



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۰۲۱

چاپ اول

۱۳۹۱

INSO

18021

1st. Edition

2012

دستگاه اندازه‌گیری مقادیر میکروی نیتروژن
به روش کج‌دال - ویژگی‌ها

Apparatus for Microdetermination of
Nitrogen by Kjeldahl Method- Specification

ICS:71.040.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد 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.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، 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 پیشنهادات 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 ذی صلاح 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 شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد 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. سازمان 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 سازمان ها 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، سازمان ملی استاندارد ایران 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 آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عبار فلزات گرانبها 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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« دستگاه اندازه گیری مقادیر میکرووی نیتروژن به روش کج‌دال - ویژگی ها »

رئیس:

فتحی عمادآبادی، محمدرضا
(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

نقدی، تینا
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

جنتی، زهرا
(فوق لیسانس شیمی)

چراغی، حسین
(فوق لیسانس مهندسی مواد)

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

خوشنام، فرزانه
(فوق لیسانس شیمی)

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

فتاحی‌نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

قمی، متینه
(فوق لیسانس شیمی)

قپونی عالی‌وند
(لیسانس شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه شهید چمران

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

مدیرعامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

مدیر کنترل کیفیت شرکت تولید نیتروژن
مehzariar

هیات علمی جهاد دانشگاهی خوزستان

گل محمدی قانع، حامد
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

محسنی، خلیل
(فوق لیسانس مهندسی مواد)

کارشناس سازمان آب و فاضلاب اهواز

محمدنیا، حسین
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس

مکوندی، علی
(لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ رواداری‌ها
۱	۴ ارلن‌های هضم
۴	۵ قفسه هضم
۶	۶ دستگاه تقطیر یک تکه
۷	۷ دستگاه تقطیر نوع پرگل

پیش گفتار

استاندارد " دستگاه اندازه گیری مقادیر میکروی نیتروژن به روش کجلدال- ویژگی‌ها" که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده و در سیصد و هشتاد و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۱۳۹۱/۱۲/۲ 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 مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM E 147: 2011, Standard Specification for Apparatus for Microdetermination of Nitrogen by Kjeldahl Method

دستگاه اندازه‌گیری مقادیر میکرووی نیتروژن به روش کج‌دال - ویژگی‌ها

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین ویژگی‌های دستگاه‌های هضم و تقطیر مورد استفاده در اندازه‌گیری مقادیر میکرووی نیتروژن به روش کج‌دال و اصلاحات وابسته به آن در فشار اتمسفر می‌باشد.

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. درمورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM E 124, Specification for Weighing and Drying Apparatus for Microchemical Analysis

۳ رواداری‌ها

رواداری تجاری طول که در جدول ۱ آورده شده، باید رعایت شود، مگر این‌که طول دیگری مشخص شده باشد:

