



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۹۹۸

چاپ اول

بهمن ۱۳۹۲

INSO

16998

1st. Edition

Jan.2013

کانه‌ها و کنسانتره‌های کروم - تعیین مقدار
سیلیسیم - روش طیف‌سنجی جذب مولکولی
و روش وزن‌سنجی - روش‌های آزمون

**Chromium ores and Concentrates -
Determination of Silicon Content -
Molecular Absorption Spectrometric
Method and Gravimetric Method-
Test Methods**

ICS:73.060.30

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 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 Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
«کانه‌ها و کنسانتره‌های کروم - تعیین مقدار سیلیسیم - روش طیف‌سنجی جذب مولکولی و روش
وزن‌سنجی - روش‌های آزمون»

رئیس:

احمدی، حاجی رضا
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

سمت و / یا نمایندگی

پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بی سخن، محمد رضا
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت سیمان اکباتان

بیگلری، حسن
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشگاه استاندارد

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

عباسی رزگله، محمد حسین
(مهندسی مواد و سرامیک)

سازمان ملی استاندارد ایران

شمس الدین سعید، علی
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارخانه کک‌سازی و پالایش قطران زرنند کرمان

صنعتگر، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

دانشگاه آزاد اسلامی واحد لنگرود

قربی، معصومه
(کارشناس زمین شناسی)

شرکت سپید ماسه همدان

محمدپور، عزت
(کارشناس زمین شناسی)

سازمان نظام مهندسی معدن استان همدان

اداره کل استاندارد استان همدان

محمدی، رضا
(کارشناس ارشد زمین شناسی)

اداره کل استاندارد استان همدان

مهجوب، کتایون
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک استان همدان

نجفی، امیر
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

دانشگاه بوعلی سینا همدان

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ روش الف- روش طیف‌سنجی برای مقادیر سیلیسیم از ۰/۰۵٪ تا ۰/۱۵٪ (جرمی / جرمی)
۵	۴ روش ب- روش وزن‌سنجی برای مقادیر سیلیسیم از ۰/۱۵٪ (جرمی /جرمی) تا ۱۵٪ (جرمی /جرمی)

پیش‌گفتار

استاندارد «کانه‌ها و کنسانتره‌های کروم - تعیین مقدار سیلیسیم - روش طیف‌سنجی جذب مولکولی و روش وزن‌سنجی - روش‌های آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت رویان پژوهان سینا تهیه و تدوین شده و در یکصد و هشتاد و هفتمین اجلاس هیئت کمیته ملی استاندارد مواد معدنی مورخ ۱۳۹۲/۹/۲۶ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه 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 تجدیدنظر 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 5997:1984, Chromium ores and concentrates - Determination of silicon content - Molecular absorption spectrometric method and gravimetric method

کانه‌ها و کنسانتره‌های کروم - تعیین مقدار سیلیسیم - روش طیف‌سنجی جذب مولکولی و روش وزن‌سنجی - روش‌های آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش‌هایی برای اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم کانه‌ها و کنسانتره‌های کروم است. این استاندارد شامل روش‌های الف و ب به شرح زیر است:

- روش الف - روش طیف‌سنجی جذب مولکولی، برای محصولات دارای مقادیر سیلیسیم از ۰/۰۵٪ (جرمی/جرمی) تا ۰/۵٪ (جرمی/جرمی) کاربرد دارد.

- روش ب - روش وزن‌سنجی، برای محصولات دارای مقادیر سیلیسیم از ۰/۵٪ (جرمی/جرمی) تا ۱۵٪ (جرمی/جرمی) کاربرد دارد.

یادآوری - توصیه می‌شود استاندارد بند ۲-۱ را نیز ملاحظه کنید.

