



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۲۰۵

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19205

1st. Edition

2015

کیفیت آب - تعیین شاخص اکسیژن مورد نیاز
شیمیایی (ST-COD) - روش لوله درزبندی
شده مقیاس کوچک

**Water quality — Determination of the
chemical oxygen demand
index (ST-COD) — Small-scale sealed-Tube
method**

ICS: 13.060.50

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 مؤسسه 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 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 پیشنهادهای 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 شود 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 الکتروروشن (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 پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان استاندارد ملی 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، 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 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 سازمان است.

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 - تعیین شاخص اکسیژن مورد نیاز شیمیایی (ST-COD) - روش لوله درزبندی شده مقیاس کوچک »

رئیس:

پورحکاک، پوران
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

دبیر:

نارگانی، شهره
(کارشناسی شیمی کاربردی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسماعیل پور، سوسن
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

امید سالاری، محمد حسن
(کارشناسی شیمی)

توکلیان اردکانی، زهرا
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

علیدوست، ابراهیم
(کارشناسی شیمی کاربردی)

قادری، بتول
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کیانفر، مریم
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

مفیدی، سعید
(کارشناسی ارشد متالوژی)

سمت و / یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه پیام نور خرم آباد

اداره کل استاندارد استان یزد

پژوهشگاه استاندارد

شرکت آب منطقه‌ای یزد

اداره کل استاندارد استان یزد

شرکت آب و فاضلاب استان یزد

شرکت آذران صنعت

اداره کل استاندارد استان کرمان

انجمن حمایت از تولیدکنندگان و مصرف کنندگان

فهرست مندرجات

| صفحه | | عنوان |
|------|----|---|
| ب | | آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران |
| ج | | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| ه | | پیش‌گفتار |
| و | | مقدمه |
| ۱ | ۱ | هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ | مراجع الزامی |
| ۲ | ۳ | اصطلاحات و تعاریف |
| ۲ | ۴ | اصول آزمون |
| ۳ | ۵ | مزاحمت‌ها |
| ۳ | ۶ | مواد و/یا واکنشگرها |
| ۶ | ۷ | وسایل |
| ۸ | ۸ | جمع‌آوری و نگهداری نمونه |
| ۸ | ۹ | آماده‌سازی لوله‌ها و راه‌اندازی دستگاه |
| ۹ | ۱۰ | روش انجام آزمون |
| ۱۰ | ۱۱ | محاسبه نتایج |
| ۱۱ | ۱۲ | بیان نتایج |
| ۱۱ | ۱۳ | گزارش آزمون |
| ۱۱ | ۱۴ | دقت |
| ۱۲ | | پیوست الف (اطلاعاتی) مقایسه روش COD مطابق با استاندارد ملی به شماره ۱۰۶۱۲: سال ۱۳۸۶ و روش شرح داده شده در این استاندارد |
| ۱۳ | | پیوست ب (اطلاعاتی) مخاطرات روش |
| ۱۴ | | پیوست پ (اطلاعاتی) اطلاعات مربوط به چگونگی استفاده از کیت‌های آزمون ST-COD مقیاس کوچک تجاری با استفاده از روش اندازه‌گیری فتومتری |
| ۱۶ | | پیوست ت (اطلاعاتی) روش فتومتری لوله درزبندی شده گستره پایین (تا ۱۵۰ mg/l) |
| ۱۷ | | پیوست ث (اطلاعاتی) روش تیتراسیون لوله درزبندی شده گستره پایین (تا ۱۵۰ mg/l) |
| ۱۸ | | پیوست ج (اطلاعاتی) آزمون غربالگری برای نمونه‌هایی با غلظت کلرید بالا |
| ۱۹ | | پیوست چ (اطلاعاتی) داده‌های دقت |
| ۲۱ | | پیوست ح (اطلاعاتی) کتابنامه |

استاندارد «کیفیت آب - تعیین شاخص اکسیژن مورد نیاز شیمیایی (ST-COD) - روش لوله درزبندی شده مقیاس کوچک» که پیش‌نویس آن توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در یک‌هزار و سیصد و سی و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۳/۱۱/۲۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد 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 تجدیدنظر خواهد 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 استفاده کرد.

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

ISO15705: 2002, Water quality — Determination of the chemical oxygen demand index (ST-COD) — Small-scale sealed-tube method

مقدمه

اکسیژن مورد نیاز شیمیایی آب (مقدار ST-COD) که در این استاندارد با روش دی کرومات تعیین شده است، می‌تواند به عنوان تخمینی از اکسیژن مورد نیاز تئوری در نظر گرفته شود. یعنی مقدار اکسیژنی که در اکسایش شیمیایی کلی ترکیبات آلی موجود در آب مصرف می‌شود. در اصل، میزان نزدیکی نتایج آزمون به مقادیر تئوری، به چگونگی انجام اکسایش بستگی دارد. آزمون ST-COD، یک آزمون تجربی بوده و هرگونه عامل اکسنده یا کاهنده بر روی نتایج موثر است. در شرایط این آزمون، بسیاری از ترکیبات آلی و بیشتر عوامل کاهنده غیرآلی حدود ٪ (۹۰-۱۰۰) اکسید می‌شوند. بنابراین، در آب‌های حاوی این ترکیبات، مثل فاضلاب، پسماندهای صنعتی و آب‌های آلوده دیگر، مقدار ST-COD، مقداری واقعی از اکسیژن مورد نیاز تئوری است. درحالی‌که برای آب‌های حاوی مقادیر زیاد از موادی که در شرایط این آزمون به سختی اکسید می‌شوند، از جمله ترکیبات نیتروژن دار و هتروسیکلیک (برای مثال هیدروکربن‌های پیریدین، آلیفاتیک و آروماتیک)، مقدار ST-COD، به اکسیژن مورد نیاز تئوری نزدیک نیست. این وضعیت می‌تواند برای برخی از پساب‌های صنعتی وجود داشته باشد.

بنابراین اهمیت مقدار ST-COD، به ساختار آب مورد مطالعه بستگی دارد. این موضوع باید، هنگام قضاوت در مورد نتایج به‌دست‌آمده از این استاندارد، در نظر گرفته‌شود.

آزمون کامل نشان داده که، روش ارائه‌شده در این استاندارد و استاندارد ملی ایران، شماره ۱۰۶۱۲، به‌خوبی قابل مقایسه هستند. هرچند نباید فرض شود که این روش، بدون آزمون، در تمامی موارد با ISO 6060 قابل مقایسه است، به ویژه هنگامی که برداشتن نمونه‌ای با حجم ۲ ml و نماینده کل، مشکل باشد (به عنوان مثال نمونه‌هایی با مقدار زیاد مواد جامد معلق).

کیفیت آب - تعیین شاخص اکسیژن مورد نیاز شیمیایی (ST-COD) - روش لوله درزبندی شده مقیاس کوچک

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.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه‌گیری اکسیژن مورد نیاز شیمیایی با استفاده از روش لوله درزبندی شده، است. این آزمون تجربی و برای هر نمونه آبی از جمله فاضلاب‌ها و پساب‌ها قابل اجرا است. این روش برای نمونه‌های با ST-COD تا ۱۰۰۰ mg/l و غلظت کلرید تا ۱۰۰۰ mg/l کاربرد دارد. نمونه‌های با مقادیر ST-COD بیشتر، نیاز به پیش‌رقیق‌سازی دارند. برای نمونه‌هایی با COD کم، دقت اندازه‌گیری کاهش خواهد یافت و حد تشخیص کمتر خواهد بود.

نمونه‌های با غلظت کلرید زیاد، نیاز به پیش‌رقیق‌سازی تا غلظت تقریبی کلرید ۱۰۰۰ mg/l یا کمتر دارند. در این روش، تقریباً تمام انواع ترکیبات آلی و بیشتر عوامل کاهنده غیرآلی، اکسید می‌شوند. طبق گزارش آزمایشگاهی که روش فتومتری و تیتراسیون را با استفاده از یک کیت آزمون تجاری با گستره تا ۱۰۰۰ mg/l مقایسه کرده، حد تشخیص (۴/۶۵) برابر انحراف استاندارد درون دسته‌ای^۲ مربوط به شاهد یا استاندارد با مقدار بسیار کم) برای فتومتری در طول موج ۶۰۰ nm برابر ۶ mg/l و برای تیتراسیون، ۱۵ mg/l است. اندازه‌گیری به روش تیتراسیون، برای نمونه‌هایی با رنگ غیرمعمول یا کدر پس از مرحله هضم، کاربرد دارد.

یادآوری - مقایسه‌ای بین روش آزمون کامل (استاندارد ملی ایران، شماره ۱۰۶۱۲: سال ۱۳۸۶) و روش شرح داده شده در این استاندارد، در پیوست الف ارائه شده است. در پیوست ب، در مورد خطرهای احتمالی بحث شده است. اطلاعات در مورد کیت آزمون تجاری مقیاس کوچک در پیوست پ داده شده است. این روش را می‌توان در مقیاس کمتری مورد استفاده قرار داد (پیوست ت و ث را ببینید). برای بررسی غلظت کلرید، پیوست ج را ببینید.

