

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

تلفن: ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلاممیز)

تلفن: ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹



مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





INSO
9381
1st. Revision
2019

Identical with
ASTM D3375:
2018

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران
۹۳۸۱
تجدیدنظر اول
۱۳۹۷

مواد مبادله‌کننده یونی - تعیین ظرفیت ستون
با بستر مخلوط ریزدانه - روش آزمون

**Ion exchange materials - Determination
of column capacity of particulate mixed
bed - Test method**

ICS: 71.100.40

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۸۸۸۷۹۴۶۱-۵

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۰۲۶ (۳۲۸۰۶۰۳۱) - ۸

دورنگار: ۰۲۶ (۳۲۸۰۸۱۱۴)

ایمیل: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکترونیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیستمحیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیستمحیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسائل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاه، واسنجی وسائل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبهای و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Métrologie Legale)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«مواد مبادله‌کننده یونی - تعیین ظرفیت ستون با بستر مخلوط ریزدانه - روش آزمون»

سمت و / یا محل اشتغال:

رئیس:

عضو هیئت علمی - پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه
استاندارد (دکتری شیمی آلب)

دبیر:

کارشناس استاندارد - شرکت رویان پژوهان سینا
افتخاری دافچاهی، سمیه (کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

اعضا: (اسمی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس - شرکت رویان پژوهان سینا
اسمعیلی طارم‌سری، معصومه (دکتری شیمی فیزیک)

کارشناس - شرکت نگین طیف پارس
حکمتیان، علی‌اصغر (کارشناسی شیمی)

سرپرست اداره امور آزمایشگاهها - اداره کل استاندارد همدان
ردائی، احسان (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

مدیر کنترل کیفیت - شرکت رنگ پیام غرب
شیخی صارم، رویا (دکتری شیمی معدنی)

کارشناس - شرکت رویان پژوهان سینا
صنعتگر دلشداد، الهام (کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

مدیر کنترل کیفیت - شرکت پالایش الموت آبادان
صیافی، سید محمد (کارشناسی شیمی)

کارشناس - پارک علم و فناوری همدان
فراهانچی، مجتبی (کارشناسی ارشد مهندسی صنایع)

سمت و/یا محل اشتغال:

اعضا: (سامی به ترتیب حروف الفبا)

مدیر کنترل کیفیت- شرکت فراپل جم

فرهادی، ذکریا

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

کارشناس - آزمایشگاه شیمی تجزیه راک

موسوی داویجانی، پروین

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

مدیر کیفی- آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک همدان

نجفی، امیر

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

عضو هیئت علمی- دانشگاه بوعلی سینا همدان

هاشمی، مهدی

(دکتری شیمی تجزیه)

ویراستار:

سرپرست اداره امور آزمایشگاهها- اداره کل استاندارد همدان

ردائی، احسان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	مراجع الزامی
۲	اصطلاحات و تعاریف
۲	اصول آزمون
۲	اهمیت و کاربرد
۳	وسایل
۵	مواد و/یا واکنشگرها
۷	نمونه برداری
۷	روش اجرای آزمون
۸	روش محاسبه
۹	گزارش آزمون
۹	دقت و اریبی
۱۰	کنترل کیفیت

پیش‌گفتار

استاندارد «مواد مبادله‌کننده یونی- تعیین ظرفیت ستون با بستر مخلوط ریزدانه - روش آزمون» که نخستین‌بار در سال ۱۳۸۶ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یکهزار و ششصد و شصت و نهمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی مورخ ۱۳۹۷/۱۰/۱۵ تصویب شد. اینک این استاندارد 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.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۹۳۸۱: سال ۱۳۸۶ می‌شود.