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 موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 6629, Chromium ores and concentrates - Methods of chemical analysis - General instructions

۳ روش الف - روش طیف‌سنجی برای مقادیر سیلیسیم از ۰/۰۵٪ تا ۰/۵٪ (جرمی/جرمی)

۱-۳ اصول آزمون

آزمونه به‌وسیله ذوب کردن با مخلوط کمک ذوب تجزیه می‌شود و سپس ماده‌ی ذوب شده، در آب حل می‌شود.

pH محلول با هیدروکلریک اسید تنظیم می‌شود. سیلیس با آمونیوم مولیبدات واکنش می‌دهد و با آسکوربیک اسید در حضور سیتریک اسید کاهش می‌یابد.

اندازه‌گیری طیف‌سنجی در طول موج ۸۱۰ nm یا ۶۲۰ تا ۶۴۰ nm انجام می‌شود.

۲-۳ واکنش‌ها

این روش بر اساس برهم‌کنش سیلیسیک اسید با آمونیوم مولیبدات و تشکیل سیلیکو مولیبدات هترو پلی اسید زرد می‌باشد که با آسکوربیک اسید به یک کمپلکس سیلیکو مولیبدات آبی کاهش می‌یابد.

۳-۳ واکنشگرها

۱-۳-۳ مخلوط کمک ذوب

مقدار ۱۰۰ g سدیم کربنات بدون آب، ۵۰ g سدیم تتراپورات (که از قبل تا مادامی که کف کردن متوقف شود، مشتعل شده است) و ۰٫۵ g پتاسیم نترات را مخلوط کنید و به‌طور کامل در یک هاون فولادی سخت یا کوراندوم^۱ آسیاب کنید.

۲-۳-۳ آمونیوم مولیبدات، محلول ۵۰ g/l

این محلول را در یک ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید. در صورت نیاز واکنشگر باید از قبل مجدد بلوری شود. برای این مورد، ۲۵۰ g واکنشگر را به یک بشر ۶۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید و در ۴۰۰ ml آب در حالی که حرارت دهی در 70°C تا 80°C انجام می‌شود، حل کنید. محلول را از طریق کاغذ صافی بافت متراکم^۲ صاف کنید، سپس ۳۰۰ ml اتانول [۹۶٪ (جرمی/جرمی)] در حالی که مخلوط می‌شوند را اضافه کنید و اجازه دهید به مدت یک ساعت تا لخته شدن رسوب‌ها، باقی بمانند. رسوب را با ایجاد مکش بر روی کاغذ صافی بافت متوسط صاف کنید، سپس ۲ مرتبه یا ۳ مرتبه با اتانول شستشو دهید و در هوا خشک کنید.

۳-۳-۳ هیدروکلریک اسید، $\rho = 1,19 \text{ g/ml}$ ، رقیق شده به نسبت ۳+۱

۴-۳-۳ مخلوط اسیدها

مقدار ۵ g سیتریک اسید و ۱ g آسکوربیک اسید را در ۱۰۰ ml آب حل کنید. مخلوط را به صورت تازه آماده کنید.

۵-۳-۳ محلول سیلیسیم، محلول استاندارد مطابق با ۵۰ mg سیلیسیم در لیتر

مقدار ۰٫۱۰۷۰ g سیلیسیم دی‌اکسید را وزن کنید و در دمای 1000°C تا 1100°C تا ثابت شدن جرم، داخل یک بوته پلاتینی کلسینه کنید. ۲ g مخلوط کمک ذوب (بند ۳-۳-۱) را اضافه کنید. سپس با سیم پلاتینی مخلوط کنید، با درپوش پلاتینی بپوشانید و در دمای 1000°C تا 1100°C ذوب کنید. بوته همراه با ماده ذوب شده را به بشر ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. ماده ذوب شده را در ۱۰۰ ml تا ۱۵۰ ml محلول سدیم کربنات ۱۰ g/l در حالی که به آرامی حرارت داده می‌شود، حل کنید. محلول را خنک کنید و با محلول سدیم کربنات ۱۰ g/l تا حدود ۷۵۰ ml رقیق کنید. به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید و با محلول سدیم کربنات ۱۰ g/l تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید. این محلول را در یک ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.