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 تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

1-Chemical Oxygen Demand Index
2-Within-batch

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

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۸۸۶ سال ۱۳۸۶، آب- حفاظت و جابجایی نمونه‌های آب - آیین کار

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۱۲ سال ۱۳۸۶، کیفیت آب- اندازه‌گیری اکسیژن مورد نیاز شیمیایی

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

اکسیژن مورد نیاز شیمیایی (ST-COD)

غلظت جرمی اکسیژن معادل مقدار دی‌کرومات مصرف شده بوسیله مواد محلول و معلق، وقتی که نمونه آب تحت شرایط خاص با آن اکسید کننده وارد عمل می‌شود.

[استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۱۲: سال ۱۳۸۶]

یادآوری- یک مول دی‌کرومات ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) معادل سه مول اکسیژن (O) است.

۴ اصول آزمون

۱-۴ نمونه‌ها به روشی استاندارد به وسیله هضم با سولفوریک‌اسید و پتاسیم دی‌کرومات در مجاورت نقره سولفات و جیوه (II) سولفات، اکسید می‌شوند. نقره، برای بیشتر مواد آلی مقاوم به اکسایش، به عنوان کاتالیزور عمل می‌کند. جیوه، مزاحمت ناشی از حضور یون‌های کلرید را کاهش می‌دهد. مقدار دی‌کرومات استفاده شده در اکسایش نمونه، با اندازه‌گیری مقدار جذب کروم (III) تشکیل شده، در گستره حداکثر تا ۱۰۰۰ mg/l، در طول موج (600 ± 20) nm، تعیین می‌شود. جذب، در لوله هضم که به عنوان یک سل عمل می‌کند، اندازه‌گیری می‌شود و سپس ST-COD به دست می‌آید.

۲-۴ برای کاهش گستره کالیبراسیون تا ۱۵۰ mg/l، می‌توان از طول موج (440 ± 20) nm (پیوست-های ت و ث) و برای کاهش بیشتر گستره کالیبراسیون تا ۵۰ mg/l، از طول موج (348 ± 15) nm استفاده کرد. در طول موج ۳۴۸ nm و ۴۴۰ nm، مقدار جذب کروم باقیمانده اندازه‌گیری می‌شود.

۳-۴ برای نمونه‌های هضم شده رنگی غیرمعمول و کدر، تیتراسیون با محلول آمونیوم‌فروسولفات استاندارد شده، انجام می‌شود.

۵ مزاحمت‌ها

۱-۵ غلظت‌های زیاد کلرید، یک انحراف مثبت ناشی از اکسایش یون‌های کلرید به کلر را ایجاد می‌کند. با افزایش محلول جیوه (II) سولفات می‌توان اثر مزاحمت یون‌های کلرید را کاهش داد، ولی حذف کامل امکان‌پذیر نیست. این عمل یون‌های کلرید را به کمپلکس کلرومرکورات (II) محلول تبدیل می‌کند.

۲-۵ در اندازه‌گیری به‌روش فتومتری در طول موج ۶۰۰ nm، منگنز می‌تواند انحراف مثبت ایجاد کند. با استفاده از یک کیت آزمون تجاری mg/l (۰-۱۰۰۰)، نتایج ST-COD دو بار آزمون یک محلول منگنز mg/l ۵۰۰ (به صورت سولفات)، برابر با mg/l ۱۰۸۰ و mg/l ۱۰۸۶ است و برای یک محلول منگنز mg/l ۵۰، mg/l ۱۲۱ و mg/l ۱۲۱ به دست می‌آید. اثر مزاحمت منگنز در کیت‌های با گستره کمتر (mg/l ۰ تا mg/l ۱۵۰) در ۴۴۰ nm بسیار کمتر است (بند ۵-۱). در این طول موج، مزاحمت به صورت یک انحراف منفی بیان شده است. برای کیت‌های آزمون تجاری mg/l (۰-۱۵۰)، از دو بار آزمون یک محلول منگنز mg/l ۵۰۰ (به صورت سولفات) نتایج ST-COD، mg/l ۷ - و mg/l ۸ - به دست می‌آید. یادآوری بند پ-۶ را نیز ببینید.

۳-۵ اکسایش بسیاری از هیدروکربن‌های آروماتیک و پیریدین، محسوس نیست. بعضی از مواد آلی فرار می‌توانند هنگام اکسایش تبخیر شوند.

۴-۵ یون‌های آمونیوم اکسید نمی‌شوند (نیتروژن آلی معمولاً به یون‌های آمونیوم تبدیل می‌شود).

۶ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۶ آب، مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ سال ۱۳۸۱.

۲-۶ لوله‌های درزبندی شده ST-COD

در صورت امکان توصیه می‌شود از لوله‌های درزبندی شده ST-COD موجود در بازار استفاده شود. این کار تماس کارکنان آزمایشگاه با مواد شیمیایی سمی را به حداقل می‌رساند. لوله‌های تجاری آماده می‌توانند گستره‌های تجزیه‌ای مختلفی را پوشش دهند (به عنوان مثال تا mg/l ۵۰، mg/l ۱۶۰، mg/l ۱۰۰۰ یا mg/l ۱۵۰۰). در صورتی که نتوان لوله‌های آماده خریداری کرد، آن‌ها را در آزمایشگاه مطابق بند (۶-۷)، برای هر گستره تجزیه‌ای تا mg/l ۱۰۰۰، درست کنید. در این حالت، کاربر باید از تجدیدپذیری انتقال نوری لوله‌ها اطمینان حاصل کند یا محتویات آن‌ها را پس از هضم، به سل شیشه‌ای با طول مسیر نوری ۱۰ mm انتقال دهد.

گستره غلظت ST-COD لوله‌های تجاری توسط سازنده مشخص شده است و نباید خارج از آن گستره، استفاده شوند. در صورت تجاوز از مقدار مشخص شده، نمونه را باید تا گستره غلظت مشخص شده، رقیق کرد.

ضروری است که لوله‌های درزبندی خریداری شده، حاوی جیوه (II) سولفات برای جلوگیری از مزاحمت کلرید باشد. یادآوری بند پ-۶ را ببینید.

۳-۶ محلول استاندارد پتاسیم دی کرومات، $c(K_2Cr_2O_7) = 0,10 \text{ mol/l}$ (گستره غلظتی حداکثر 1000 mg/l ST-COD).

g ($29,418 \pm 0,005$) از پتاسیم دی کرومات (که به مدت $(2 \text{ h} \pm 10 \text{ min})$ در 105°C خشک شده) را در تقریباً 600 ml آب، در یک بشر حل کنید. با دقت و در حال همزدن، 160 ml سولفوریک اسید غلیظ (بند ۱-۴-۶) به آن اضافه کنید. پس از خنک شدن، آن را در یک بالن حجمی با گنجایش 1000 ml به حجم برسانید.

این محلول به مدت شش ماه پایدار است.

۴-۶ سولفوریک اسید

۱-۴-۶ سولفوریک اسید غلیظ، باجرم حجمی $1,84 \text{ g/ml}$.

۲-۴-۶ سولفوریک اسید رقیق، با غلظت 4 mol/l .

به 500 ml آب (بند ۱-۶)، درون یک بشر، در حال همزدن و با احتیاط $(220 \pm 10) \text{ ml}$ سولفوریک اسید غلیظ (بند ۱-۴-۶) اضافه کنید. پس از خنک شدن آن را در یک استوانه مدرج تا $(1000 \pm 10) \text{ ml}$ رقیق کنید. محلول را به یک بطری شیشه‌ای انتقال دهید. این محلول به مدت ۱۲ ماه پایدار است.

۳-۴-۶ سولفوریک اسید رقیق، با غلظت $1,8 \text{ mol/l}$

ml (20 ± 1) از سولفوریک اسید غلیظ (بند ۱-۴-۶) را با احتیاط، همراه با همزدن، به $(180 \pm 2) \text{ ml}$ آب در یک بشر اضافه کنید. این محلول به مدت ۱۲ ماه پایدار است.

۵-۶ محلول جیوه (II) سولفات، با غلظت $1,35 \text{ mol/l}$

g (80 ± 1) از جیوه (II) سولفات آزمایشگاهی را در $(200 \pm 2) \text{ ml}$ سولفوریک اسید رقیق (بند ۳-۴-۶) حل کنید.

این محلول به مدت ۱۲ ماه پایدار است.

هشدار- این واکنش گر بسیار سمی است. برای آگاهی از خطرهای آن پیوست ب را ببینید.

۶-۶ محلول نقره سولفات در سولفوریک اسید، با غلظت $0,0385 \text{ mol/l}$

g ($24,0 \pm 0,1$) از نقره سولفات را در دو لیتر سولفوریک اسید غلیظ (بند ۱-۴-۶) حل کنید و تکان دهید. مخلوط را به مدت یک شب بی حرکت گذاشته و سپس دوباره آن را تکان دهید تا تمامی نقره سولفات حل شود.

محلول را در یک بطری شیشه‌ای به رنگ قهوه‌ای تیره، به دور از نور مستقیم خورشید نگهداری کنید. این محلول به مدت ۱۲ ماه پایدار است.

