#### ۹ محاسبه نتایج

غلظت جرمی سولفات در نمونه را با استفاده از معادلات ۳، ۴ و ۵ محاسبه کنید:

برای منحنی‌های خطی:

$$\rho=(y-a)/b \quad (3)$$

برای منحنی‌های غیر خطی با انحناء منفی:

$$\rho = -\frac{b}{2c} - \sqrt{\left(\frac{b}{2c}\right)^2 - \frac{a-y}{c}} \quad (4)$$

برای منحنی‌های غیر خطی با انحناء مثبت:

$$\rho = -\frac{b}{2c} + \sqrt{\left(\frac{b}{2c}\right)^2 - \frac{a-y}{c}} \quad (5)$$

برای توضیح در مورد علائم به بند ۸-۳ مراجعه کنید.

محاسبه غلظت جرمی سولفات نمونه‌ها را بر اساس دامنه کالیبراسیونی که در آن دامنه قرار گرفته‌اند، انجام دهید. منحنی کالیبراسیون را در بالاتر از غلیظ‌ترین محلول کالیبراسیون برون یابی نکنید.

## ۱۰ بیان نتایج

نتایج را بر حسب میلی‌گرم بر لیتر یا گرم در لیتر تا حداکثر دو رقم معنی‌دار گزارش کنید.  
مثال:

غلظت جرمی سولفات: ۳۵ mg/l

غلظت جرمی سولفات: ۰٫۱۴ g/l

## ۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۱ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۱ مشخصات کامل نمونه؛

۳-۱۱ روش آماده‌سازی نمونه؛

۴-۱۱ توصیف نوع تجزیه‌گر یا شرایط جریان استفاده شده؛

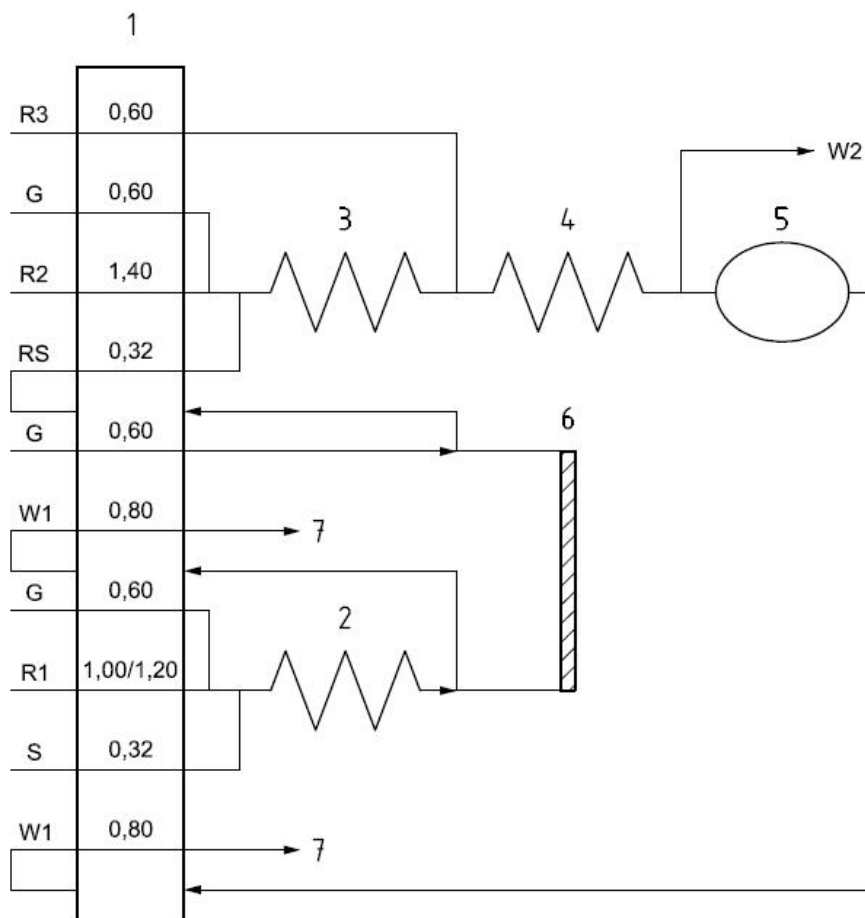
۵-۱۱ نتایج آزمون مطابق بند ۱۰؛

۶-۱۱ هر انحرافی از این روش یا هر پیشامدی که ممکن است تأثیری روی نتایج حاصل داشته باشد.