1- Corundum

2- close-texture filter paper

با استفاده از پیپت ۲۵ ml از این محلول را به یک بشر ۵۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب تا حجم ۳۵۰ ml تا ۴۰۰ ml رقیق کنید. این محلول را با هیدروکلریک اسید (بند ۳-۳-۳) و با تنظیم pH، ۱/۵ تا ۱/۷ به وسیله pH متر (بند ۳-۴-۳) اسیدی کنید. سپس این محلول را به یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب تا خط نشانه، رقیق و مخلوط کنید.

۱ ml از این محلول حاوی ۰/۰۰۵۰ mg سیلیسیم می باشد.

۴-۳ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاه به همراه وسایل زیر:

۳-۴-۱ بوتله پلاتینی، با درپوش پلاتینی و سیم پلاتینی.

۳-۴-۲ طیف سنج، با گزینش گر تابش برای تغییرات پیوسته، یا

۳-۴-۳ طیف سنج، با گزینش گر تابش برای تغییرات ناپیوسته.

۴-۴-۳ pH متر.

۳-۵ روش انجام آزمون

۳-۵-۱ آزمون

مقدار ۰/۱ g نمونه آزمون را وزن کنید.

۳-۵-۲ آزمون شاهد

آزمون شاهد را در سرتاسر همه مراحل تجزیه انجام دهید.

۳-۵-۳ تجزیه آزمون

آزمون (بند ۳-۵-۱) را به یک بوتله پلاتینی (بند ۳-۴-۱) منتقل کنید. مقدار ۲ g مخلوط کمک ذوب (بند ۳-۳-۱) را اضافه کنید و با سیم پلاتینی (بند ۳-۴-۱) مخلوط کنید و با درپوش پلاتینی (بند ۳-۴-۱) بیوشانید و در دمای ۱۰۰۰°C تا ۱۱۰۰°C ذوب کنید. بوتله حاوی ماده ذوب شده را خنک کنید و به یک بشر فلوروپلاستیکی ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کنید. ماده ذوب شده را در حالی که به آرامی حرارت داده می شود، در ۷۰ ml تا ۸۰ ml آب حل کنید (در صورت لزوم محلول را صاف کنید). سپس محلول را خنک کنید، با هیدروکلریک اسید (بند ۳-۳-۳) با تنظیم pH، ۱/۵ تا ۱/۷ با استفاده از pH متر (بند ۳-۴-۴) اسیدی کنید، به بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید.

۳-۵-۴ آماده سازی محلول آزمون

با استفاده از پیپت، حجم های برداشتی مناسبی از محلول را بسته به مقدار سیلیسیم مورد نظر نمونه (به جدول ۱ مراجعه کنید) به دو بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید.

مقدار ۱٫۵ ml هیدروکلریک اسید (بند ۳-۳) و ۶۰ ml تا ۶۵ ml آب را به هر بالن اضافه کنید. ۵ ml محلول آمونیوم مولیبدات (بند ۳-۳-۲) را به یکی از بالن‌ها اضافه کنید، مخلوط کنید و اجازه دهید محلول به مدت ۱۰ دقیقه باقی بماند.

مقدار ۵ ml مخلوط اسیدهای (بند ۳-۳-۴) را به دو بالن اضافه کنید. با آب تا خط نشانه رقیق کنید و سپس مخلوط کنید و اجازه دهید به مدت ۱۵ دقیقه باقی بماند.