۷-۶ شناساگر مخلوط (گستره ST-COD تا 1000 mg/l)

درون هریک از لوله‌های هضم (بند ۲-۱-۷)، ml ($0,50 \pm 0,01$) پتاسیم دی کرومات (بند ۳-۶) بریزید.

ml (۰٫۲۰±۰٫۰۱) محلول جیوه (II) سولفات (بند ۶-۵) و ml (۲٫۵۰±۰٫۰۱) نقره سولفات (بند ۶-۶)، با دقت اضافه کنید.

لوله‌ها را با احتیاط تکان دهید تا مواد، مخلوط شوند. درپوش لوله‌ها را بگذارید و اجازه دهید به مدت یک شب بمانند تا خنک شوند. قبل از استفاده، دوباره محلول را تکان دهید.

این محلول در صورتی که دور از نور، در دمای محیط نگه داشته شود، برای مدت یک سال پایدار می‌ماند.

می‌توان تعداد زیادی لوله هضم (بند ۷-۱-۲) را با روش فوق، از پیش آماده کرد.

لوله‌های درزبندی شده حاوی جیوه سولفات (II)، سولفوریک اسید غلیظ، پتاسیم دی کرومات و نقره سولفات را می‌توان در آزمایشگاه تهیه کرد یا در صورت موجود بودن، خریداری نمود.

این لوله‌های درزبندی شده باید دور از نور و در دمای محیط نگه‌داری شوند و حداقل به مدت یک سال پایدار بمانند. لوله‌هایی که تاریخ انقضای آن‌ها گذشته است، باید دور انداخته شوند.

۸-۶ مواد لازم برای اندازه‌گیری به روش فتومتری

۱-۸-۶ محلول ذخیره استاندارد کالیبراسیون پتاسیم هیدروژن فتالات (KHP)^۱، با غلظت ۱۰۰۰۰ mg/l (۴٫۲۵۱±۰٫۰۰۲)g پتاسیم هیدروژن فتالات را که قبلاً در دمای °C (۱۰۵±۵) به مدت (۲ h ± ۱۰ min) خشک شده، در حدود ۳۵۰ ml آب (بند ۶-۱) حل کنید و در بالن حجمی با گنجایش ۵۰۰ ml، با آب به حجم برسانید.

محلول را در یخچال در دمای °C (۲-۸) نگه‌داری و هر ماه محلول تازه‌ای تهیه کنید.

روش دیگر به منظور جلوگیری از فساد میکروبیولوژیکی، ذخیره‌سازی با سرد کردن به وسیله اضافه کردن ۲ ml سولفوریک اسید رقیق (بند ۶-۴-۲)، پیش از رقیق‌سازی تا حجم ۵۰۰ ml، است.

۲-۸-۶ محلول‌های استاندارد کالیبراسیون دستگاه، ST-COD، ۲۰۰ mg/l، ۴۰۰ mg/l، ۶۰۰ mg/l و ۸۰۰ mg/l و ۱۰۰۰ mg/l.

به طور جداگانه ۲۰ ml، ۴۰ ml، ۶۰ ml، ۸۰ ml و ۱۰۰ ml از محلول ذخیره کالیبراسیون (بند ۶-۸-۱) را به همراه ۴ ml سولفوریک اسید رقیق (بند ۶-۴-۲) درون بالن حجمی با گنجایش ۱۰۰۰ ml، با آب به حجم برسانید.

این محلول‌ها را در یخچال در دمای °C (۲-۸) نگه‌داری و هر ماه محلول تازه‌ای تهیه کنید.

برای گستره غلظت کم (برای مثال تا ۱۵۰ mg/l اکسیژن)، محلول‌های کالیبراسیون را می‌توان با استفاده از ۳۰ ml، ۶۰ ml، ۹۰ ml و ۱۲۰ ml از محلول ذخیره کالیبراسیون (بند ۶-۸-۱) آماده کرد (پیوست

پ). این محلول را در دمای °C (۲-۸) نگه‌داری و هر ماه محلول تازه‌ای تهیه کنید.

۹-۶ مواد لازم برای اندازه‌گیری به روش تیتراسیون (مورد استفاده برای نمونه‌های هضم شده در لوله درزبندی شده با رنگ غیر معمول و/یا کدورت)

۱-۹-۶ محلول شناساگر فنانترولین فرسولفات (فروبین)

1-[C6H4(COOH)(COOK)]

g (۳/۵±۰/۱) فرسولفات هفت آبه (FeSO₄.7H₂O) را در ml ۵۰۰ آب (بند ۶-۱) حل کنید.
g (۷/۴±۰/۱) از ۱، ۱۰- فنانترولین یک آبه (C₁₂H₈N₂.H₂O) را به آن اضافه کنید و تکان دهید تا حل شود.

این محلول حداقل یک ماه پایدار است.

۲-۹-۶ محلول آمونیوم فرسولفات (FAS)، حدود ۰/۰۷۵ mol/l

g (۳/۰/۱±۰/۵) آمونیوم فرسولفات شش آبه [(NH₄)₂Fe(SO₄)₂.6H₂O] را در حدود ml ۲۰۰ آب حل کنید.
با احتیاط ml (۲/۰/۱±۰/۵) سولفوریک اسید غلیظ (بند ۶-۴-۱) به آن اضافه کنید. اجازه دهید تا خنک شود و در بالن حجمی، با آب تا ml ۱۰۰۰ رقیق کنید.

هر هفته محلول را آماده و در روز استفاده، به روش زیر، استاندارد کنید.

ml (۰/۵±۰/۱) پتاسیم دی کرومات ۰/۱ mol/l (بند ۶-۳) را با حدود ۵ ml سولفوریک اسید رقیق (بند ۶-۴-۲)، رقیق کنید. این محلول را با آمونیوم فرسولفات، در حضور یک قطره فرویین (بند ۶-۹-۱) تیتر کنید.
غلظت آمونیوم فرسولفات (c) را بر حسب مول بر لیتر، با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید.

$$c = \frac{0.5 \times 0.1 \times 6}{V} = \frac{0.3}{V} \quad (1)$$

که در آن:

- V حجم محلول آمونیوم فرسولفات مصرف شده، بر حسب میلی لیتر؛
- ۰/۵ حجم محلول پتاسیم دی کرومات، بر حسب میلی لیتر؛
- ۰/۱ غلظت محلول پتاسیم دی کرومات، بر حسب مول بر لیتر؛
- ۶ تعداد مول آمونیوم فرسولفات شش آبه معادل یک مول پتاسیم دی کرومات.

۳-۹-۶ محلول نقره نیترات، با غلظت ۰/۱ mol/l

g (۱/۷/۱±۰/۱) از نقره نیترات را در ml ۱۰۰۰ آب (بند ۶-۱) حل کنید.
محلول را در یک بطری شیشه‌ای نگهداری کنید. این محلول برای مدت شش ماه پایدار می ماند.

۴-۹-۶ محلول پتاسیم کرومات، [K₂CrO₄]، ۵٪ (جرمی - حجمی)

g (۵/۰/۱±۰/۱) از پتاسیم کرومات را در ml (۱۰۰±۱) آب (بند ۶-۱) حل کنید. قطره قطره نقره نیترات (بند ۶-۹-۳) را تا تشکیل رسوب ناچیز قرمز رنگ نقره کرومات اضافه کنید. این محلول را صاف کنید.
این محلول حداکثر به مدت یک سال پایدار است.

۷ وسایل

۱-۷ وسایل برای مرحله هضم

۱-۱-۷ بلوک حرارتی^۱، با قابلیت نگهداری دما در C (۱۵۰±۵)، بدون ایجاد حرارت موضعی زیاد در محتوای لوله‌های آزمون

بهتر است بلوک حرارتی ظرفیت نگهداری حداقل ۱۰ لوله را داشته باشد. قطر سوراخ‌های آن طوری باشد که دیواره لوله‌های شیشه‌ای، چسبیده به بلوک فلزی باشد و عمق سوراخ‌ها به‌گونه‌ای باشد که گرمایش محتوای لوله‌ها به‌طور مناسب انجام شود.

یادآوری- بلوک‌هایی با قابلیت نگهداری بیش از ۵۰ لوله در دسترس می‌باشند.

محتوای لوله‌ها باید، در مدت ۱۰ دقیقه پس از گذاشتن لوله‌ها روی بلوک از پیش گرم شده، به نزدیک نقطه جوش برسند.

۲-۱-۷ لوله‌های هضم، ساخته شده از شیشه مقاوم در برابر اسید، با قابلیت تحمل فشار ۶۰۰ kpa در دمای 150°C (برای مثال طول ۱۸۵ mm، قطر خارجی ۱۴ mm، ضخامت دیواره ۱ mm).

لوله‌های شیشه‌ای باید مناسب بلوک حرارتی باشند، به‌گونه‌ای که دیواره آنها چسبیده به بلوک فلزی قرار بگیرد. قبل از استفاده، باید برای اطمینان از نبود هیچ‌گونه شکستگی یا خرابی بررسی شوند و در صورت مشاهده هرگونه اشکال جزئی، باید آنها را دور انداخت. لوله‌های شیشه‌ای باید دارای درپوش‌های مناسب باشند.