جدول ۱- رواداری تجاری طول

رواداری (mm)	طول تجاری (mm)
± ۱	حداکثر ۱۰
± ۲	۱۰ تا ۱۰۰
± ۳	۱۰۰ تا ۲۰۰
± ۴	۲۰۰

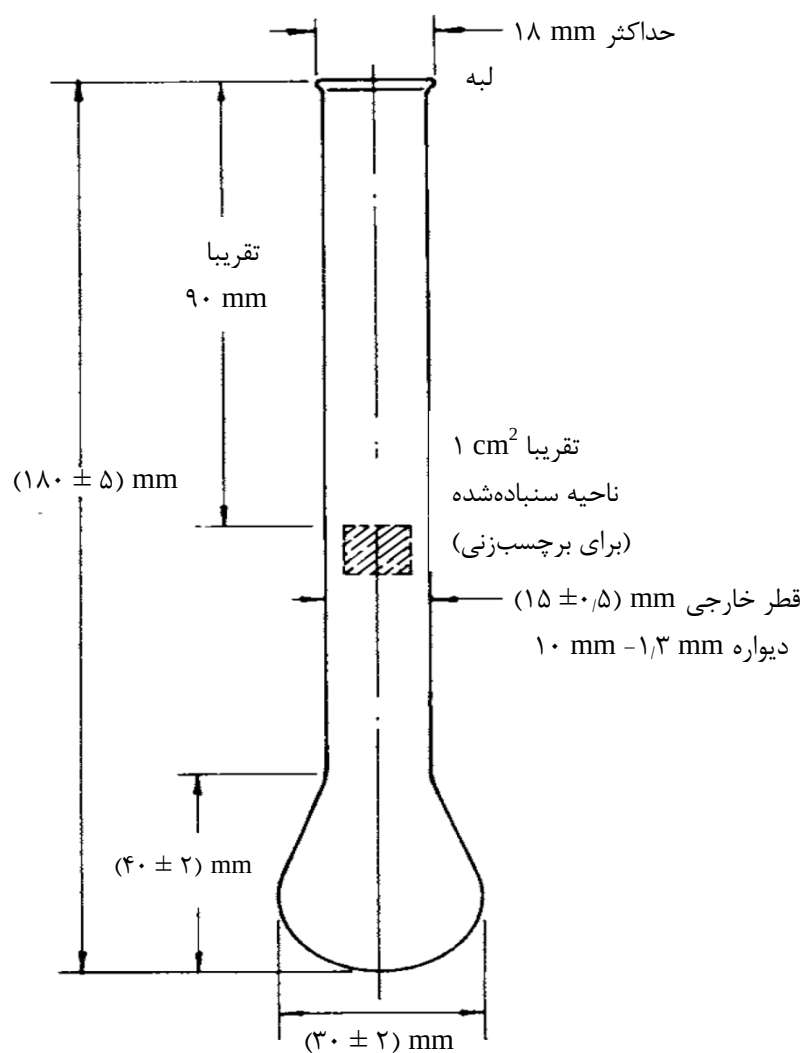
۴ بالن‌های هضم

هر سه نوع بالن هضم باید مطابق با الزامات تعیین شده در جدول ۱ و شکل‌های ۱، ۲ و ۳ باشند. بالن‌ها باید از شیشه مقاوم به ضربه با ضریب انبساط خطی حداکثر $10^{-7} \text{ cm/cm}^\circ\text{C}$ ساخته شده باشند.

یادآوری - لوله‌های توزین توصیف شده در استاندارد ASTM E 124 برای وارد کردن نمونه‌های جامد به درون بالن‌های هضم میکروکج‌جلدال توصیه می‌شوند. ظروف احتراق^۱، شکل‌های ۱ و ۲ از استاندارد ASTM E 124، برای کار با نمونه‌های مایع مومی و غیر فرار توصیه می‌شوند.

جدول ۲- بالن‌های هضم

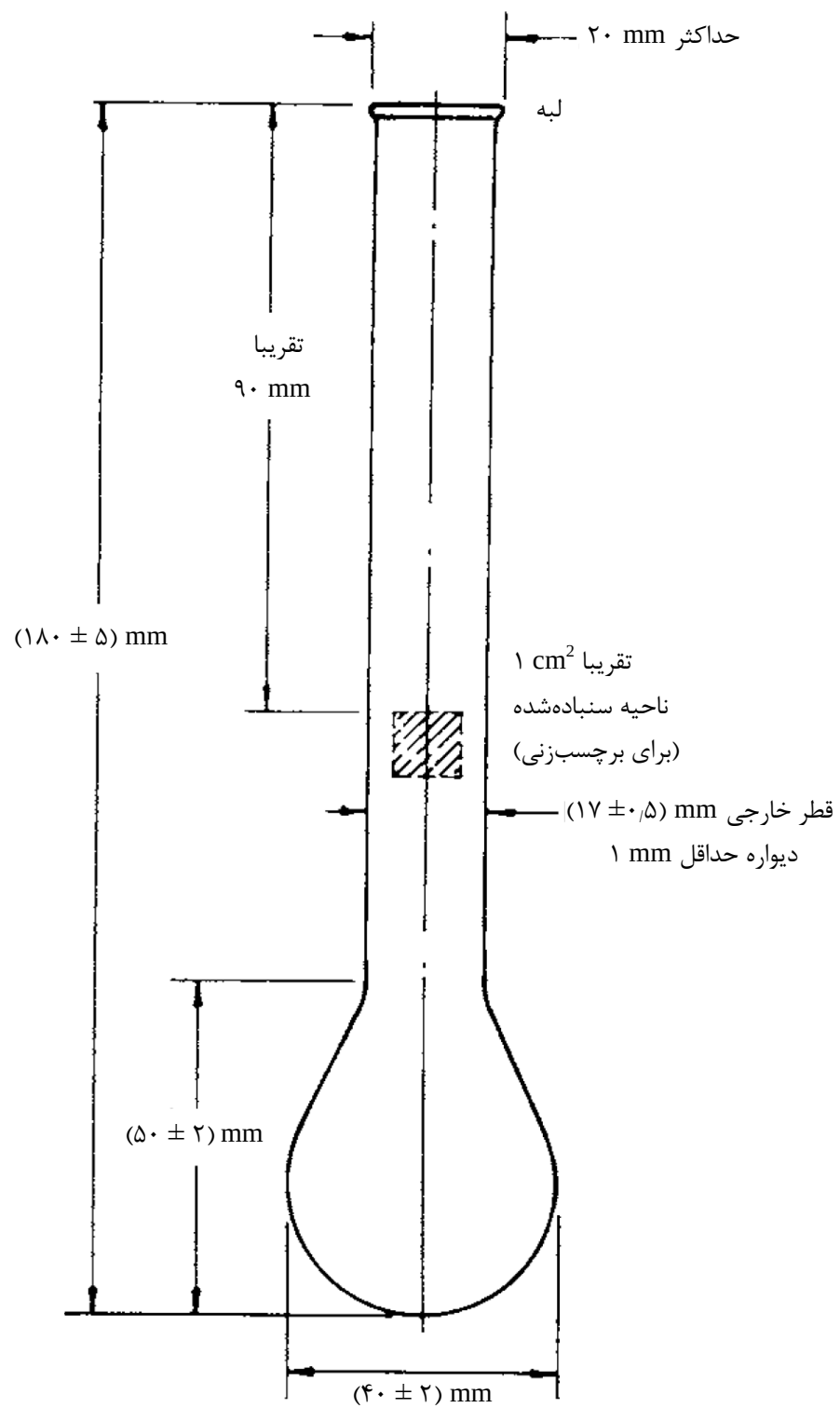
ظرفیت ml	شکل	کاربرد
۱۰	۱	هضم‌های ۱ ml یا کم‌تر
۳۰	۲	هضم‌های ۱ ml تا ۴ ml
۳۰ (از نوع سولتیس ^۲)	۳	هضم‌های ۱ ml تا ۴ ml هنگامی که خطر پاشیدن زیاد است