جدول ۱- حجم برداشتی برای مقدار سیلیسیم مورد انتظار

مقدار سیلیسیم مورد انتظار % (جرمی / جرمی)	حجم برداشتی ml
۰٫۲۵ تا ۰٫۱۰۵	۱۰
۰٫۲۵ تا ۰٫۱۰۵	۵

۳-۶ اندازه‌گیری طیف‌سنج

جذب هر محلول را با استفاده از طیف‌سنج (بند ۳-۴-۲) در ۸۱۰ nm یا طیف‌سنج (بند ۳-۴-۳) در ۶۲۰ nm تا ۶۴۰ nm در سل‌های ۲۰ میلی‌لیتری تا ۵۰ میلی‌لیتری در برابر محلولی که به آن محلول آمونیوم مولیبدات اضافه نشده است، به عنوان مرجع اندازه‌گیری کنید.

۳-۷ آماده‌سازی نمودار واسنجی

با استفاده از بورت در هر مجموعه‌ی شش‌تایی از بالن‌های حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری مقدار ۰ ml، ۲ ml، ۴ ml، ۶ ml، ۸ ml و ۱۰ ml محلول سیلیسیم استاندارد (بند ۳-۳-۵)، مطابق با ۰ mg، ۰٫۰۰۵ mg، ۰٫۰۱۰ mg، ۰٫۰۱۵ mg، ۰٫۰۲ mg، ۰٫۰۲۵ mg سیلیسیم را وارد کنید. ۱٫۵ ml هیدروکلریک اسید (بند ۳-۳) را تا ۶۰ ml تا ۶۵ ml آب و ۵ ml محلول آمونیوم مولیبدات (بند ۳-۳-۲) را اضافه کنید و سپس مخلوط کنید و اجازه دهید محلول به مدت ۱۰ min باقی بماند. ۵ ml مخلوط اسیدها (بند ۳-۳-۴) را اضافه کنید و با آب تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید و اجازه دهید به مدت ۱۵ min باقی بماند. جذب هر محلول را مطابق بند ۳-۶ و با استفاده از محلول انطباق به عنوان مرجع اندازه‌گیری کنید. نمودار واسنجی را با رسم تصویر جذب در برابر مقدار سیلیسیم اسمی آماده کنید.

۳-۸ بیان نتایج

۳-۸-۱ محاسبات

به‌وسیله‌ی نمودار واسنجی (بند ۳-۷) و کم کردن مقدار جذب خوانده شده برای آزمون شاهد، جذب خوانده شده برای محلول آزمون را به مقدار سیلیسیم تبدیل کنید. مقدار سیلیسیم (Si) را بر حسب درصد جرمی و با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$\frac{m_1 \times 100}{m_2 \times 1000} \times K$$

$$= \frac{m_1}{m_2 \times 10} \times K$$

که در آن:

m_1 جرم سیلیسیم در حجم برداشتی از محلول آزمون به دست آمده از نمودار واسنجی، بر حسب میلی گرم؛
 m_2 جرم آزمون مطابق با حجم برداشتی محلول آزمون، بر حسب گرم؛
 K ضریب تبدیل برای بیان مقدار سیلیسیم بر اساس خشک.

۳-۸-۲ رواداری‌های مجاز برای تعیین‌های تکراری

جدول ۲- رواداری مجاز برای مقدار سیلیسیم

رواداری مجاز ml	مقدار سیلیسیم ٪ (جرمی / جرمی)
۰٫۲۵ تا ۰٫۱۰۵	۰٫۰۲
۰٫۵۰ تا ۰٫۲۵	۰٫۰۵

۴ روش ب- روش وزن‌سنجی برای مقادیر سیلیسیم از ۰٫۱۵٪ (جرمی / جرمی) تا ۱۵٪ (جرمی / جرمی)

۱-۴ اصول آزمون

آزمون را به‌وسیله‌ی روش ۱ یا روش ۲ تجزیه کنید.

روش ۱- به‌وسیله‌ی ذوب کردن سدیم پروکسید و عمل‌آوری با هیدروکلریک اسید و پرکلریک اسید، تجزیه را انجام دهید.