اگر لوله‌های درزبندی شده به عنوان سل برای اندازه‌گیری مقدار جذب مورد استفاده قرار می‌گیرند، ضروری است که قسمت بیرونی لوله‌ها قبل از قرارگیری در فتومتر، کاملاً تمیز شوند.

یادآوری- پیوست پ، اطلاعاتی برای استفاده از کیت‌های ST-COD مقیاس کوچک تجاری با استفاده از روش اندازه‌گیری فتومتری ارائه می‌دهد.

۳-۱-۷ پی‌پت اتوماتیک، با قابلیت برداشتن $ml (2/00 \pm 0/02)$ محلول

۲-۷ وسایل لازم برای اندازه‌گیری

۱-۲-۷ وسایل برای اندازه‌گیری به‌روش فتومتری

۱-۱-۲-۷ فتومتر، با قابلیت اندازه‌گیری در $nm (600 \pm 200)$

به‌شدت توصیه می‌شود که فتومتر، قابلیت اندازه‌گیری جذب نمونه هضم شده را درون لوله درزبندی شده داشته باشد، در این‌صورت، نیازی نیست که محلول به یک سل جداگانه منتقل شود (به پیوست پ مراجعه کنید).

۲-۱-۲-۷ وسایل نگهداری مناسب، برای لوله‌های هضم درزبندی شده، پس از استفاده

لوله‌های هضم درزبندی شده و محتوای آنها باید پس از استفاده، مطابق الزامات ملی از بین برده شوند.

۳-۱-۲-۷ سانتریفیوژ، مناسب برای نگهداری لوله‌های هضم (بند ۲-۱-۷).

۲-۲-۷ وسایل لازم برای اندازه‌گیری به روش تیتراسیون

۱-۲-۲-۷ بورت، برای مثال با گنجایش ۱۰ ml با زینبندی ۰/۰۲ ml یا تیترا تور دیجیتالی، برای مثال با

تفکیک‌پذیری ۰/۰۲ ml یا بهتر (برای تیتراسیون نمونه‌های هضم کدر در لوله‌های درزبندی شده).

۸ جمع آوری و نگهداری نمونه

نمونه‌ها را مطابق با استاندارد ملی شماره ۹۸۸۶: سال ۱۳۸۶، بردارید. نمونه‌ای را که باید آزمون شود، درون بطری شیشه‌ای یا پلی‌پروپیلنی تمیز، در دمای $C^{\circ} (8 - 2)$ و محل تاریک، نگهداری کنید.

بعد از نمونه‌برداری، آزمون را در اسرع وقت انجام دهید. در صورت نیاز به ذخیره‌سازی، برای هر لیتر نمونه مقدار $ml (1 \pm 0.1)$ سولفوریک‌اسید رقیق (بند ۶-۴-۲) به آن اضافه کنید تا مطمئن شوید که pH نمونه کمتر از ۲ است.

این نمونه به مدت پنج روز پایدار است. بعد از انجماد در دمای $C^{\circ} 20 -$ ، نمونه‌ها به مدت یک ماه پایدار می‌مانند.

۹ آماده‌سازی لوله‌ها و راه‌اندازی دستگاه

۹-۱ بررسی عملکرد نوری لوله‌ها (در حالتی که مقدار جذب، مستقیماً در لوله هضم اندازه‌گیری می‌شود)

از لوله‌های خالی مربوط به یک سری ساخت، پیش از آماده‌سازی، ۵ تا ۱۰ نمونه به‌طور تصادفی بردارید. ۵ ml آب (بند ۶-۱) به هر لوله اضافه کنید. درپوش‌ها را قرار داده و مطمئن شوید که حباب هوا در لوله مشاهده نمی‌شود (برای خارج کردن حباب هوا، به آرامی به لوله ضربه بزنید). مقادیر جذب را با استفاده از فتومتر (بند ۷-۲-۱-۱) در $nm 600$ اندازه‌گیری کنید. این مقادیر نباید بیشتر از ± 0.05 یکای جذب، با یکدیگر اختلاف داشته باشد.

۹-۲ آماده‌سازی لوله

بند (۶-۷) را ببینید.

۹-۳ بررسی حساسیت/کالیبراسیون دستگاه

برای بررسی حساسیت دستگاه، استانداردهای کالیبراسیون را مطابق بند (۶-۸) تهیه کنید. محلول‌های کالیبراسیون (بند ۶-۸-۲) را نیز همانند نمونه‌ها، مطابق بندهای (۱۰-۱) و (۱۰-۲)، هضم و اندازه‌گیری کنید.

نتایج (غلظت) را یادداشت کنید. با استفاده از این نتایج، می‌توان عدم کاهش حساسیت دستگاه، همچنین خطی بودن منحنی جذب (y) در برابر غلظت اکسیژن مورد نیاز شیمیایی (ST-COD) استانداردهای کالیبراسیون (X) را، تأیید کرد.

اگر کالیبراسیون دستگاه خارج از رواداری‌های تنظیم شده در آزمایشگاه، قرار گرفت، مقادیر جذب استانداردهای کالیبراسیون را به‌طور دستی اندازه‌گیری و مطابق دستورالعمل سازنده ضریب کالیبراسیون جدیدی اعمال کنید.

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ هضم نمونه

۱-۱-۱۰ تمام لوله‌های هضم درزبندی شده را با دقت، از نظر وجود هر نوع اشکال، بررسی کنید. محلول داخل لوله‌ها را بررسی کرده و اگر نشانه‌ای از رنگ سبز در آن مشاهده شد، لوله را کنار بگذارید.

۲-۱-۱۰ این روش برای غلظت کلرید تا 1000 mg/l مناسب است. روشی برای بررسی غلظت کلرید در پیوست ج ارائه شده است. توصیه می‌شود، کاربران حداکثر غلظت کلرید قابل قبول برای سامانه مورد استفاده را بررسی کنند، برای مثال به وسیله تزریق یون کلرید (NaCl) به یک محلول استاندارد با 20 mg/l ST-COD (پتاسیم هیدروژن فتالات).

۳-۱-۱۰ بلوک حرارتی (بند ۱-۱-۷) را روشن و تا دمای 150°C گرم کنید.

۴-۱-۱۰ سرپوش لوله هضم (بند ۲-۱-۷) را بردارید.

۵-۱-۱۰ نمونه را به‌طور کامل تکان دهید و یکنواخت کنید. بی‌درنگ 200 ml از آن را به‌وسیله پی‌پت (بند ۳-۱-۷)، داخل لوله هضم (بند ۴-۱-۱۰) بریزید. برای نمونه‌هایی که انتظار می‌رود مقدار ST-COD بیشتر از 1000 mg/l داشته باشد، با پی‌پت (بند ۳-۱-۷) 200 ml از نمونه رقیق شده (با نسبت رقیق‌سازی مناسب) را به لوله هضم انتقال دهید. برای هر دسته از آزمون‌ها، یک آزمون شاهد نیز با استفاده از آب انجام دهید.

۶-۱-۱۰ سرپوش را سر جایش محکم و محتوای لوله را با چندین بار وارونه کردن ملایم لوله، مخلوط کنید.

۷-۱-۱۰ بیرون لوله را با دستمال کاغذی خشک کنید.

۸-۱-۱۰ لوله را درون بلوک حرارتی (بند ۱-۱-۷) قرار دهید. محتوای لوله‌ها را در دمای 150°C ، به مدت $10 \text{ min} \pm 2 \text{ h}$ گرم کنید.

۹-۱-۱۰ لوله‌ها را از بلوک حرارتی بردارید و اجازه دهید تا دمای 60°C یا کمتر خنک شوند. محتوای لوله‌ها را هنگامی که هنوز گرم هستند، با چندین بار وارونه کردن هر لوله، با دقت، مخلوط کنید. پیش از اندازه‌گیری مقدار جذب، اجازه دهید لوله‌ها تا دمای محیط خنک شوند.

۲-۱۰ اندازه‌گیری فتومتری

۱-۲-۱۰ اگر نمونه‌های هضم شده (بند ۹-۱-۱۰)، تمیز به نظر بیایند (برای مثال عدم مشاهده هرگونه کدورت)، مقدار جذب را با استفاده از فتومتر (بند ۱-۱-۲-۷)، در 600 nm ، اندازه‌گیری کنید. نتایج (غلظت) را با خواندن مستقیم از دستگاه یا با استفاده از یک نمودار کالیبراسیون (بند ۳-۹)، به دست آورید.

یادآوری - در صورتی که فتومتر یا لوله‌ها برای اندازه‌گیری مستقیم جذب محلول، در لوله درزبندی شده، مناسب نبودند، مراقب باشید که هنگام انتقال مقداری از محتوای لوله، به یک سل با طول مسیر 10 mm ، برای اندازه‌گیری جذب، رسوب ته آن به هم نخورد.