## پیوست الف

(اطلاعاتی)

مثالی از سیستم CFA برای اندازه‌گیری سولفات



راهنما:

- ۱ پمپ، سرعت جریان بر حسب میلی‌لیتر بر دقیقه؛
- ۲ سیم‌پیچ واکنش، طول: ۷۰ سانتی‌متر، قطر داخلی ۱/۵ میلی‌متر؛
- ۳ سیم‌پیچ واکنش، طول: ۱۳۵ سانتی‌متر، قطر داخلی ۱/۵ میلی‌متر؛
- ۴ سیم‌پیچ واکنش، طول: ۷۰ سانتی‌متر، قطر داخلی ۱/۵ میلی‌متر؛
- ۵ آشکارساز، طول مسیر نوری: ۱۰ سانتی‌متر، طول موج:  $(460 \pm 10)$  نانومتر
- ۶ ستون تبادل یونی، طول ۳۰ سانتی‌متر و قطر داخلی ۲/۰ میلی‌متر؛
- ۷ پساب؛
- G هوا، سرعت جریان: ۰/۶۰ میلی‌لیتر بر دقیقه؛
- S نمونه اصلی، سرعت جریان ۰/۳۲ میلی‌لیتر بر دقیقه؛
- RS نمونه بعد از ستون فراوری، سرعت جریان: ۰/۳۲ میلی‌لیتر بر دقیقه؛
- R1 محلول سولفات (۵-۱۹)، سرعت جریان: ۱/۰۰ میلی‌لیتر بر دقیقه یا ۱/۲۰ میلی‌لیتر بر دقیقه؛
- R2 محلول متیل تیمول بلو (۵-۱۵)، سرعت جریان: ۱/۴۰ میلی‌لیتر بر دقیقه؛
- R3 محلول سدیم هیدروکسید (۵-۱۷)، سرعت جریان: ۰/۶۰ میلی‌لیتر بر دقیقه؛
- W1 مخلوط واکنش منتقل شده به پساب، سرعت جریان: ۰/۸۰ میلی‌لیتر بر دقیقه؛
- W2 حباب‌های هوا با مقدار کمی از مخلوط واکنش.

شکل الف-۱ - اندازه‌گیری سولفات به روش CFA در دامنه ۳۰ میلی‌گرم بر لیتر تا ۳۰۰ میلی‌گرم بر لیتر

## پیوست ب

### (اطلاعاتی)

### دقت و درستی

اطلاعات آماری ارائه شده در جدول ب- ۱ بر اساس یک آزمون بین آزمایشگاهی که با مشارکت ۱۴ آزمایشگاه در فوریه سال ۲۰۰۵ انجام شده، بدست آمده است.