روش ۲- به‌وسیله‌ی عمل‌آوری با نیتریک اسید و پرکلریک اسید، تجزیه را انجام دهید.

جدایی سیلیسیک اسید به وسیله بخار کردن با پرکلریک اسید و صاف کردن انجام می‌شود. باقیمانده، مشتعل و سپس توزین می‌شود. عمل‌آوری باقیمانده مشتعل شده با هیدروفلوریک اسید و سولفوریک اسید، مشتعل کردن و با توزین مجدد انجام می‌شود.

۲-۴ واکنشگرها

۱-۲-۴ سدیم پراکسید.

هشدار- در طی ذوب کردن، از عینک‌های شیشه‌ای ایمنی استفاده کنید. سدیم پراکسید را دور از رطوبت نگهداری کنید. اجازه ندهید مواد آلی به آن وارد شود و از امکان آلودگی‌های انفجاری اجتناب کنید.

۲-۲-۴ سدیم کربنات، بدون آب.

۳-۲-۴ سولفوریک اسید، $\rho=1,84 \text{ g/ml}$ ، رقیق شده به نسبت ۱+۱.

۴-۲-۴ پرکلریک اسید، $\rho = 1,50 \text{ g/ml}$.

هشدار- خطر مسمومیت به وسیله استنشاق، بلعیدن یا تماس با پوست وجود دارد. بخارهای موثر محفظه را دور از شعله‌ها و غیره نگه داری کنید. از استنشاق بخارها و تماس با پوست، چشم و لباس اجتناب کنید.

۴-۲-۵ هیدروکلریک اسید، $\rho = 1,19 \text{ g/ml}$.

۴-۲-۶ هیدروکلریک اسید، رقیق شده به نسبت ۱+۴.

۴-۲-۷ هیدروکلریک اسید، رقیق شده به نسبت ۱+۹.

۴-۲-۸ هیدروکلریک اسید، رقیق شده به نسبت ۱+۱۰۰.

۴-۲-۹ هیدروفلوریک اسید، $\rho = 1,13 \text{ g/ml}$ ، محلول ۴۰٪ (جرمی/جرمی).

۴-۲-۱۰ نیتریک اسید، $\rho = 1,4 \text{ g/ml}$.

۳-۴ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر:

۴-۳-۱ بوتله آهنی یا نیکلی، با یک میله نیکلی.

۴-۳-۲ بوتله پلاتینی.

۴-۳-۳ کوره مافلی، قادر به نگهداری دما در 1000°C تا 1100°C .

۴-۴ روش انجام آزمون

۴-۴-۱ آزمون

وزن جرم نمونه آزمون را از جدول ۳ و مطابق با مقدار سیلیسیم مورد نظر انتخاب کنید.

جدول ۳- انتخاب جرم آزمون

جرم آزمون g	مقدار سیلیسیم مورد انتظار ٪ (جرمی / جرمی)
۱,۰	۰,۵ تا ۲,۵
۰,۵	۲,۵ تا ۰,۱۵

۴-۴-۲ آزمون شاهد

آزمون شاهد را در سرتاسر همه‌ی مراحل تجزیه انجام دهید.

۴-۴-۳ تجزیه آزمون

اگر تجزیه بر اساس روش ۱ انجام می‌شود، روش شرح داده شده در بند ۴-۳-۴-۱ را انجام دهید. اگر تجزیه بر اساس روش ۲ انجام می‌شود، روش شرح داده شده در بند ۴-۳-۴-۲ را انجام دهید.

۱-۳-۴-۴ آزمون (بند ۴-۴-۱) را در یک بوته‌ی آهنی و یا نیکی قرار داده و مقدار ۸ g تا ۱۰ g پروکسید سدیم (بند ۴-۲-۱) را اضافه کنید. محتویات بوته را با یک میله‌ی نیکی (بند ۴-۳-۱) مخلوط کنید و با لایه‌ای از سدیم پروکسید (بند ۴-۲-۱) به مقدار (۱ g تا ۲ g) بپوشانید و در دمای 80°C تا 85°C ذوب کنید. به‌طور منظم محتویات بوته را با چرخش مخلوط کنید.