۱۰-۲-۲ اگر در هر یک از نمونه‌های هضم شده (بند ۱۰-۱-۹)، کدورت مشاهده شد، آن‌ها را به مدت (5.0 ± 0.5) min در $(4000 \pm 200) \text{ g}_n^1$ سانتی‌فیوژ کنید. در صورت رفع کدورت محلول هضم شده، جذب آن را طبق بند (۱۰-۲-۱) اندازه‌گیری کنید.

هنگام سانتی‌فیوژ کردن لوله‌های درزبندی شده، احتیاط کنید.

۱۰-۲-۳ در صورتی که محلول بعد از مرحله هضم و سانتی‌فیوژ کردن هنوز کدر است، یا اگر محلول هضم شده رنگ غیرمعمول دارد، برای اندازه‌گیری، از روش تیتراسیون (بند ۱۰-۳) استفاده کنید.

۱۰-۳ اندازه‌گیری به روش تیتراسیون

۱۰-۳-۱ درپوش لوله حاوی نمونه هضم شده (بند ۱۰-۱-۹) را با دقت بردارید. دیواره‌های داخلی را با کمتر از ۱ ml آب (بند ۱-۶) بشویید، یا مقداری از نمونه را به ظرف مناسب دیگر انتقال دهید.

۱۰-۳-۲ در حال هم‌زدن، یک قطره از محلول شناساگر فروبین (بند ۶-۹-۱) به آن اضافه کنید. اگر رنگ محلول بی‌درنگ از سبز-آبی به نارنجی-قهوه‌ای تغییر کرد، مقدار ST-COD نمونه اصلی، بیشتر از گستره این روش است. پس نمونه باید بیشتر رقیق و هضم تکرار شود.

۱۰-۳-۳ در صورتی که پس از افزودن شناساگر، رنگ محلول سبز-آبی باقی ماند، آن را در حال هم‌زدن، با محلول آمونیوم‌فروسولفات (بند ۶-۹-۲) تا پیدایش رنگ نارنجی-قهوه‌ای، تیترا کنید. حجم محلول آمونیوم-فروسولفات مصرفی (V_2 بر حسب میلی‌لیتر) را یادداشت کنید. سپس یک شاهد هضم شده را، با استفاده از آب به جای نمونه، تیترا و حجم آمونیوم‌فروسولفات مصرفی (V_1 بر حسب میلی‌لیتر) را یادداشت کنید. نمونه را به لوله هضم منتقل کنید. سرپوش آن را گذاشته و مطابق مقررات ملی یا منطقه‌ای از بین ببرید. یادآوری- روش تیتراسیون در گستره کم (تا 150 mg/l) در پیوست ۳ بیان شده است.

۱۱ محاسبه نتایج

۱۱-۱ روش فتومتری

نتایج اندازه‌گیری‌ها را با خواندن مستقیم ST-COD از فتومتر یا با استفاده از نمودار کالیبراسیون به دست آورید (بند ۱۰-۲-۱). اگر نتیجه‌ای بیرون از گستره کاری است، آزمون را پس از رقیق‌سازی نمونه اصلی تکرار کنید.

مقدار ST-COD به دست آمده از نمودار کالیبراسیون را، بر حسب میلی‌گرم بر لیتر، بسته به غلظت نمونه حداکثر تا سه رقم معنی‌دار، محاسبه کنید (بند ۱۲).

۱۱-۲ روش تیتراسیون

اکسیژن مورد نیاز شیمیایی (ST-COD) را بر حسب میلی‌گرم بر لیتر اکسیژن، با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید:

$$ST - COD = \frac{8000 \cdot c(V_1 - V_2)}{V_0} \quad (2)$$

که در آن:

- C غلظت آمونیوم فرسولفات محاسبه شده در بند (۶-۹-۲)، بر حسب مول بر لیتر؛
 V_0 حجم نمونه قبل از رقیق سازی (در صورت وجود)، بر حسب میلی لیتر؛
 V_1 حجم آمونیوم فرسولفات مصرفی در تیتراسیون شاهد، بر حسب میلی لیتر؛
 V_2 حجم آمونیوم فرسولفات مصرفی در تیتراسیون آزمون، بر حسب میلی لیتر؛
 ۸۰۰۰ جرم مولی O_2 (یعنی O)، بر حسب میلی گرم بر مول.

۱۲ بیان نتایج

مقدار ST-COD را بر حسب میلی گرم بر لیتر، بسته به غلظت نمونه و داده‌های صحنه‌گذاری روش، حداکثر تا سه رقم معنی‌دار، گزارش کنید.

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد:

۱-۱۳ ارجاع به شماره این استاندارد ملی؛

۲-۱۳ مشخصات دقیق نمونه؛

۳-۱۳ نتایج، طبق بند ۱۲؛

ج- روش پیش عمل آوری نمونه؛

د- هر گونه انحراف از این روش آزمون و جزئیات تمامی پیشامدهایی که ممکن است بر نتایج تاثیرگذار باشند.

۱۴ دقت

به پیوست چ مراجعه کنید.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

مقایسه روش COD مطابق با استاندارد ملی به شماره ۱۰۶۱۲ و روش شرح داده شده در این استاندارد

- الف-۱ مقدار مصرف جیوه، در روش مقیاس کوچک، یک پنجم روش مقیاس کامل است. جیوه یک ماده آلاینده بسیار سمی است و کاهش استفاده از این ماده مهم است.
- الف-۲ روش مقیاس کوچک، نسبت به روش مقیاس کامل، از معرف‌های سمی خطرناک کمتری استفاده می‌کند.
- الف-۳ در روش مقیاس کوچک، تمامی واکنش‌گرها از پیش، در لوله‌های هضم شیشه‌ای، ریخته شده‌اند. این لوله‌ها حداقل عمر نگهداری یک‌ساله دارند. در روش مقیاس کامل، واکنش‌گرها در زمان آزمون، به ترتیب به هر بالن واکنش یا لوله، اضافه می‌شوند.
- الف-۴ در روش مقیاس کوچک، روش اندازه‌گیری فتومتری نمونه هضم شده، بیشتر از روش تیتراسیون پیوسته با فرسولفات آمونیوم استفاده می‌شود. در تمامی لوله‌های آماده تجاری، اندازه‌گیری فتومتری می‌تواند به سادگی، با قرارگیری لوله حاوی نمونه هضم شده، در یک فتومتر مناسب، انجام گیرد.
- الف-۵ روش فتومتری مقیاس کوچک، به‌ویژه برای آزمایشگاه‌هایی با حجم کار زیاد تعیین ST-COD، مناسب است. این روش تنها نیازمند یک انتقال حجمی است (برای مثال اضافه کردن ۳-۲) ml از نمونه به لوله درزبندی شده از پیش آماده). لوله‌های درزبندی شده از پیش آماده مقیاس کوچک، به صورت تجاری وجود دارند. روش تیتراسیون مقیاس کامل به چهار انتقال حجمی دستی ۰/۴ g از جیوه (II) سولفات جامد به هر بالن یا لوله رفلاکس، نیاز دارد.
- الف-۶ در روش مقیاس کوچک، کارکنان مجبور به استفاده از واکنش‌گرهای سمی و خورنده نیستند. بنابراین خطر حوادث ناشی از این واکنش‌گرها نسبت به روش مقیاس کامل، بسیار کاهش پیدا می‌کند. پسماند نقره و جیوه تولید شده در لوله‌های درزبندی شده ممکن است بازگردانده یا بازیافت شوند. به هر حال، کاربران باید اطمینان حاصل کنند که می‌توانند ۲ ml از نمونه‌های هضم شده بدون کدورت و معرف کل نمونه، به دست آورند. تجربه تعداد زیادی از آزمایشگاه‌ها، نشان داده که برای اکثر نمونه‌های پساب، به دست آوردن چنین نمونه‌ای، مشکل قابل توجهی ندارد.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

مخاطرات روش

ب-۱ این روش شامل کار با محلول‌های داغ و غلیظ سولفوریک‌اسید و پتاسیم‌دی‌کرومات است. استفاده از لباس حفاظتی، دستکش و محافظ چشم ضروری است. همچنین لازم است پرسنل، آموزش‌های کامل در ارتباط با خطرهای مربوط به این روش را گذرانده باشند.

ب-۲ در فرایند اسیدی کردن نمونه‌ها، ممکن است گازهای سمی منتشر شوند. بنابراین، بهتر است تمامی عملیات در یک مکان با تهویه مناسب، ترجیحاً زیر هود انجام شود. توصیه می‌شود که نمونه‌های ناشناخته، به دلیل امکان آزاد شدن گازهای خطرناک از جمله H_2S و HCN ، در زیر هود، اسیدی شوند.

ب-۳ تمامی لوله‌های هضم حاوی نقره‌سولفات و جیوه (II) سولفات سمی هستند. هنگام کار با محلول‌های حاوی نقره‌سولفات و جیوه (II) سولفات حل شده در سولفوریک‌اسید غلیظ، مراقبت بسیار زیادی لازم است. این محلول‌ها سمی و به شدت خورنده هستند.