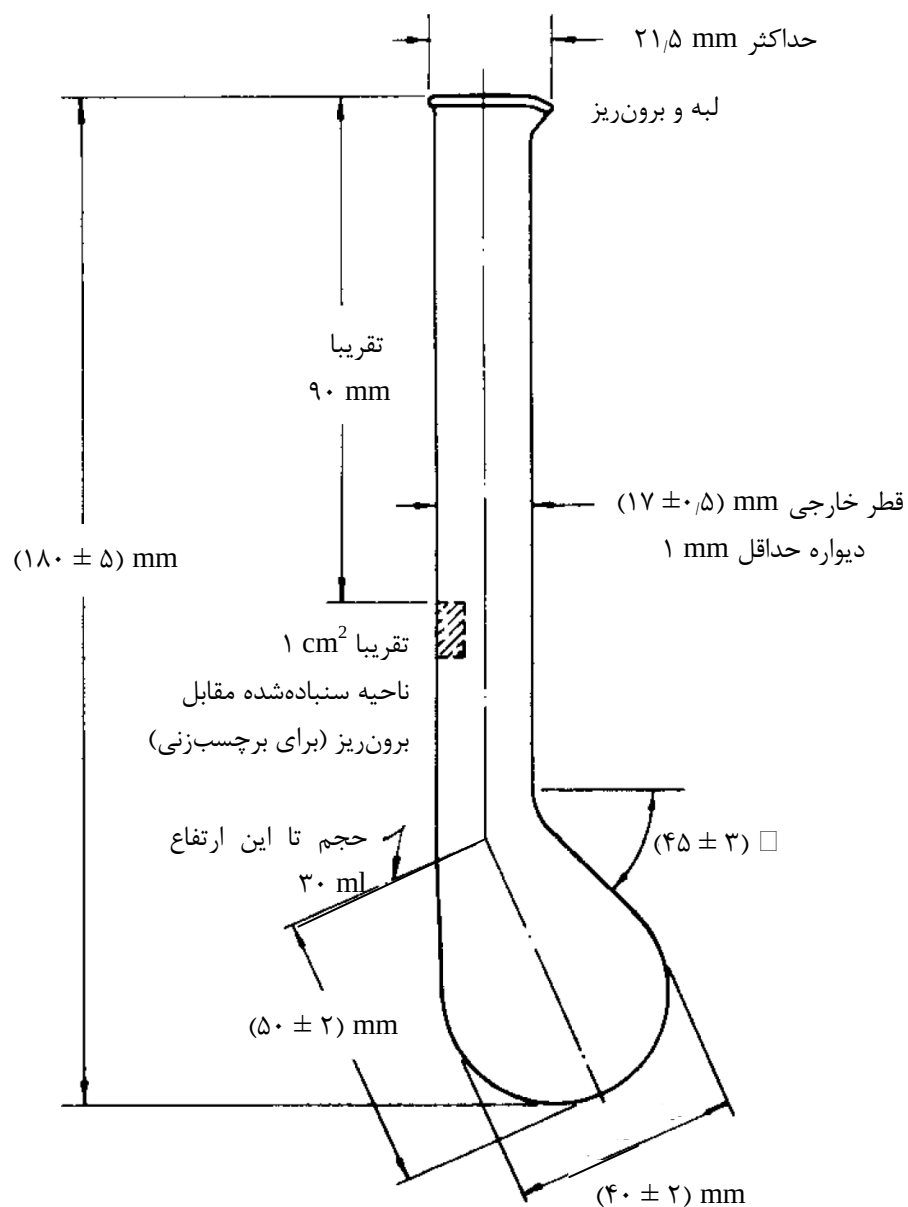
شکل ۱- بالن کج‌جلدال با ظرفیت ۱۰ ml

1 -Combustion boats

2- Soltys



شکل ۲- بالن کج‌دال با ظرفیت ۳۰ ml



شکل ۳- بالن کج‌دال (سولتیس) با ظرفیت ۳۰ ml

۵ قفسه هضم^۱

۱-۵ قفسه هضم میکرو کج‌دال باید قابل حمل و شامل گرم‌کن‌های بالن (گازی یا برقی)، یک نگه‌دارنده بالن، یک لوله خروج بخار^۲ باشد. قفسه باید مجهز به یک منحرف‌کننده حرارت نصب شده زیر مشعل‌ها باشد تا از افزایش بیش از حد دمای قسمت بالایی دستگاه جلوگیری شود.