بوته را خنک کنید و سپس آن را در یک بشر فلوروپلاستیکی ۵۰۰ میلی‌لیتری قرار دهید و آن را با شیشه ساعت پلی‌اتیلنی بپوشانید. ماده‌ی ذوب شده را با ۱۵۰ ml تا ۲۰۰ ml آب شستشو دهید. شیشه ساعت و بوته را با آب داغ شستشو داده و بوته را از بشر بردارید. به دقت هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۵) را به محتویات بشر تا مادامی که هیدروکسیدهای آهن حل شوند، اضافه کنید. محلول را به یک بشر شیشه‌ای ۶۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید و سپس ۶۰ ml پرکلریک اسید (بند ۴-۲-۴) را اضافه کنید. مخلوط کنید و تا ظهور بخارهای سفید پرکلریک اسید حرارت دهید. حرارت دهی پیوسته در این مرحله را تا مادامی که تبلور نمک‌ها آغاز شود، ادامه دهید.

محلول را خنک کنید و با دقت از دیواره‌های درونی بشر ۳۰ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۷) و پس از آن ۱۵۰ ml تا ۲۰۰ ml آب را ریخته و تا انحلال نمک‌ها حرارت دهید.

رسوب را بر روی کاغذ صافی بافت متراکم حاوی مقدار کمی خمیر کاغذ بدون خاکستر، جمع‌آوری کنید. بشر را با هیدروکلریک اسید داغ (بند ۴-۲-۸) با استفاده از یک میله شیشه‌ای نوک پلاستیکی برای حذف همه ذرات چسبیده سیلیسیک اسید آبکشی کنید. باقی‌مانده را ۱۰ مرتبه تا ۱۲ مرتبه با هیدروکلریک اسید داغ (بند ۴-۲-۸) شستشو داده و سپس ۲ الی ۳ مرتبه با آب داغ شستشو دهید. مایع زیر صافی و شستشوها را در یک بشر ۶۰۰ میلی‌لیتری جمع‌آوری کنید. باقی‌مانده بر روی صافی را نگه‌داری کنید. ۱۰ ml پرکلریک اسید (بند ۴-۲-۴) را به مایع زیر صافی افزوده و تا ظهور بخار سفید پرکلریک اسید تبخیر کنید. حرارت دهی در این مرحله را تا مادامی که تبلور نمک‌ها آغاز شود، ادامه دهید. محلول را خنک کنید. ۴۰ ml تا ۵۰ ml آب داغ را افزوده، مخلوط کنید و جهت انحلال نمک‌ها حرارت دهید.

باقی‌مانده را صاف کنید و باقی‌مانده به‌علاوه محلول به‌دست آمده را با باقی‌مانده‌ی اصلی سیلیسیک اسید ترکیب کنید. کاغذهای صافی همراه با باقی‌مانده‌ها را نگه‌داری کنید و مطابق با بند ۴-۴-۴ ادامه دهید.

۲-۳-۴-۴ آزمون (بند ۴-۴-۱) را در یک بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری قرار داده و با ۵ ml آب مرطوب کنید. ۵۰ ml تا ۷۰ ml پرکلریک اسید (بند ۴-۲-۴) و ۵ ml نیتریک اسید (بند ۴-۲-۱۰) را اضافه کنید. بشر را با شیشه ساعت بپوشانید و تا ظهور بخار سفیدرنگ پرکلریک اسید حرارت دهید. حرارت‌دهی را تا اکسید شدن کروم ادامه دهید.

یادآوری- تبخیر به صورت کامل تا خشک شدن به دلیل خطرات ایجاد شده در حرارت‌دهی نمک‌های پرکلریک توصیه نمی‌شود.