ب-۴ لوله‌های هضم، در طی مرحله حرارت و بلافاصله پس از آن، تحت فشار هستند. بنابراین، باید پیش از استفاده، با دقت بازدید شوند و هر لوله‌ای با شکاف، ترک یا نشانه‌ای از آلودگی، دور انداخته شود.

ب-۵ لوله‌های درزبندی شده حاوی آب و نه واکنش‌گرهای دیگر، بهتر است در بلوک‌های حرارتی که در دمای 150°C تنظیم شده، به گونه‌ای قرار نگیرند که فشار زیاد تولید شود. در این روش از بافت^۱ سولفوریک‌اسید ۵۰٪ (حجمی) استفاده می‌شود که دارای نقطه جوش در حدود 150°C است.

ب-۶ لوله‌های هضم درزبندی شده حاوی نمونه‌هایی که تمامی پتاسیم‌دی‌کرومات آن تخلیه شده است، حاوی بخار جیوه هستند. از اینرو، سرپوش این لوله‌ها باید برداشته نشود.

ب-۷ لوله‌های درزبندی شده، بهتر است پس از استفاده، در بسته باشند و مطابق با روش‌های مستند، از بین برده شوند.

هشدار- لوله‌های درزبندی شده، پس از استفاده، نباید باز شوند. لوله‌ها باید مطابق با الزامات ملی، از بین برده شوند.

ب-۸ لوله‌های آزمون تجاری باید دارای برچسبی باشند، که وقتی کاربران، آن‌ها را از جعبه‌های نگه‌داری بیرون می‌آورند و احتمالاً همراه لوله‌های آزمون دیگر استفاده می‌کنند، قابل شناسایی باشند (به عنوان مثال گستره غلظتی متفاوت). همچنین در کنار لوله‌ها باید یک برچسب هشدار خطر وجود داشته باشد.

پیوست پ

(اطلاعاتی)

اطلاعات مربوط به چگونگی استفاده از کیت‌های آزمون ST-COD مقیاس کوچک تجاری با

استفاده از روش اندازه‌گیری فتومتری

- پ-۱ انواع زیادی کیت آزمون مخصوص ST-COD لوله درزبندی شده مقیاس کوچک با روش اندازه‌گیری فتومتری موجود است. به‌طور معمول، یک حجم اسمی ml (۲-۳) از نمونه، مورد استفاده قرار می‌گیرد. هنگام استفاده از این کیت‌های آزمون، لازم است دستورالعمل سازنده، با دقت دنبال شود.
- پ-۲ کاربران این کیت‌ها باید از نوع حاوی جیوه (II) سولفات (برای جلوگیری از مزاحمت کلرید) و نقره‌سولفات (به عنوان کاتالیزور اکسایش) استفاده کنند. اغلب سازندگان، کیت‌های بدون جیوه نیز عرضه می‌کنند که برای پایش ST-COD های پساب مناسب نیستند. مشخص شده است که کیت‌های آزمون تجاری حاوی جیوه (II) سولفات، کلرید را در نمونه‌هایی با غلظت تا ۱۰۰۰ mg/l، به‌خوبی کاهش می‌دهند.
- پ-۳ توصیه می‌شود، لوله‌های هضم مورد استفاده، متناسب با هدف بوده و در برابر فشار تولید شده پایدار باشند. بعد از پایان مرحله هضم، می‌توان لوله را خنک کرد (طبق دستورالعمل سازنده) و مستقیماً داخل فتومتر قرار داد. انتقال فیزیکی نمونه به داخل یک سل فتومتر لازم نیست. بنابراین استفاده از این روش کمترین خطر آلودگی محیط به‌وسیله مواد شیمیایی سمی و خورنده را دارد.
- پ-۴ کاربران باید کیت‌های آزمون را با استفاده از موارد زیر اعتباردهی کنند.
- یک شاهد؛
 - یک سری استانداردهای پتاسیم‌هیدروژن‌فتالات؛
 - یک استاندارد سدیم‌استات با ST-COD معادل (۷۰-۸۰٪) بالاترین استاندارد کالیبراسیون (برای اطمینان از اکسایش ترکیب‌های مقاوم)؛
 - یک سری استانداردهای کلرید تا غلظت ۱۰۰۰ mg/l و
 - یک سری نمونه‌های معمول.

یادآوری- محلول‌های حاوی ۱۶۰ mg/l و ۹۰۰ mg/l از سدیم‌استات بی آب، در تئوری، COD های ۱۲۵ mg/l و ۷۰۲ mg/l دارند. با استفاده از روش ارایه‌شده در این استاندارد، میانگین نتایج ST-COD، ۱۲۰ mg/l و ۶۷۲ mg/l (پنج اندازه‌گیری)، مشاهده شده است.

پ-۵ سازنده‌های کیت‌های آزمون تجاری، آن‌ها را برای گستره‌های پایین (به‌طور معمول تا ۵۰ mg/l یا ۱۵۰ mg/l) و گستره‌های بالا (به‌طور معمول تا ۱۰۰۰ mg/l یا ۱۵۰۰ mg/l) عرضه می‌کنند. کیت‌های با گستره‌های پایین، کاهش جذب کروم (VI) در (۳۴۸±۲۰) nm یا (۴۴۰±۲۰) nm و کیت‌های با گستره بالا،

افزایش جذب کروم (III) در $nm (600 \pm 20)$ را پایش می‌کنند. کاربر، باید گستره کالیبراسیون مناسب را انتخاب کند.

پ-۶ اندازه‌گیری به‌روش فتومتری نباید برای نمونه‌های هضم شده با تیرگی قابل مشاهده و/یا رنگ غیرمعمول، مورد استفاده قرار گیرد. در این موارد باید از روش تیتراسیون استفاده شود. برای بیشتر نمونه‌های پساب، اندازه‌گیری به‌روش فتومتری مناسب است.

یادآوری- مشخص شده است که مقادیر زیاد منگنز باعث بروز خطای مثبت در نتایج می‌شود. گمان می‌رود که یک گونه قرمز رنگ $Mn(III)$ ، $Mn(VI)$ یا $Mn(VII)$ تشکیل می‌شود (بند ۴-۲). تاثیر (این بار به صورت انحراف منفی) با کیت‌های با گستره پایین (تا 150 mg/l) از کیت‌های با گستره بالا (تا 1000 mg/l یا 1500 mg/l) به‌طور قابل توجهی کمتر است.

اگر قرار است نمونه در لوله هضم تیترا شود، کاربران باید مطمئن باشند که لوله، حجم کافی برای جا دادن ماکزیمم حجم مورد نیاز از محلول تیتراسیون را دارد.

پیوست ت

(اطلاعاتی)

روش فتومتری لوله درزبندی شده گستره پایین (تا 150 mg/l)

ت-۱ نمونه‌های حاوی غلظت مواد آلی کمتر، ممکن است با استفاده از روش حساس‌تری مورد آزمون قرار گیرند. این روش از تجهیزات و دستورالعمل‌های کلی مشابه روش فتومتری معمولی (تا 1000 mg/l)، اما غلظت‌های کم پتاسیم‌دی‌کرومات بهره می‌گیرد. مقدار کروم شش ظرفیتی با اندازه‌گیری رنگ زرد در nm (440±20) تعیین می‌شود.

ت-۲ محلول دی‌کرومات تهیه شده در بند ۶-۳، باید با یک محلول 0.15 mol/l، که به شرح زیر آماده‌سازی می‌شود، جایگزین شود.

به حدود 500 ml آب، g (4.413±0.05) پتاسیم‌دی‌کرومات (K₂Cr₂O₇) که برای مدت (2 h ± 10 min) در دمای 105 °C خشک شده، سپس 160 ml سولفوریک‌اسید غلیظ (بند ۶-۴-۱) اضافه و حل کنید. محلول را تا دمای اتاق خنک کرده و در بالن حجمی با گنجایش 1000 ml، به حجم برسانید.

ت-۳ برای تهیه شناساگر مخلوط مطابق بند ۶-۷، به جای محلول پتاسیم‌دی‌کرومات بند ۶-۳ از محلول بند ت-۲ استفاده می‌شود.

محلول‌های استاندارد کالیبراسیون دستگاه (بند ۶-۸-۲)، باید با محلول‌های استاندارد با غلظت کم‌تر، که به شرح زیر تهیه می‌شود، جایگزین شوند.

برای محلول‌های استاندارد کالیبراسیون دستگاه با مقادیر ST-COD، 30 mg/l، 60 mg/l، 90 mg/l، 120 mg/l و 150 mg/l از اکسیژن (O)، بطور جداگانه 3 ml، 6 ml، 9 ml، 12 ml و 15 ml از محلول کالیبراسیون (بند ۶-۸-۱) را تا حجم یک لیتر، با آب، رقیق کنید. قبل از رقیق کردن با آب، 4 ml سولفوریک‌اسید رقیق (بند ۶-۸-۲) اضافه کنید. این محلول‌ها را در دمای 20-25 °C نگهداری و هر ماه نمونه جدیدی آماده کنید.