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

ASTM D3375: 2018, Standard Test Method for Column Capacity of Particulate Mixed Bed Ion Exchange Materials

مواد مبادله‌کننده یونی - تعیین ظرفیت ستون با بستر مخلوط ریزدانه - روش آزمون

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین عملکرد مواد مبادله‌کننده یونی با بستر مخلوط ریزدانه به شکل بازیابی شده می‌باشد که برای تولید آب یون‌زدایی استفاده می‌شود. این استاندارد برای آزمون مواد بستر مخلوط استفاده نشده و نمونه‌هایی از مواد بازیابی شده در بستر مخلوط از واحدهای عملکردی کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابط وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعتی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D1125, Test Methods for Electrical Conductivity and Resistivity of Water

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۷۶: سال ۱۳۸۳، کیفیت آب - تعیین هدایت الکتریکی، با استفاده از استاندارد چندین منبع تدوین شده است.

2-2 ASTM D1129, Terminology Relating to Water

2-3 ASTM D1193, Specification for Reagent Water

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 3696: 1987 تدوین شده است.

2-4 ASTM D1293, Test Methods for pH of Water

2-5 ASTM D1782, Test Methods for Operating Performance of Particulate Cation-Exchange Materials

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۲۷۳: سال ۱۳۹۱، کیفیت آب - تعیین کارایی عملکرد مواد مبادله‌کننده کاتیونی ریزدانه، با استفاده از استاندارد ASTM D1782: 2009 تدوین شده است.

2-6 ASTM D2687, Practices for Sampling Particulate Ion-Exchange Materials

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۶۲۶۰: سال ۱۳۹۱، کیفیت آب- نمونه برداری از مواد مبادله‌کننده یونی ریزدانه، با استفاده از استاندارد ۲۰۰۷: ASTM D2687 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

۳-۱ در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ASTM D1129، به کار می‌روند.

۴ اصول آزمون

۴-۱ این روش آزمون شامل تخلیه^۱ ستون مواد مبادله‌کننده یونی با بستر مخلوط به شکل بازیابی شده با محلول شویشی با حجم و ترکیب معین، تا رسیدن به نقطه پایانی مشخص، می‌باشد.

۵ اهمیت و کاربرد

۵-۱ این روش آزمون را می‌توان جهت ارزیابی مواد مبادله‌کننده یونی استفاده نشده در بستر مخلوط، برای انطباق با ویژگی‌ها، مورد استفاده قرار داد. هنگامی که می‌توان نمونه معرف بستر مخلوط را از واحد عملکردی تهیه کرد، با مقایسه داده‌های یکسان به دست آمده با مواد جدید، از همان بهره‌های تولید یا نمونه‌های نگهداری شده از فرآورده‌های در محل، می‌توان از این روش آزمون جهت ارزیابی بازده بازیابی^۲ استفاده کرد.

۵-۲ در این روش آزمون امکان محاسبه ظرفیت بر حسب حجم آب تصفیه شده به میزان هدایت الکتریکی در نقطه پایانی، وجود دارد.

۵-۳ همچنین در این روش آزمون، فرض می‌شود که مواد مبادله‌کننده کاتیونی با یک اسید به شکل هیدروژنی و مواد مبادله‌کننده آنیونی با یک قلیا، به شکل هیدروکسید یا به شکل باز آزاد، بازیابی می‌شوند. در کاربردهای معین ممکن است با مواد مبادله‌کننده کاتیونی به شکل پتابسیمی، آمونیمی یا سایر شکل‌های تک ظرفیتی مواجه شد. چنین موادی را می‌توان با استفاده از روش‌های آزمون ارائه شده در استاندارد ASTM D1782 آزمون کرد.

۵-۴ در اغلب موارد، فرآورده مورد آزمون به درستی مخلوط خواهد شد و حاوی نسبت صحیحی از مواد مبادله‌کننده آنیونی یا کاتیونی است. به هر حال، در صورتی که pH و همچنین هدایت الکتریکی پساب خروجی اندازه‌گیری شود، این استاندارد مشخص می‌کند که کدام نوع از اجزاء به مقدار اضافی وجود دارد.