شیشه ساعت را برداشته و به دقت هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۵) را قطره‌قطره در امتداد دیواره‌های بشر تا مادامی که بخارهای قهوه‌ای کرومیل کلرید متوقف شود، اضافه کنید. کروم به حالت سه ظرفیتی، کاهش می‌یابد. شیشه‌ساعت روی بشر را تعویض کنید و حرارت‌دهی به محلول را تا تشکیل اکسید کروم به صورت

کامل ادامه دهید. تقطیر کرومیل کلرید را تا مادامی که نمونه به صورت کامل تجزیه شود، تکرار کنید. شیشه ساعت بر روی بشر را تعویض کرده و حرارت دهی را تا مادامی که اتمسفر درون بشر شفاف شود، ادامه دهید. این مرحله را تا مادامی که بیشتر پرکلریک اسید تبخیر شود، حفظ کنید، اما از تبخیر تا خشک شدن اجتناب کنید.

هشدار- در هنگام کار کردن با کرومیل کلرید از مسمومیت به وسیله استنشاق، بلعیدن یا تماس با پوست اجتناب کنید. بخارهای موثر محفظه را دور از شعله‌ها و غیره نگه‌داری کنید. از استنشاق بخارها و تماس با پوست، چشم و لباس اجتناب کنید.

اجازه دهید بشر خنک شده و سپس ۵۰ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۶) را اضافه کنید. تکان دهید و به آرامی تا انحلال نمک‌های قابل حل، حرارت دهید. در حدود ۵۰ ml آب داغ را افزوده و هم بزنید. رسوب بر روی کاغذ صافی بافت متراکم حاوی مقدار کمی خمیر کاغذ بدون خاکستر را جمع‌آوری کنید. بشر را با هیدروکلریک اسید داغ (بند ۴-۲-۸) و با استفاده از میله شیشه‌ای نوک پلاستیکی برای حذف همه ذرات چسبیده سیلیسیک اسید، آبکشی کنید. باقی‌مانده را با هیدروکلریک اسید داغ (بند ۴-۲-۸) تا مادامی که عاری از نمک‌های آهن باشد و در نهایت ۲ مرتبه تا ۳ مرتبه با آب داغ شستشو دهید. مایع زیر صافی و شستشوها را دور بریزید.

باقی‌مانده همراه با کاغذ صافی را در یک بوته پلاتینی (بند ۴-۳-۲) خشک قرار دهید، کاغذ صافی را در دمای 750°C تا 800°C مشتعل و به خاکستر تبدیل کنید. اجازه دهید بوته خنک شود. ۲ g تا ۳ g سدیم کربنات (بند ۴-۲-۲) را اضافه کنید و با یک قاشق مخلوط کنید و در دمای 900°C تا 1000°C تا اثر ذوب کامل، مشتعل کنید.

اجازه دهید بوته خنک شود، سپس آن را در بشر اولیه قرار دهید. بشر را با شیشه ساعت بپوشانید. ۵۰ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۶) را اضافه کنید و به آرامی به منظور انحلال ماده ذوب شده حرارت دهید. بوته را با آب آبکشی کنید و سپس آن را از بشر بردارید.

مقدار ۳۰ ml پرکلریک اسید (بند ۴-۲-۴) را اضافه کنید و به صورت جزئی پوشش را از بشر حذف کنید و تا ظهور بخارهای سفید رنگ چگال پرکلریک اسید حرارت دهید.

بشر را به صورت کامل بپوشانید و حرارت‌دهی را تا مادامی که اتمسفر درون بشر شفاف شود، ادامه دهید. این مرحله را تا مادامی که بیشتر پرکلریک اسیدها تبخیر می‌شوند، حفظ کنید، اما از تبخیر تا خشک شدن اجتناب کنید. اجازه دهید بشر خنک شود و سپس ۵۰ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۶) را اضافه کنید. بشر را تکان داده و به آرامی تا انحلال نمک‌های قابل حل حرارت دهید. سپس دیواره‌های بشر را آبکشی کنید و تا حدود ۱۰۰ ml با آب رقیق کنید.