فتومتر (بندهای ۷-۲-۱، ۱۰-۲ و ۱۱-۱) باید دارای قابلیت اندازه‌گیری در nm (440±20) باشد. یادآوری می‌شود که با افزایش مقدار ST-COD، مقدار دی‌کرومات باقیمانده، کاهش پیدا می‌کند. بنابراین اندازه‌گیری‌های انجام شده با استفاده از یک شاهد، مقادیر جذب منفی را نشان می‌دهد. اگر دستگاه مورد استفاده قابلیت نمایش مقادیر کمتر از صفر را نداشته باشد، تمامی اندازه‌گیری‌ها را با استفاده از یک لوله پر شده از آب (بند ۶-۱) انجام دهید و یک نمودار کالیبراسیون مناسب آماده کنید.

ت-۴ روش داده شده در بندهای (۱۰-۱) و (۱۰-۲) را دنبال کنید.

پیوست ث

(اطلاعاتی)

روش تیتراسیون لوله درزبندی شده گستره پایین (تا 150 mg/l)

ث-۱ نمونه‌های حاوی غلظت مواد آلی کمتر، ممکن است با استفاده از روش حساس‌تری مورد آزمون قرار گیرند. این روش از تجهیزات و دستورالعمل‌های کلی مشابه روش تیتراسیون معمولی (تا 1000 mg/l)، اما غلظت‌های کم پتاسیم‌دی‌کرومات و آمونیوم‌فروسولفات، بهره می‌گیرد.

ث-۲ محلول دی‌کرومات تهیه شده در بند ۶-۳، باید با یک محلول 0.15 mol/l، که به شرح زیر آماده‌سازی می‌شود، جایگزین شود.

به حدود 500 ml آب، 4.413 ± 0.005 g پتاسیم‌دی‌کرومات (K₂Cr₂O₇) که برای مدت (2 h ± 10 min) در دمای 105 °C خشک شده، سپس 160 ml سولفوریک‌اسید غلیظ (بند ۶-۴-۱) اضافه و حل کنید. محلول را تا دمای اتاق خنک کرده و در بالن حجمی با گنجایش 1000 ml، به حجم برسانید.

ث-۳ برای تهیه شناساگر مخلوط مطابق بند ۶-۷، به جای محلول پتاسیم‌دی‌کرومات بند ۶-۳ از محلول بند ۲-۲ استفاده می‌شود.

محلول آمونیوم‌فروسولفات تهیه شده در بند ۶-۹-۲، باید با یک محلول 0.12 mol/l که به شرح زیر تهیه می‌شود، جایگزین شود.

g (4.8 ± 0.1) از آمونیوم‌فروسولفات شش آبه [(NH₄)₂Fe(SO₄)₂.6H₂O] را در حدود 200 ml آب حل کنید. با دقت 20.1 ± 0.5 ml سولفوریک‌اسید غلیظ (بند ۶-۴-۱) اضافه کنید. محلول را خنک کرده و با آب تا 1000 ml در یک بالن حجمی، رقیق کنید. هر هفته، محلول تازه‌ای تهیه و در روز استفاده آن را به‌روش زیر، استاندارد کنید.

ml (0.5 ± 0.1) از پتاسیم‌دی‌کرومات 0.15 mol/l را با سولفوریک‌اسید (بند ۶-۴-۲) تا حدود 5 ml رقیق کنید. این محلول را با آمونیوم‌فروسولفات، در حضور یک قطره شناساگر فرویین (بند ۶-۹-۱) تیتراسیون کنید.

غلظت آمونیوم‌فروسولفات، c، بر حسب مول بر لیتر، را از معادله زیر به‌دست آورید:

$$c = \frac{0.50 \times 0.15 \times 6}{V} = \frac{0.45}{V}$$

که در آن:

- | | |
|------|---|
| V | حجم محلول آمونیوم‌فروسولفات مصرفی، بر حسب میلی‌لیتر است؛ |
| 0.50 | حجم محلول پتاسیم‌دی‌کرومات، بر حسب میلی‌لیتر است؛ |
| 0.15 | غلظت محلول پتاسیم‌دی‌کرومات، بر حسب مول بر لیتر است؛ |
| 6 | تعداد مول آمونیوم‌فروسولفات شش آبه معادل یک مول پتاسیم‌دی‌کرومات است. |

در غیر اینصورت، روش تیتراژ تیترسنجی شرح داده شده در بندهای (۶-۹)، (۱۰-۳) و (۱۱-۲) را دنبال کنید.

پیوست ج

(اطلاعاتی)

آزمون غربالگری برای نمونه‌هایی با غلظت کلرید بالا

این آزمون غربالگری، مقادیر کلرید بیشتر از 1000 mg/l را شناسایی خواهد کرد. اگر گمان رود نمونه‌ای بیش از 1000 mg/l کلردارد، از روش زیر استفاده کنید.

درون یک ظرف دردار حاوی 1 ml (0.1 ± 0.2) از نمونه، دو قطره محلول پتاسیم کرومات (بند ۶-۹-۴) و 1 ml (0.1 ± 0.5) از نقره‌نیترات 0.1 mol/l (بند ۶-۹-۳) اضافه کرده و پس از قرار دادن در، به‌طور کامل مخلوط کنید. اگر مخلوط قرمز رنگ شد، غلظت کلرید کمتر از 1000 mg/l است. اگر مخلوط زرد رنگ باقی ماند، غلظت کلرید بیشتر از 1000 mg/l است.

اگر غلظت کلرید بیشتر از 1000 mg/l بود، نمونه پیش از آزمون، نیاز به رقیق‌سازی دارد. در این صورت، حد تشخیص، متناسب با فاکتور رقیق‌سازی، کاهش خواهد یافت.

از استاندارد ملی شماره ۹۸۸۶: سال ۱۳۸۶ (پیوست ب) برای تعیین غلظت کلرید استفاده کنید.

پیوست چ

(اطلاعاتی)

داده‌های دقت

خلاصه نتایج یک مقایسه بین آزمایشگاهی با استفاده از روش اکسیژن مورد نیاز شیمیایی لوله درزبندی شده در مقیاس کوچک (ST-COD)، در جدول چ-۱ نشان داده شده است. جدول چ-۲ خلاصه‌ای از نتایج مقایسه بین آزمایشگاهی مشابه را برای روش استاندارد ملی شماره ۱۰۶۱۲ ارائه می‌دهد. در جدول چ-۳ این دو روش با هم مقایسه می‌شود.

جدول چ-۱ خلاصه نتایج مقایسه بین آزمایشگاهی با استفاده از روش لوله درزبندی در مقیاس کوچک (ST-COD)

| CVR | SDR | CVr | SDr | Rec | X | X _{ref} | NAP | N | L | نمونه |
|-------|-------|-------|-------|--------|-------|------------------|-------|-----|----|---|
| ۱۶,۱۶ | ۷,۴۷ | ۸,۴۰ | ۳,۸۸ | - | ۴۶,۲ | | ۶,۶۲ | ۱۳۶ | ۳۵ | پساب نهایی ۱ |
| ۲۰,۵۲ | ۴,۳۲ | ۱۷,۱۷ | ۳,۶۲ | ۱۰,۵/۴ | ۲۱,۱ | ۲۰ | ۵,۹۳ | ۱۳۵ | ۳۵ | پتاسیم‌هیدروژن فتالات ۲۰ |
| ۴,۵۴ | ۱۶,۵۹ | ۲,۴۹ | ۹,۰۹ | - | ۳۶۵,۲ | | ۴,۰۳ | ۱۲۴ | ۳۲ | پساب صنعتی ۱ |
| ۱,۷۵ | ۱۴,۸۵ | ۱,۲۱ | ۱۰,۲۷ | ۱۰۰,۱ | ۸۵۱,۱ | ۸۵۰ | ۱۲,۲۰ | ۱۲۳ | ۳۲ | پتاسیم‌هیدروژن فتالات ۸۵۰ |
| ۲۸,۰۰ | ۸,۴۸ | ۱۳,۹۴ | ۴,۲۲ | ۱۵۱,۴ | ۳۰,۳ | ۲۰ | ۶,۱۱ | ۱۳۱ | ۳۵ | پتاسیم‌هیدروژن فتالات ۲۰+کلرید ۱۰۰۰ |
| ۶,۹۸ | ۳۹,۰۱ | ۱,۸۱ | ۱۰,۱۱ | - | ۵۵۸,۸ | | ۷,۲۶ | ۱۲۴ | ۳۲ | پساب صنعتی ۲ |
| ۴,۱۲ | ۵,۰۳ | ۲,۹۰ | ۳,۵۴ | ۱۰,۱۷ | ۱۲۲,۱ | ۱۲۰ | ۴,۴۱ | ۱۳۶ | ۳۵ | پتاسیم‌هیدروژن فتالات ۱۲۰ |
| ۷,۲۷ | ۷,۶۳ | ۳,۷۶ | ۳,۹۴ | - | ۱۰۵,۰ | | ۱,۴۷ | ۱۳۶ | ۳۵ | پساب صنعتی ۳ |
| ۲۸,۹۶ | ۱۰,۵۲ | ۱۵,۶۳ | ۵,۶۸ | ۱۸۱,۷ | ۳۶,۳ | ۲۰ | ۲۰,۴۷ | ۱۲۷ | ۳۳ | پتاسیم‌هیدروژن فتالات ۲۰ +کلرید ۲۰۰۰ |
| ۵,۱۷ | ۶,۴۰ | ۳,۲۹ | ۴,۰۸ | ۹۵,۴ | ۱۲۴,۰ | ۱۳۰ | ۵,۱۵ | ۱۳۶ | ۳۵ | سدیم‌استات ۱۳۰ |
| ۷,۱۱ | ۱۰,۳۶ | ۳,۹۴ | ۵,۷۴ | - | ۱۴۵,۶ | | ۷,۵۸ | ۱۳۲ | ۳۴ | پساب نهایی ۲ |
| ۶,۱۳ | ۴۶,۱۹ | ۱,۵۸ | ۱۱,۸۸ | ۹۴,۲ | ۷۵۳,۲ | ۸۰۰ | ۳,۲۳ | ۱۲۴ | ۳۲ | سدیم‌استات ۸۰۰ |