1- Exhaust
2- Regeneration

وجود اسید در پساب خروجی، نشانگر افزایش گروههای مبادله‌کننده کاتیونی بازیابی شده و وجود مقادیر بالای قلیا در پساب خروجی، نشانگر افزایش گروههای مبادله‌کننده آنیونی بازیابی شده است. در چنین مواردی، حجم‌هایی که از شستشوی معکوس نهایی دو جزء به دست می‌آیند، نشان می‌دهد که این عدم تعادل ناشی از بازیابی نامناسب است یا از نسبت نادرست دو جزء می‌باشد. باید توجه داشت که همه واحدها با نسبت‌های متعادلی از مواد مبادله‌کننده آنیونی و کاتیونی بارگذاری نمی‌شوند. بنابراین در صورت امکان، توصیه می‌شود یک نمونه مستعمل در مقایسه با نمونه استفاده نشده مورد ارزیابی قرار گیرد.

۵-۵ این روش آزمون برای محاسبه ظرفیت بر اساس وزن مرتبط یا مقدار حجم می‌باشد. اگرچه این مواد به طور معمول به صورت واحد حجمی خرید و فروش می‌شوند، اما در واقع بر اساس وزن مرتبط بسته‌بندی می‌شوند. بنابراین تعیین ظرفیت بر اساس وزن مرتبط مستقیما با مقدار مواد داده شده در محموله ارتباط دارد.

۵-۶ محاسبه ظرفیت حجمی بر اساس ظرفیت حجم جداگانه از اجزای ستون پس از شستشوی معکوس و تهنشینی مجدد بستر می‌باشد. این حجم به این دلیل انتخاب می‌شود که تجدیدپذیری نتایج در نمونه‌برداری از رزین‌های بازیابی شده در ستون‌هایی با قطر کم، اگر غیرممکن نباشد، قضاوی بسیار مشکل است.

۵-۷ این روش برای آزمون کارتريچ‌های رزینی بستر مخلوط استفاده می‌شود. در چنین مواردی، به منظور جبران حجم تقریبی رزین در آزمایه^۱، سرعت جریان آب آزمون و تکرار نمونه‌برداری برای حجم رزین برداشتی باید متغیر باشد. برای انجام آزمون، حجم تقریبی ۳۳۰ ml از رزین موردنیاز می‌باشد.

۶ وسائل

۶-۱ وسیله آزمون^۲، (به شکل ۱ مراجعه شود). وسیله آزمون شامل قسمت‌های زیر است:

۶-۱-۱ ستون، شفاف، با قطر داخلی cm (25 ± 0.25) و طول تقریبی ۱۵۰ cm. انتهای ستون باید بسته و دارای یک خروجی با قطر داخلی تقریبی ۶ mm باشد. در بالا و پایین ستون، اتصالات باید به نحوی باشند که محلول‌های شرح داده شده در زیربند ۴-۷ به راحتی خارج یا وارد شوند. وسایل مناسبی برای اندازه‌گیری و تنظیم جریان باید وجود داشته باشد. نگهدارنده برای نمونه باید به نحوی طراحی شود که فاصله نمونه تا خروجی ستون حداقل ۵ cm باشد. ستون را به نحوی کالیبره کنید تا حجم موردنیاز برای روش آزمون به راحتی خوانده شود. تمامی اندازه‌گیری‌های کالیبراسیون را در دمای $25\pm 5^{\circ}\text{C}$ انجام دهید.