محلول را از طریق کاغذ صافی بافت متراکم حاوی مقدار کمی خمیر کاغذ بدون خاکستر، صاف کنید. بشر را با هیدروکلریک اسید داغ (بند ۴-۲-۸) و با استفاده از یک میله شیشه‌ای نوک پلاستیکی برای حذف همه ذرات چسبیده سیلیسیک اسید آبکشی کنید. باقی‌مانده را ۱۰ مرتبه تا ۱۲ مرتبه با هیدروکلریک اسید داغ

(بند ۴-۲-۸) و سپس ۲ مرتبه تا ۳ مرتبه با آب داغ شستشو دهید. کاغذ صافی همراه با باقی مانده را نگه-داری کنید و مطابق با بند ۴-۴-۴ ادامه دهید.

۴-۴-۴ عمل آوری باقی مانده

باقی مانده (بند ۴-۴-۳) همراه با کاغذ صافی را در یک بوته پلاتینی خشک قرار دهید. کاغذ صافی را در یک کوره مافلی (بند ۴-۳-۱) در دمای 1000°C تا 1100°C تا ثابت شدن جرم، مشتعل و به خاکستر تبدیل کنید.

اجازه دهید تا در یک خشکانه خنک شود و سپس وزن کنید. باقی مانده را با چند قطره سولفوریک اسید (بند ۴-۲-۳) مرطوب کنید و ۳ ml تا ۵ ml محلول هیدروفلوریک اسید (بند ۴-۲-۹) را اضافه کنید. به آرامی تا حذف سیلیسیک اسید و سولفوریک اسید حرارت دهید. در نهایت بوته را به مدت ۱۵ دقیقه در یک کوره مافلی در دمای 1000°C تا 1100°C مشتعل کنید. اجازه دهید تا در یک خشکانه خنک شود و سپس وزن کنید. عمل آوری را با سولفوریک اسید و هیدروفلوریک اسید تا مادامی که جرم ثابت به دست آید، تکرار کنید.

۵-۴ بیان نتایج

۱-۵-۴ محاسبات

مقدار سیلیسیم (Si)، بیان شده بر حسب درصد جرمی را با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$\frac{[(m_1 - m_2) - (m'_1 - m'_2)]}{m_0} \times 0.4674 \times 100 \times K$$

$$\frac{[(m_1 - m_2) - (m'_1 - m'_2)]}{m_0} \times 46.74 \times K$$

که در آن:

m_0 جرم نمونه، بر حسب گرم؛

m_1 جرم بوته پلاتینی حاوی سیلیس خام، بر حسب گرم؛

m_2 جرم بوته پلاتینی حاوی ناخالصی‌ها، بر حسب گرم؛

$m \square_1$ جرم بوته پلاتینی حاوی سیلیس خام در آزمون شاهد، بر حسب گرم؛

$m \square_2$ جرم بوته پلاتینی حاوی ناخالصی‌ها در آزمون شاهد، بر حسب گرم؛

K ضریب تبدیل برای بیان مقدار سیلیسیم براساس خشک.

۲-۵-۴ رواداری مجاز برای نتایج تعیین‌های تکراری

جدول ۴- رواداری مجاز

رواداری مجاز ٪ (جرمی / جرمی)	مقدار سیلیسیم ٪ (جرمی / جرمی)
۰٫۰۸	۱٫۰ تا ۰٫۵
۰٫۱۰	۱٫۰ تا ۲٫۰
۰٫۱۵	۲٫۰ تا ۴٫۰
۰٫۲۰	۴٫۰ تا ۸٫۰
۰٫۲۵	۸٫۰ تا ۱۵٫۰