1 -Digestion rack

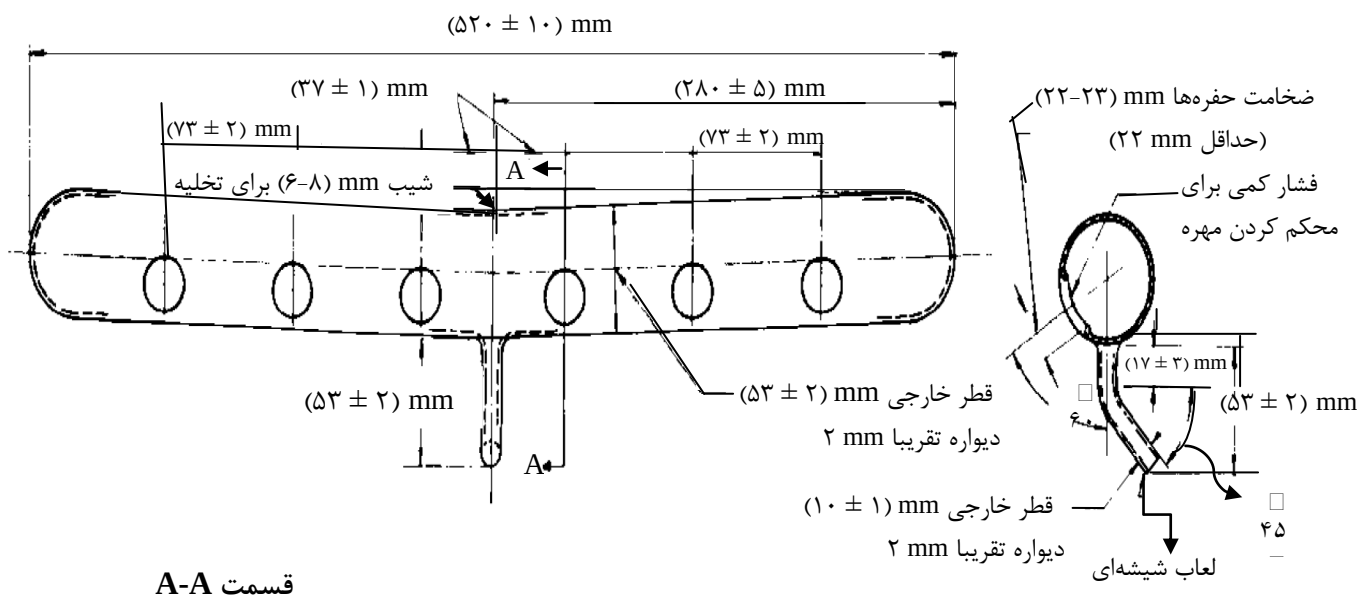
2 -Fume duct

۵-۱-۱ گرم‌کن‌ها، مجاز است منبع گرما الکتریکی یا گازی باشد. در عملیات، هر گرم‌کن باید حرارت کافی برای یک ارلن ۳۰ ml فراهم کند به طوری که بین ۲ دقیقه تا ۳ دقیقه موجب رسیدن دمای ۱۵ ml آب در دمای ۲۵°C، به دمای جوش شود. یک دستگاه باید برای تنظیم میزان حرارت داده‌شده به بالن‌ها آماده شود به گونه‌ای که شرایط مورد نظر برآورده شود. مقدار حرارت داده‌شده به بالن نیز باید قابل تنظیم باشد، به طوری که هضم در دمای پایین امکان‌پذیر باشد. کلیدها و کنترل‌ها باید به صورت مناسب قرار گرفته باشند و به اندازه کافی خنک باقی بمانند تا بتوانند پس از دوره‌های طولانی عملیات جابه‌جا شوند.

یادآوری- در هنگام آزمون برای به حداقل رساندن گرمای بیش از حد گرم‌کن‌ها باید از سنگ جوش استفاده نمود و باید مشعل‌ها و قفسه هضم در دمای تعادل باشند.

۵-۱-۲ نگه‌دارنده بالن، نگه‌دارنده که حباب بالن روی آن قرار می‌گیرد، باید از گردن بالن در برابر حرارت بیش از حد در طی فرآیند هضم محافظت کند و باید دارای روزنه‌های گرد با قطر حداکثر ۲۶ mm در قسمت مرکزی هر گرم‌کننده باشد.

۵-۱-۳ لوله خروج دود، لوله خروج دود باید مجهز به وسایلی برای حذف کافی دود تولیدشده در طی فرآیند هضم باشد و گردن بالن‌ها را در زاویه‌ای بزرگ‌تر از ۳۵ درجه نسبت به سطح افق نگه دارد. لوله خروج دود مطابق با این ویژگی‌ها در شکل‌های ۴ و ۵ نشان داده شده است. لوله خروج دود نشان داده شده در شکل ۴ به وسیله گیره‌های مناسب که در دو انتهای قفسه هضم قرار گرفته، در جای خود نگه داشته می‌شود. لوله خروج دود در شکل ۵ بر روی یک صفحه نگه‌دارنده گرد قرار می‌گیرد و در جای خود به وسیله فتر بین صفحه و چهار قلاب شیشه‌ای نگه‌داشته می‌شود. مرکز مقعر امکان حرکت کوچکی را برای مهره‌ای که صفحه نگه‌دارنده را به میله نگه‌دارنده مرکزی محکم می‌کند، فراهم می‌کند.