۶-۱-۲ نگهدارنده نمونه، باید به نحوی طراحی شود که فاصله نمونه تا خروجی ستون حداقل ۵ cm باشد. از بسترهای نگهدارنده پیشنهادی شامل بسترهای کوارتزی، شنی، دانه‌های شیشه‌ای یا مواد دیگر با

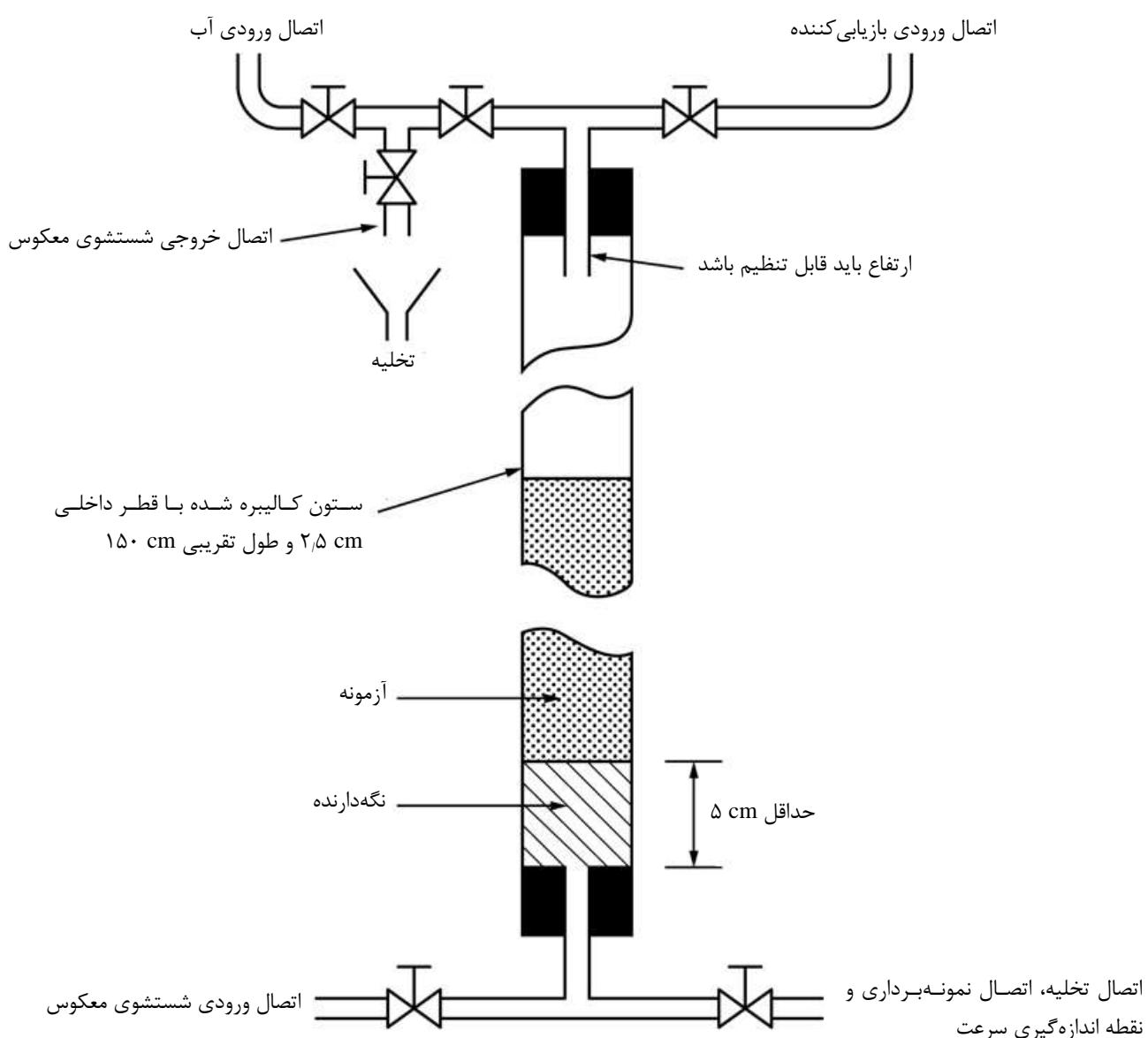
1- Test sample

2- Test Assembly

قطر ۱,۵ mm تا ۳,۵ mm، که غیرقابل حل در واکنشگرهای مورد استفاده باشند و بر روی یک غربال مقاوم به خوردگی قرار گرفته‌اند، استفاده می‌شود.