راه‌نما

L تعداد آزمایشگاه‌ها (برای این سطح)؛

N تعداد مقادیر؛

NAP درصد نتایج پرت؛

X_{ref} مقدار مرجع بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

X مقدار میانگین کل بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

Rec بازیابی بر حسب درصد؛

SDr انحراف استاندارد تکرار پذیری بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

CVr ضریب تکرار پذیری واریانس بر حسب درصد؛

SDR انحراف استاندارد تجدید پذیری بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

CVR ضریب تجدید پذیری واریانس بر حسب درصد؛

KHP پتاسیم‌هیدروژن فتالات.

یادآوری- تمام غلظت پتاسیم‌هیدروژن فتالات و استات‌سدیم داده شده در ستون نمونه بر حسب میلی‌گرم بر لیتر ST-COD و تمام غلظت کلرید داده شده در ستون نمونه بر حسب میلی‌گرم بر لیتر کلرید می‌باشد.

جدول چ-۲ نتایج آزمون بین آزمایشگاهی برای روش استاندارد ملی به شماره ۱۰۶۱۲: سال ۱۳۸۶

| CVR | SDR | CVr | SDr | Rec | X | X _{ref} | NAP | N | L | نمونه |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------------------|-----|----|---|-------------------|
| ۱۴,۹۸ | ۷,۲۳ | ۸,۵۶ | ۴,۱۳ | - | ۴۸,۳ | | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | پساب نهایی ۱ |
| ۱۹,۳۰ | ۴,۵۹ | ۱۱,۹۹ | ۲,۸۵ | ۱۱۸,۹ | ۲۳,۸ | ۲۰ | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | ۲۰ KHP |
| ۵,۶۸ | ۱۹,۷۳ | ۲,۲۶ | ۷,۸۵ | - | ۳۴۷,۳ | | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | پساب صنعتی ۱ |
| ۳,۲۳ | ۲۷,۵۳ | ۲,۵۶ | ۲۱,۸۷ | ۱۰۰,۳ | ۸۵۲,۹ | ۸۵۰ | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | ۸۵۰ KHP |
| ۲۹,۶۱ | ۸,۹۶ | ۱۵,۳۰ | ۴,۶۳ | ۱۵۱,۴ | ۳۰,۳ | ۲۰ | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | ۱۰۰۰ KHP+۲۰ کلرید |
| ۸,۷۳ | ۴۵,۹۷ | ۴,۷۳ | ۲۴,۸۹ | - | ۵۲۶,۳ | | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | پساب صنعتی ۲ |
| ۸,۳۶ | ۱۰,۱۶ | ۱,۳۸ | ۱,۶۸ | ۱۰۱,۳ | ۱۲۱,۵ | ۱۲۰ | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | ۱۲۰ KHP |
| ۵,۰۹ | ۵,۰۶ | ۳,۲۵ | ۳,۲۳ | - | ۹۹,۳ | | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | پساب صنعتی ۳ |
| ۵۰,۷۶ | ۲۰,۴۴ | ۱۲,۱۰ | ۴,۸۷ | ۲۰۱,۳ | ۴۰,۳ | ۲۰ | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | ۲۰۰۰ KHP+۲۰ کلرید |
| ۱۱,۳۸ | ۱۳,۴۶ | ۴,۷۱ | ۵,۵۷ | ۹۱,۰ | ۱۱۸,۳ | ۱۳۰ | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | استات سدیم ۱۳۰ |
| ۵,۱۸ | ۷,۴۵ | ۴,۴۸ | ۶,۴۴ | - | ۱۴۳,۷ | | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | پساب نهایی ۲ |
| ۱۰,۹۳ | ۷۹,۷۶ | ۵,۳۱ | ۳۸,۸۰ | ۹۱,۳ | ۷۳۰,۱ | ۸۰۰ | ۰,۰ | ۱۸ | ۵ | استات سدیم ۸۰۰ |

یادآوری- تمام نشانه‌ها و اصطلاحات مخفف همانند جدول چ-۱ می‌باشند

جدول چ-۳ مقایسه روش استاندارد ملی به شماره ۱۰۶۱۲: سال ۱۳۸۶ و روش این استاندارد (کیت آزمون)

| CVR | | CVr | | Rec | | X | | X _{ref} | نمونه |
|-----------|----------|-----------|----------|-----------|----------|-----------|----------|------------------|-------------------|
| Test kits | ISO 6060 | Test kits | ISO 6060 | Test kits | ISO 6060 | Test kits | ISO 6060 | | |
| ۱۶,۱۶ | ۱۴,۹۸ | ۸,۴۰ | ۸,۵۶ | - | - | ۴۶,۲ | ۴۸,۳ | | پساب نهایی ۱ |
| ۲۰,۵۲ | ۱۹,۳۰ | ۱۷,۱۷ | ۱۱,۹۹ | ۱۰۵,۴ | ۱۱۸,۹ | ۲۱,۱ | ۲۳,۸ | ۲۰ | ۲۰ KHP |
| ۴,۵۴ | ۵,۶۸ | ۲,۴۹ | ۲,۲۶ | - | - | ۳۶۵,۲ | ۳۴۷,۳ | | پساب صنعتی ۱ |
| ۱,۷۵ | ۳,۲۳ | ۱,۲۱ | ۲,۵۶ | ۱۰۰,۱ | ۱۰۰,۳ | ۸۵۱,۱ | ۸۵۲,۹ | ۸۵۰ | ۸۵۰ KHP |
| ۲۸,۰۰ | ۲۹,۶۱ | ۱۳,۹۴ | ۱۵,۳۰ | ۱۵۱,۴ | ۱۵۱,۴ | ۳۰,۳ | ۳۰,۳ | ۲۰ | ۱۰۰۰ KHP+۲۰ کلرید |
| ۶,۹۸ | ۸,۷۳ | ۱,۸۱ | ۴,۷۳ | - | - | ۵۵۸,۸ | ۵۲۶,۳ | | پساب صنعتی ۲ |
| ۴,۱۲ | ۸,۳۶ | ۲,۹۰ | ۱,۳۸ | ۱۰۱,۷ | ۱۰۱,۳ | ۱۲۲,۱ | ۱۲۱,۵ | ۱۲۰ | ۱۲۰ KHP |
| ۷,۲۷ | ۵,۰۹ | ۳,۷۶ | ۳,۲۵ | - | - | ۱۰۵,۰ | ۹۹,۳ | | پساب صنعتی ۳ |
| ۲۸,۹۶ | ۵۰,۷۶ | ۱۵,۶۳ | ۱۲,۱۰ | ۱۸۱,۷ | ۲۰۱,۳ | ۳۶,۳ | ۴۰,۳ | ۲۰ | ۲۰۰۰ KHP+۲۰ کلرید |
| ۵,۱۷ | ۱۱,۳۸ | ۳,۲۹ | ۴,۷۱ | ۹۵,۴ | ۹۱,۰ | ۱۲۴,۰ | ۱۱۸,۳ | ۱۳۰ | استات سدیم ۱۳۰ |
| ۷,۱۱ | ۵,۱۸ | ۳,۹۴ | ۴,۴۸ | - | - | ۱۴۵,۶ | ۱۴۳,۷ | | پساب نهایی ۲ |
| ۶,۱۳ | ۱۰,۹۳ | ۱,۵۸ | ۵,۳۱ | ۹۴,۲ | ۹۱,۳ | ۷۵۳,۲ | ۷۳۰,۱ | ۸۰۰ | استات سدیم ۸۰۰ |

یادآوری- تمام نشانه‌ها و اصطلاحات اختصاری همانند جدول چ-۱ می‌باشند.

پیوست ح

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- [1] ISO 5790:1979, *Inorganic chemical products for industrial use — General method for determination of chloride content —Mercurimetric method*
- [2] ISO 6060:1989, *Water quality — Determination of the chemical oxygen demand*
- [3] *Chemical Oxygen Demand (Dichromate Value) of Polluted and Waste Waters. (First Edition)*, HMSO, 1977, ISBN 011 7512494
- [4] *Chemical Oxygen Demand (Dichromate Value) of Polluted and Waste Waters. (Second Edition)*, HMSO, 1986, ISBN 011 7519154