شکل ۴- چندراهه برای دستگاه هضم میکرووی کج‌دال

۶-۲ مخزن مولد بخار نشان داده شده در شکل ۷ یک کتری^۱ واکنش دهانه پهن از جنس رزین در دسترس تجاری است. پوشش قابل تعویض با لبه تخت و چهار لوله شیشه‌ای سمباده‌ای، در محل خود با یک گیره مناسب نگه داشته می‌شوند. واحد تقطیر به لوله مرکزی متصل می‌شود. دو تا از سه لوله بیرونی برای رابط مجموعه گرم‌کننده غوطه‌ور (شکل ۸) استفاده می‌شود. لوله باقی‌مانده برای اضافه کردن آب به کتری مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۶-۳ نرخ تولید بخار را می‌توان با یک مبدل $7/5\text{ A}$ کنترل کرد. گرم‌کننده غوطه‌ور باید از نوعی باشد که در زمان غوطه‌ور نبودن، خراب نشود.

یادآوری - روش‌های مختلفی از تمیز کاری می‌تواند استفاده شود. روشی که در زیر آمده، به خصوص زمانی که در هضم از سنگ جوش استفاده می‌شود رضایت بخش بوده است: مولد بخار را در حالی که هر دو شیر آب بسته است، خاموش کنید. کاهش فشار در مولد، که به دلیل خنک کردن ایجاد شده، باعث می‌شود که مخلوط قلیایی در بالن تقطیر به درون غلاف بیرونی مکیده شود. هر دو شیر آب را برای تخلیه کردن مایع باز کنید. سپس، در حالی که بخار در حال تولید شدن در مولد است و هر دو شیر آب بسته است، قیف ورودی نمونه را با آب پر کنید و نوک متراکم‌کننده را با حدود ۱۰۰ ml آب موجود در یک بشر غوطه‌ور کنید. تولید بخار را متوقف کنید و شیر قیف را به آرامی باز کنید و قبل از این که همه آب به درون دستگاه تخلیه شود آن را ببندید. کاهش فشار موجب می‌شود آب از بشر به درون دستگاه مکیده شود و در نتیجه آن را شست‌وشو دهد. شیر لوله تخلیه را باز کنید تا مایعی که در غلاف بیرونی جمع آوری شده خالی شود. در صورت لزوم، مولد بخار را دوباره روشن و فرآیند شست‌وشو را تکرار کنید.

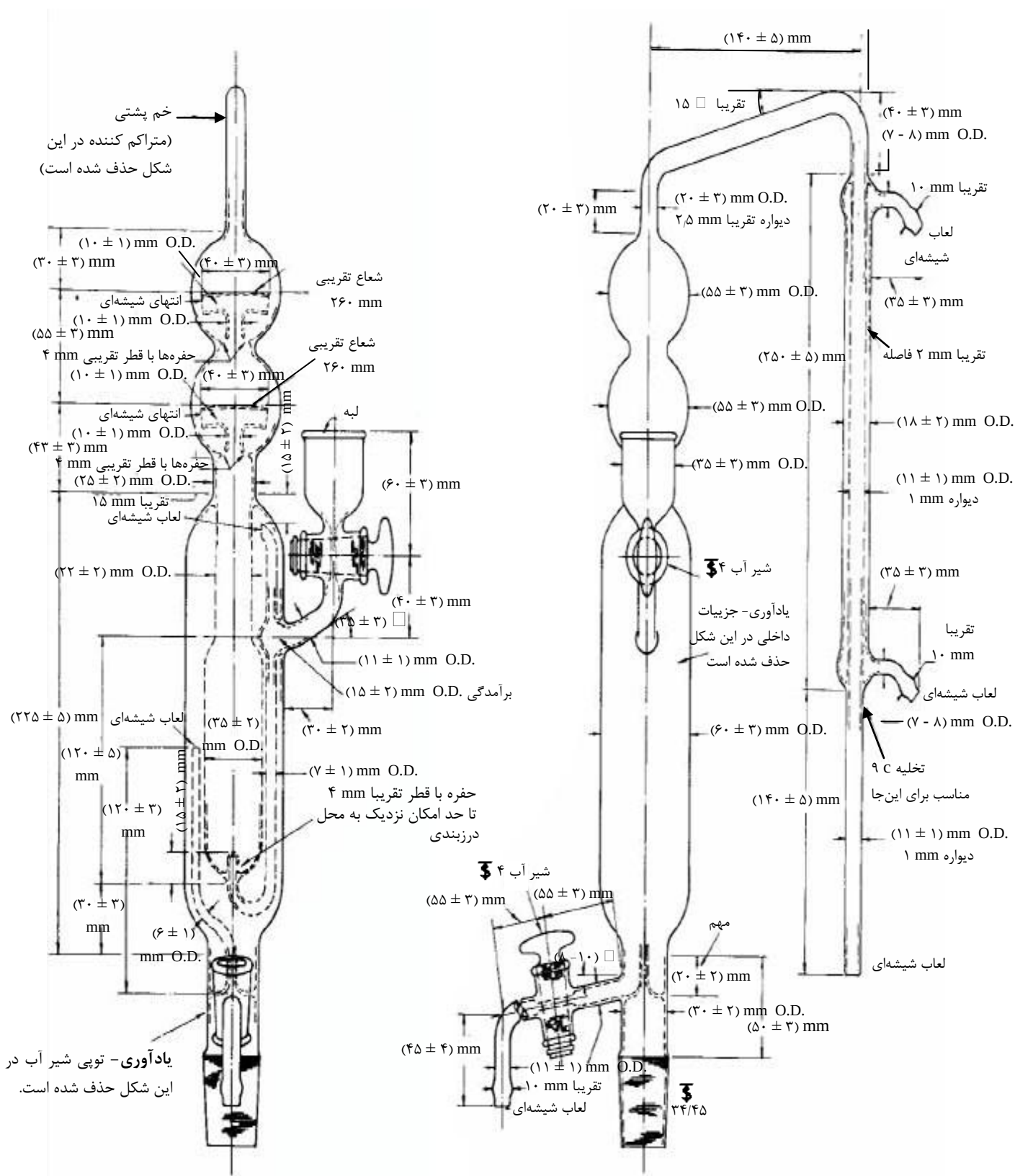
۷ دستگاه تقطیر نوع پرگل^۲ (پارناس-واگنر^۳)