۲-۶ سلول‌های اندازه‌گیری جریان و هدایت بر خط، مطابق با استاندارد ASTM D1125. یک ثبات پیوسته توصیه می‌شود.

۳-۶ pH متر، همراه با الکترودها مطابق با استاندارد ASTM D1293. یک ثبات پیوسته توصیه می‌شود.



شکل ۱- آرایش نوعی وسایل برای آزمون کارایی مواد تبادل یونی

۷ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۷ خلوص واکنشگرها، در طول تجزیه، فقط از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید، مگر اینکه نوع دیگری مشخص شده باشد. موادی با خلوص دیگر نیز ممکن است استفاده شوند، مشروط بر آنکه ابتدا معلوم شود که این مواد دارای خلوص کافی هستند تا کاربرد آن‌ها، بدون کاهش صحت اندازه‌گیری‌ها مجاز گردد.

۲-۷ خلوص آب، در طول تجزیه، به غیر از موارد مشخص شده، از آب درجه I یا II مطابق با ویژگی‌های استاندارد ASTM D1193، همراه با الزامات بیشتر که در آن غلظت سیلیس کمتر از 1 mg/l باشد، استفاده می‌شود.

۳-۷ محلول آمونیم هیدروکسید (NH_4OH) با وزن مخصوص 0.90 g/ml را تا حجم 500 ml با آب رقیق کنید و به طور مداوم هم بزنید. سپس تا دمای $25\pm 5^\circ\text{C}$ خنک کرده و تا حجم یک لیتر با آب رقیق و به خوبی مخلوط کنید.

۴-۷ آب آزمون مبادله‌کننده یونی، $D(\text{meq/l})$ ، آب آزمون شامل 0.585 g NaCl سدیم کلرید (NaCl) خشک شده در دمای 105°C در هر لیتر را آماده کنید. برای هر آزمون جداگانه حدود ۱۰۰ از این محلول موردنیاز است.

۱-۴-۷ جهت استانداردسازی مقدار کلرید، سه حجم 100 ml را با استفاده از پیپت بردارید. یک قطره محلول شناساگر متیل اورانژ و یک قطره محلول شناساگر فنل فتالئین را به هر یک اضافه کنید. در صورت لزوم با افزودن قطره قطره HNO_3 تا زمانی که رنگ محلول از زرد به نارنجی تغییر کند، خنثی کنید و سپس با اضافه کردن قطره قطره NH_4OH رنگ محلول را به زرد برگردانید. به وسیله پیپت، 1 ml محلول K_2CrO_4 (50 g/l) را برداشته و با محلول استاندارد AgNO_3 (0.1 N) تا زمانی که رنگ محلول از زرد به نارنجی-قرمز تغییر کند و به مدت 5 s با چرخش شدید پایدار باقی بماند، تیتر کنید. میانگین اعداد حاصل از محلول AgNO_3 استفاده شده بر حسب میلی‌لیتر که نباید بیش از $0.2\pm 0.02\text{ ml}$ اختلاف داشته باشند، را یادداشت کنید.

۲-۴-۷ قدرت یونی محلول کلرید را بر حسب meq با استفاده از معادله (۱) محاسبه کنید:

$$\text{مقدار کلرید، meq/l} = V \times N \times 10^4 \quad (1)$$

که در آن:

V حجم محلول AgNO_3 موردنیاز برای تیتراسیون، بر حسب ml

N نرمالیته محلول AgNO_3

محلول آزمون استفاده شده باید دارای کلرید با غلظت 10 ± 5 meq/l باشد.

یادآوری- از آنجایی که مقادیر زیادی از این واکنشگر موردنیاز است، به طور معمول در بچه‌های بزرگ به صورت نیمه کمی ساخته می‌شوند و سپس با روش فوق استاندارد می‌شوند. در صورت تمایل، آماده‌سازی این واکنشگرها به صورت کمی (به عنوان یک استاندارد اولیه) قابل قبول است و می‌توان استانداردسازی فوق را حذف کرد.