#### جدول ب-۱- داده‌های کارایی اندازه‌گیری سولفات به روش CFA

| نمونه <sup>a</sup>                                                                                                                                      | ماتریس                                                                                | l  | n  | n <sub>AP</sub><br>% | x <sub>exp</sub><br>mg/l | x<br>mg/l | η<br>% | S <sub>R</sub><br>mg/l | CV <sub>R</sub><br>% | S <sub>r</sub><br>mg/l | CV <sub>r</sub><br>% |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|----|----|----------------------|--------------------------|-----------|--------|------------------------|----------------------|------------------------|----------------------|
| ۱                                                                                                                                                       | آب آشامیدنی                                                                           | ۱۴ | ۵۵ | ۱/۸                  | ۲۹۲                      | ۲۸۱/۴     | ۹۶     | ۱۶/۲۷                  | ۵/۷۸۲                | ۳/۵۸۸                  | ۱/۲۷۵                |
| ۲                                                                                                                                                       | آب سطحی                                                                               | ۱۳ | ۵۲ | ۷/۱                  | ۱۸۸                      | ۱۸۸       | ۱۰۰    | ۶/۵۸۹                  | ۳/۵۰۵                | ۱/۷۷۲                  | ۰/۹۴۳                |
| ۳                                                                                                                                                       | پساب                                                                                  | ۱۳ | ۵۲ | ۷/۱                  | ۶۶/۸                     | ۶۳/۴      | ۹۵     | ۴/۱۸۶                  | ۶/۶۰۳                | ۰/۷۹۴                  | ۱/۲۵۲                |
| l                                                                                                                                                       | تعداد آزمایشگاه‌ها (به جز آزمایشگاه‌های دارای نتایج دور افتاده) ( $\geq 8$ مقدار حد)؛ |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| n                                                                                                                                                       | تعداد مقادیر تجزیه‌ای منفرد به جز مقادیر دور افتاده ( $\geq 24$ مقدار حد)؛            |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| n <sub>AP</sub>                                                                                                                                         | نسبت مقادیر دور افتاده نسبی ( $\leq 25\%$ مقدار حد)؛                                  |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| x <sub>exp</sub>                                                                                                                                        | مقدار صحیح پذیرفته شده؛                                                               |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| x                                                                                                                                                       | میانگین کل، وابسته به مقادیر پرت؛                                                     |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| η                                                                                                                                                       | سرعت بازیافت؛                                                                         |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| S <sub>R</sub>                                                                                                                                          | انحراف استاندارد تجدیدپذیری؛                                                          |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| CV <sub>R</sub>                                                                                                                                         | ضریب واریانس تجدیدپذیری؛                                                              |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| S <sub>r</sub>                                                                                                                                          | انحراف استاندارد تکرارپذیری؛                                                          |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| CV <sub>r</sub>                                                                                                                                         | ضریب واریانس تکرارپذیری.                                                              |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| یادآوری ۱- در صورتی که ضرایب داخلی واریانس بزرگتر از ۲/۵ درصد نباشد، مطابق استاندارد ملی ایران به شماره ۷۴۴۲-۲ جایگزینی مقادیر پرت نوع C انجام نمی‌شود. |                                                                                       |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| یادآوری ۲- مقادیر واقعی پذیرفته شده با استفاده از روش LC ارائه شده در استاندارد ISO 10304-2 اندازه‌گیری شده‌اند.                                        |                                                                                       |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| <sup>a</sup> نمونه‌های استفاده شده:                                                                                                                     |                                                                                       |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| ۱                                                                                                                                                       | آب آشامیدنی (شهر برلین)                                                               |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| ۲                                                                                                                                                       | آب سطحی (لندور کانل، برلین)                                                           |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |
| ۳                                                                                                                                                       | پساب خانگی (شهر برلین)                                                                |    |    |                      |                          |           |        |                        |                      |                        |                      |

پیوست ب

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- [1] RUZICKA, J., HANSEN, E.H. Flow Injection Analysis, published by Wiley & Sons, 1981
- [2] MÖLLER, J. Flow Injection Analysis, Analytiker Taschenbuch, Bd. 7, published by Springer Verlag, 1988, pp. 199 to 275, in German
- [3] SKEGGS, L.T. Anal. Chem., 38(6), 1966, 31 A
- [4] APHA/AWWA/WEF, Standard methods for the examination of water and waste water. 1998, 20th edition, 4-179 to 4-181
- [5] COLOVOS, G., PANESAR, M.R., PARRY, E.P. Linearizing the calibration curve in determination of sulfate by the methylthymol blue method, Anal. Chem. 48(12), 1976, pp. 1693-1696
- [6] ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- [7] ISO 10304-1, Water quality - Determination of dissolved fluoride, chloride, nitrite, orthophosphate, bromide, nitrate and sulfate ions, using liquid chromatography of ions - Part 1: Method for water with low contamination
- [8] ISO 10304-2, Water quality - Determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions- Part 2: Determination of bromide, chloride, nitrate, nitrite, orthophosphate and sulfate in waste water