دستگاه نوع پرگل (Parnas-Wagner) باید مطابق با الزامات شکل‌های ۹، ۱۰ و ۱۱ باشد. لوله مولد بخار نشان داده شده در شکل ۷ و گرم‌کننده غوطه‌ور در شکل ۸ برای استفاده با این دستگاه توصیه می‌شود، اگر چه جایگزینی هر ترکیب مناسب دیگری مجاز است.

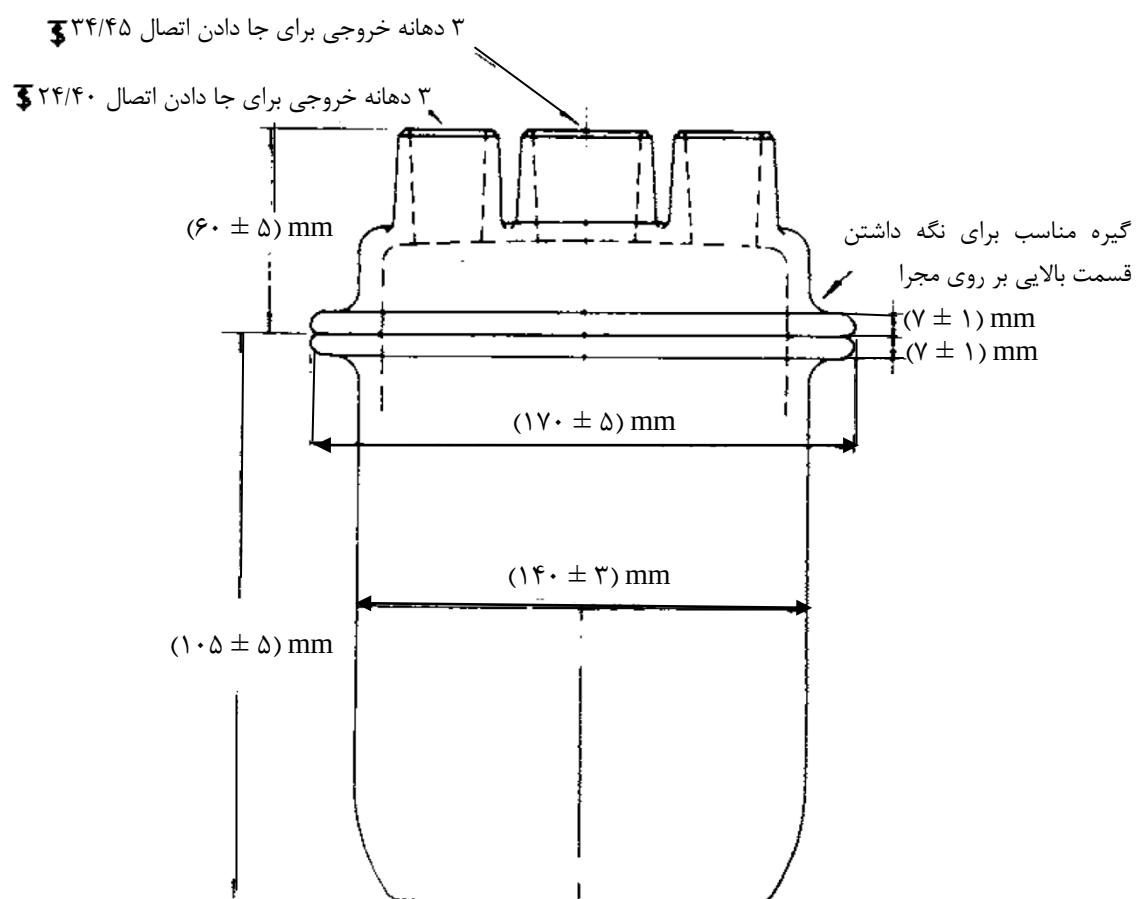
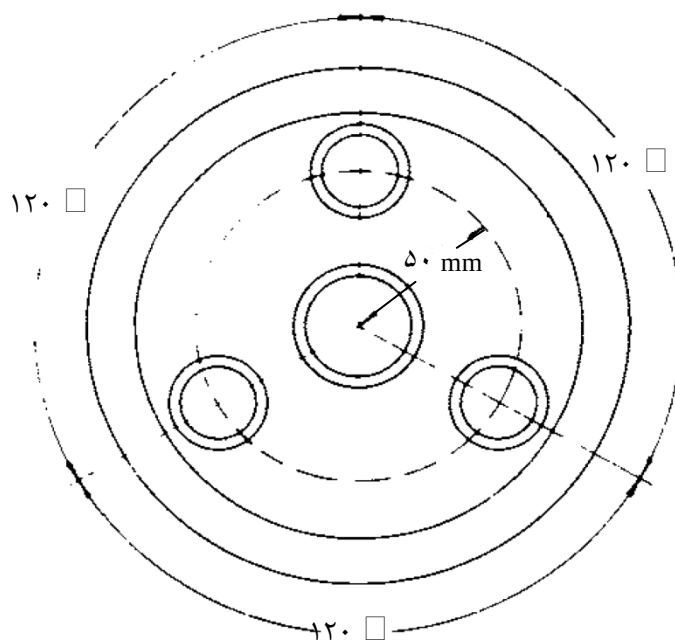
1- Kettle