۵-۷ محلول شناساگر متیل اورانژ (g/l)، مقدار 10 ± 0 میل اورانژ را در آب حل کرده و سپس با آب تا حجم ml ۱۰۰ رقیق کنید.

۶-۷ نیتریک اسید (HNO₃)، یک حجم نیتریک اسید (HNO₃) با وزن مخصوص ۱۴۲ را به ۹ حجم آب اضافه کرده و به طور کامل مخلوط کنید.

۷-۷ محلول شناساگر فنل فتالئین (g/l)، مقدار 10 ± 0 فنل فتالئین را در ۱۰۰ ml آتانول٪ حل کنید.

یادآوری- در اغلب موارد، برخی از الکل‌های تقليبي^۱ (مانند ۳A، ۳B یا ۲B) ممکن است جايگزين ا atanول شوند.

۸-۷ محلول پتابسیم کرومات (K₂CrO₄) را در ۵۰ ml آب حل کرده و سپس با آب تا حجم ml ۱۰۰ رقیق کنید.

۹-۷ محلول استاندارد نقره نیترات (AgNO₃)، بلور نقره نیترات (AgNO₃) را در دمای ۱۰۵°C به مدت ۱ h خشک کرده و در خشکانه^۲ خنک کنید. مقدار g (۱۷±۰،۰۵) را وزن کنید و با آب به یک بالن حجمی ۱ l منتقل کنید. سپس در ۵۰۰ ml آب حل کرده و به طور کامل مخلوط کنید. محلول را در دمای ۲۵±۵°C تا حجم ۱ l با آب رقیق کرده و به خوبی مخلوط کنید. محلول را در بطری شیشه‌ای کهربایی با درپوش محکم نگهداری کنید.

۱۰-۷ به منظور استانداردسازی، به طور تقریبی g ۵ واکنشگر سدیم کلرید (NaCl) را در ظرف شیشه‌ای در دمای ۱۰۵°C به مدت ۲ h خشک کرده و در خشکانه خنک کنید. از سدیم کلرید خشک شده، سه قسمت g (۰،۱۰۰±۰،۰۲۵) را وزن کرده و به سه ارلن ماير ۲۵۰ ml منتقل کنید. سپس ۱۰۰ ml آب را اضافه کرده و تا انحلال کامل NaCl هم بزنید. با استفاده از پیپت، ۱ ml محلول K₂CrO₄ (۵۰ g/l) را اضافه کرده و با محلول AgNO₃ (۰،۱ N) به همراه همزدن شدید تا زمانی که رنگ محلول از زرد به قرمز- نارنجی تغییر کند و به مدت ۳۰ s پایدار بماند، تیتر کنید.

1- Denatured alcohols

2- Desiccator

۲-۶-۷ نرمالیته محلول AgNO_3 را با استفاده از معادله (۲) محاسبه کنید:

$$N = \frac{D}{0.5845} \times E \quad (2)$$

که در آن:

N نرمالیته محلول AgNO_3

D وزن واقعی NaCl مورد استفاده،

E حجم محلول AgNO_3 استفاده شده، بر حسب ml است.

۸ نمونه برداری

۱-۸ نمونه برداری را مطابق با استاندارد ASTM D2687 انجام دهید.

۲-۸ هنگام نمونه برداری از مواد بستر مخلوط استفاده نشده (نو) از بشکه، به ویژه در صورتی که مواد به صورت کارتریج های کوچک مجدد بسته بندی می شوند، یکنواختی پس از اختلاط عامل مهمی است. از این رو، اگر نمونه ها از سه یا چند بشکه یا کیسه های جداگانه از یک بهر نمونه برداری می شوند، نمونه مخلوط به دست نمی آید، اما یک ستون از هر ظرف مورد نمونه برداری باید برداشته شود. در مواردی که ترتیب پر شدن مشخص می باشد، چنین نمونه هایی باید شامل اولین و آخرین ظرف پر شده باشند.

۹ روش اجرای آزمون

۱-۹ مقدار g (۲۷۰±۱) از ماده مبادله کننده یونی با بستر مخلوط به شکل تحويلی و مرطوب را توزین کرده و وزن آن را با دقت g .۰۱ ثبت کنید. از ورودی شستشوی معکوس در حدود ml ۲۵ آب را به ستون اضافه کنید، سپس با استفاده از قیف پلاستیکی بزرگ قرار گرفته در بالای ستون، در حدود ml ۲۵ نمونه را به داخل ستون بریزید. با استفاده از مقدار کمی آب، بخشی از نمونه را به داخل ستون شستشو دهید. تا زمانی که تمام نمونه به داخل ستون انتقال یابد، این عمل را تکرار کنید. باید مراقب باشید که در هنگام پر کردن ستون، لایه ای ایجاد نشود. به منظور کاهش نفوذ هوا، سطح آب را در ستون حدود mm ۱۰ بالاتر از سطح بستر نگه دارید.

۲-۹ هنگامی که همه مواد مبادله کننده یونی با بستر مخلوط به آرامی منتقل شدند، به آرامی آب D را به بالای ستون منتقل کنید. سرعت جریان را به ml/min ۱۰۰ افزایش دهید. تنظیم سرعت جریان آب با تنظیم کننده جریان صورت می گیرد.

۳-۹ مطابق با استاندارد ASTM D1125 به ازای عبور ۲، هدایت محلول پساب را اندازه‌گیری کرده و ثبت کنید. این عمل را تا زمانی که هدایت پساب به $\mu\text{mhos}/\text{cm}$ ۱ برسد، ادامه دهید. سپس خوانش‌ها را به ازای هر ml $500 \mu\text{S}/\text{cm}$ پساب خروجی ادامه دهید تا زمانی که دو خوانش متوالی بزرگ‌تر از $50 \mu\text{S}/\text{cm}$ ($<20000 \Omega\cdot\text{cm}$) به دست آید.

۴-۹ هنگامی که هدایت پساب خروجی بیش از $1/\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ($10 \mu\text{S}/\text{cm}$) شود، pH پساب خروجی را مطابق با استاندارد ASTM D1293 اندازه‌گیری کنید. اندازه‌گیری‌های pH را با همان تعداد تکرار اندازه‌گیری هدایت، ادامه دهید.

۵-۹ هنگامی که هدایت پساب خروجی دو خوانش متوالی بیش از $50 \mu\text{S}/\text{cm}$ ($<20000 \Omega\cdot\text{cm}$) باشد، جریان آب آزمون را متوقف نموده و حجم نهایی آب آزمون (V) استفاده شده را بر حسب لیتر ثبت کنید.

۶-۹ شیر شستشوی معکوس را باز کرده و شستشوی معکوس بستر را با آب به مدت ۱۰ min در سرعت جریانی که بستر را به اندازه 50% متورم سازد، انجام دهید. جریان آب را متوقف نموده و اجازه دهید بستر تهشین شود. آب را با سرعت 100 ml/min تخلیه نمایید تا زمانی که سطح آب در حدود 20 mm تا 30 mm بالاتر از سطح بستر باشد. ستون را تکان ندهید. حجم بستر را بر حسب ml ثبت کنید. شستشوی معکوس را تا زمانی که دو نتیجه با اختلاف کمتر از 5 ml به دست آید، تکرار کنید. حجم را بر حسب میلی‌لیتر بیان کرده و با S نشان دهید.

۱۰ روش محاسبه

۱-۱۰ ظرفیت عملی بر اساس حجم یا وزن مرطوب را با استفاده از اندازه‌گیری نقطه پایانی هدایت محاسبه کنید.