2 -Pregl

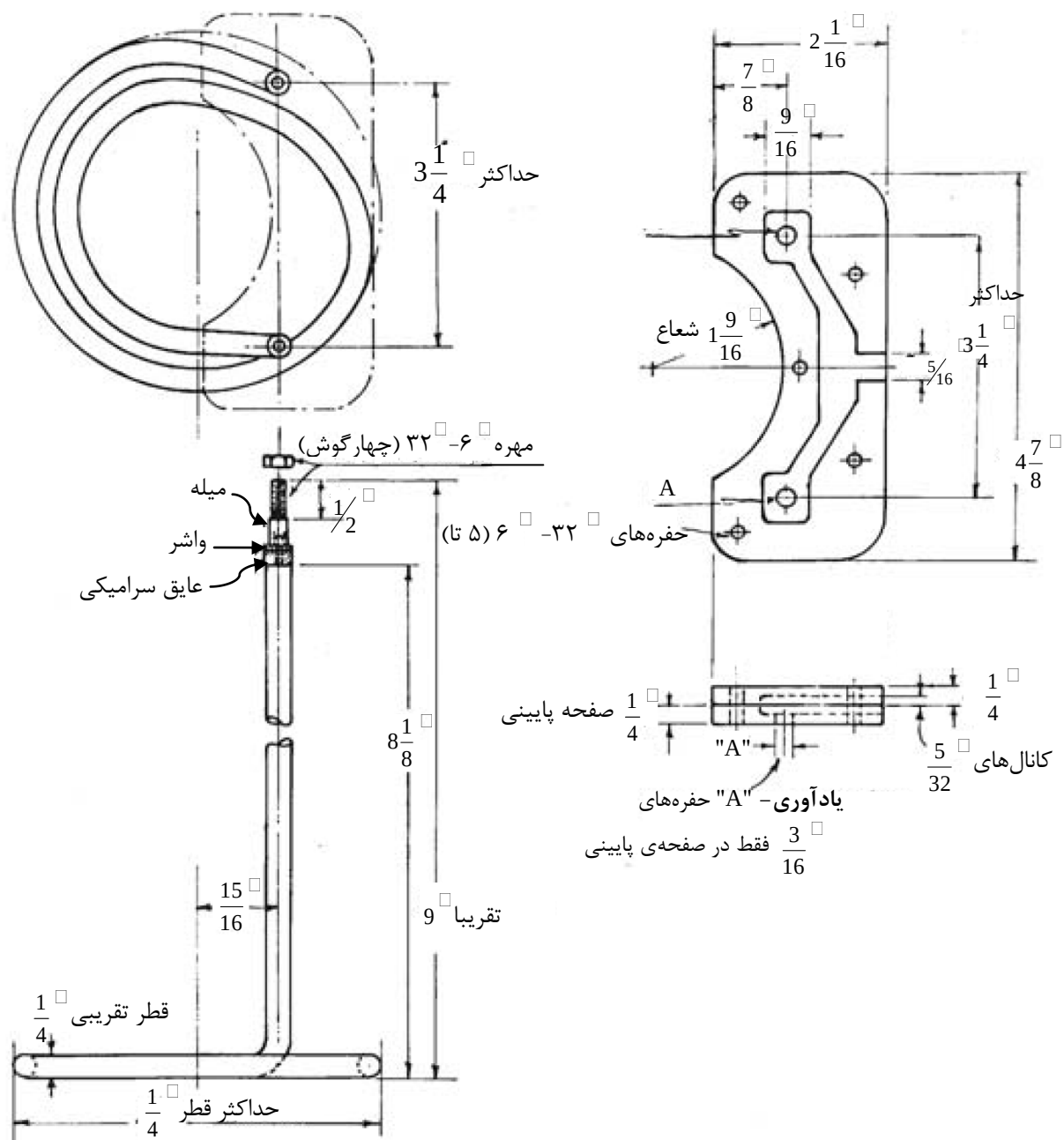
3- Parnas-Wagner



شکل ۶- دستگاه تقطیر کجدال، نوع یک تکه



شکل ۷- مخزن مولد بخار با ظرفیت ۲۰۰۰ ml

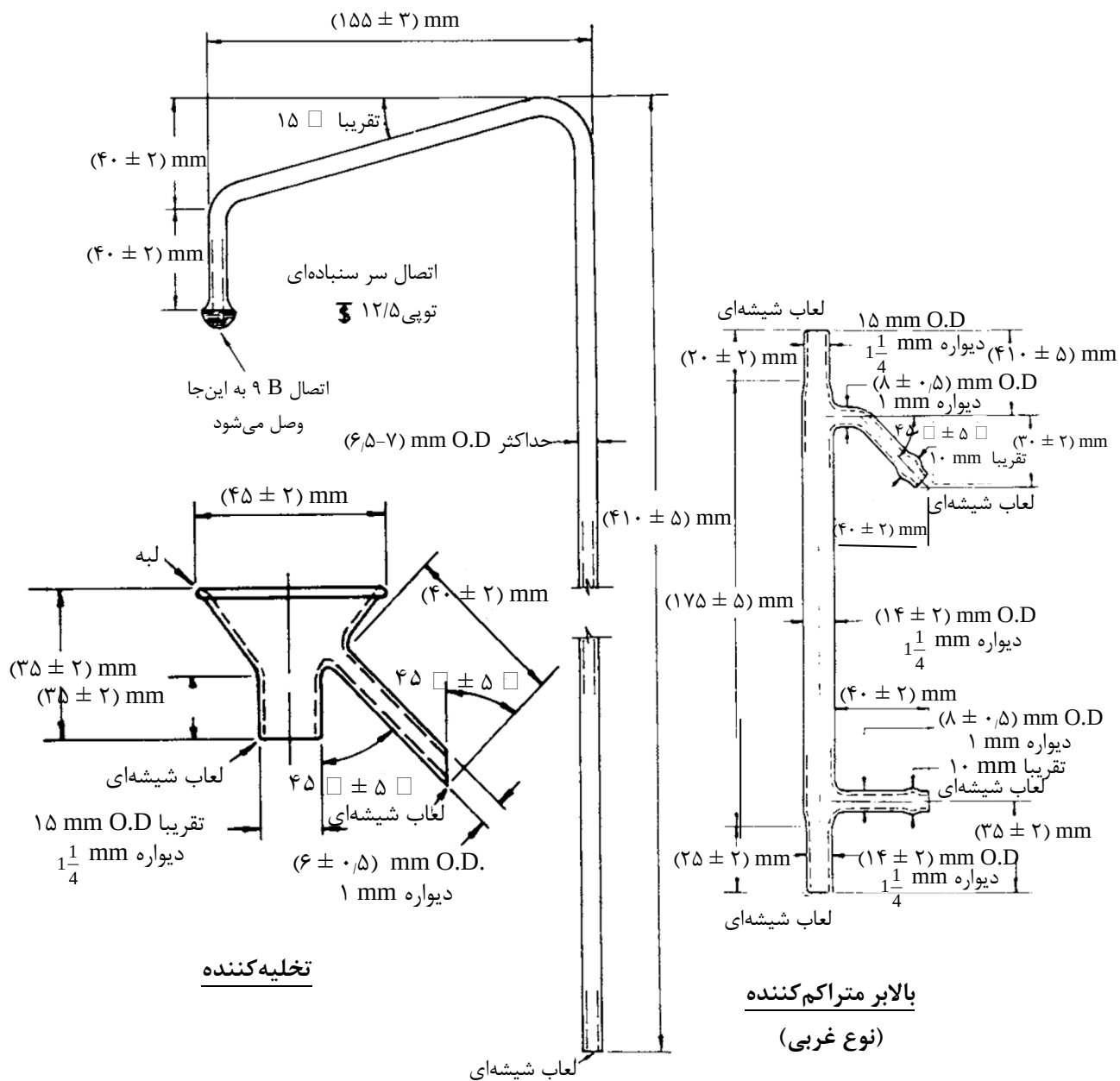


شکل ۸- دستگاه گرم‌کننده غوطه‌ور و صفحات نصب‌شده

لعاب شیشه‌ای



شکل ۱۰- بالن تقطیر و قیف پرکننده



لوله متراکم کننده

شکل ۱۱- لوله متراکم کننده، بالابر^۱ متراکم کننده (نوع غربی) و تخلیه کننده