۲-۱۰ ظرفیت عملی بر اساس حجم را با اندازه‌گیری نقطه پایانی هدایت با استفاده از معادله (۳) محاسبه کنید.

$$\text{meq/ml} = C \times V / S \quad (3)$$

که در آن:

C الکترولیتهای کل در آب آزمون D مطابق با زیربند ۲-۴-۷، بر حسب meq/l؛

V حجم آب آزمون مصرف شده، مطابق با زیربند ۵-۹، بر حسب l؛

S حجم نمونه اندازه‌گیری شده مطابق با زیربند ۶-۹، بر حسب ml است.

این ظرفیت را می‌توان با ضرب کردن در $21/8$ به کیلوگرم بر فوت مکعب بر حسب CaCO_3 تبدیل کرد.

۳-۱۰ ظرفیت عملکردی بر اساس وزن مرطوب را با اندازه‌گیری نقطه پایانی هدایت با استفاده از معادله (۴) محاسبه کنید.

$$meq/g = \frac{C \times V}{270} \quad (4)$$

که در آن:

C الکترولیت کل در آب آزمون D مطابق با زیریند ۲-۴-۷، برحسب meq/l

V حجم آب آزمون مصرف شده، برحسب l

یادآوری- سایر نقاط پایانی ممکن است مورد توافق باشند. در صورت توافق، توصیه می‌شود سطح انتخاب شده با نتایج مشخص شود.

۱۱ گزارش آزمون

۱-۱۱ نتایج این روش آزمون را به صورت ظرفیت محاسبه شده مطابق با بند ۱۰ و نقطه پایانی حاصله گزارش کنید. میانگین سه نتیجه را گزارش نمایید. هنگامی که نمونه‌ها از بشکه‌های مجزا آنالیز می‌شوند، نتایج مجزا و همچنین میانگین نتایج باید گزارش شود.

۱۲ دقت و اربی

۱-۱۲ مطالعات بین آزمایشگاهی برای این روش آزمون با مشارکت شش آزمایشگاه، شش کاربر و سه تکرار بر روی یک ماده (رزین بستر مخلوط IRN-150) انجام شده است. تجزیه و تحلیل یک ماده مجزا در استفاده عمومی برای نشان دادن رزین‌های مخلوط مختلف محدود قضاوت قرار گرفت، زیرا انتظار می‌رود که در یک محدوده نسبتاً باریکی از مقادیر ظرفیت ستون قرار گیرند.

۲-۱۲ دقت تک کاربر در یک آزمایشگاه برای این روش آزمون، برابر با $\pm 2.3\%$ ظرفیت ستون بیان شده برحسب meq/ml می‌باشد.

۳-۱۲ دقت این روش آزمون در گستره پیشنهاد شده با استفاده از معادله (۵) بیان می‌شود:

$$S_T = 0.168 - 0.0208 X \quad (5)$$

که در آن:

S_T دقت کل، برحسب meq/ml

X ظرفیت ستون با بستر مخلوط برای نقطه پایانی هدایت، برحسب meq/ml است.

۴-۱۲ اربی، به دلیل نبود مواد مرجع مناسب، اربی تعیین نشده است.

۱۳ کنترل کیفیت

۱-۱۳ در تجزیه و تحلیل رزین‌های مبادله‌کننده یونی، رزین استاندارد شناخته شده‌ای برای مقایسه با نمونه واقعی امکان‌پذیر نمی‌باشد. بنابراین آزمون درستی نتایج غیرممکن است و روش شامل بیان اریبی نمی‌باشد.

۲-۱۳ در صورتی که نتایج در دقت مورد انتظار مطابق بند ۱۳ بیان شود، انتظار می‌رود که کاربران، نمونه‌های تکراری را تعیین کنند.

۳-۱۳ تجزیه و تحلیل پساب خروجی ستون رزین با الزامات کنترل کیفیت روش‌های تجزیه‌ای، برای اندازه‌گیری هدایت، مطابق با استاندارد ASTM D1125 و برای اندازه‌گیری‌های pH، مطابق با استاندارد ASTM D1193 انجام شده است.