



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۲۴۵۵

چاپ اول

**ISIRI**

12455

1st. Edition

کریولیت طبیعی و مصنوعی - اندازه گیری  
مقدار سیلیس - روش اسپکتروفتومتری  
مولیبدوسیلیکات احیا شده

**Cryolite, natural and artificial –  
Determination of silica content- Reduced  
molybdosilicate spectrophotometric method**

ICS: 71.060.50

## به نام خدا

### آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

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

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه\* صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و 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 ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

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

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

\* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

- 1- International organization for Standardization
- 2 - International Electro technical Commission
- 3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)
- 4 - Contact point
- 5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد  
« کریولیت طبیعی و مصنوعی – اندازه‌گیری مقدار سیلیس – روش اسپکتروفتومتری  
مولیبدوسیلیکات احیا شده »

**رئیس:**

مشرقی مقدم ، علی  
(فوق لیسانس شیمی فیزیک)

**سمت و / یا نمایندگی**

عضو هیئت علمی دانشگاه شهید باهنر  
کرمان

**دبیران:**

حافظی اردکانی ، پرتو  
(لیسانس شیمی)

کارشناس امور استاندارد اداره کل  
استاندارد و تحقیقات صنعتی استان  
کرمان

علائی ، آناهیتا  
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

کارشناس مسئول صنایع غیر فلزی  
اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی  
استان کرمان

**اعضا:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بنی‌اسدزاده، محمد حسین  
(فوق لیسانس معدن)

عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی  
واحد کرمان

بهاالدینی بیگی ، فائزه  
(لیسانس شیمی)

کارشناس صنایع سازمان صنایع و  
معادن استان کرمان

دهقانی ، فاطمه  
(لیسانس شیمی)

رئیس امور آزمایشگاه‌ها اداره کل  
استاندارد و تحقیقات صنعتی استان  
کرمان

سالاروند ، زهره  
(فوق لیسانس شیمی معدنی)

عضو هیئت علمی موسسه استاندارد و  
تحقیقات صنعتی ایران

کیانفر ، مریم  
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

معاون اداره کل استاندارد و تحقیقات  
صنعتی استان کرمان

مقیمي نژاد، فرشته  
(فوق لیسانس مهندسی مواد)

مسئول فنی شرکت آلومینیم هزار

## پیش گفتار

استاندارد " کریولیت طبیعی و مصنوعی - اندازه گیری مقدار سیلیس - روش اسپکتروفتومتری مولیبدوسیلیکات احیا شده " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در ششصد و چهلمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۸/۱۱/۱۳ 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 می شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های 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.

منابع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 1620:1976, Cryolite, natural and artificial – Determination of silica content- Reduced molybdosilicate spectrophotometric method.

## مقدمه

کریولیت<sup>۱</sup> یا سدیم آلومینیم فلوراید،  $Na_3AlF_6$ ، کانی کمیابی است که یا به صورت طبیعی وجود دارد و یا به صورت مصنوعی از سدیم آلومینات، سدیم فلوراید و بیکربنات سدیم ساخته می‌شود. مهمترین کاربرد کریولیت استفاده از آن در فرایند تولید آلومینیم است. آلومینیم از سنگ معدنی نظیر بوکسیت استخراج می‌گردد. بوکسیت حاوی فرم‌های گوناگونی از هیدروکسید آلومینیم نظیر بوهمیت، دیاسپور و گیبسیت است. عاری نمودن اتم‌های آلومینیم از اکسیژن برای تولید فلز آلومینیم فرایندی بسیار مشکل و هزینه‌بر است. استفاده از کریولیت به عنوان الکترولیت این فرایند را آسان و ارزان‌تر می‌کند. کریولیت مصارف دیگری هم دارد. به عنوان مثال از کریولیت می‌توان برای تهیه شیشه سفید، لعاب و مینا استفاده کرد.

# کریولیت طبیعی و مصنوعی - اندازه‌گیری مقدار سیلیس - روش اسپکتروفتومتری مولیبدوسیلیکات احیا شده

## ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد اندازه‌گیری مقدار سیلیس به روش اسپکتروفتومتری مولیبدوسیلیکات احیا شده در کریولیت طبیعی و مصنوعی و نیز مواد طبیعی و ساختگی<sup>۱</sup> که نسبت مولی ( $NaF/AlF_3$ ) آن تقریباً در گستره ۱/۷ تا ۳ است، می‌باشد. این استاندارد برای محصولاتی که کسر جرمی پنتا اکسید فسفر ( $P_2O_5$ ) در آنها کمتر از ۰/۰۲ باشد، کاربرد دارد.

## ۲ مراجع الزامی

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

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۰۷۹، کریولیت طبیعی و مصنوعی - آماده‌سازی و نگه‌داری آزمایش‌ها

## ۳ اصول آزمون

ابتدا آزمون با مخلوط سدیم کربنات و بوریک اسید ذوب قلیایی شده و سپس در نیتریک اسید اضافی حل می‌شود، به طوری که pH نهایی محلول رقیق شده تا حجم ۵۰۰ ml در گستره ۰/۷ تا ۰/۹ و/یا اگر محلول تا ۲۵۰ ml رقیق شده باشد pH آن در گستره ۰/۳ تا ۰/۵ باشد. مولیبدوسیلیکات اکسید شده (زرد رنگ) در حجم مناسب محلول نمونه و در شرایط مشخص (اسیدیته، غلظت واکنشگرها، دما و زمان) تشکیل می‌شود. احیا انتخابی کمپلکس در محیط سولفوریک شدید اسیدی در حضور تارتاریک اسید انجام می‌شود. غلظت کمپلکس رنگی احیا شده در طول موج ۸۱۵ نانومتر با اسپکتروفتومتر اندازه‌گیری می‌شود.

## ۴ واکنشگرها

در این آزمون باید از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه‌ای و همچنین آب دو بار تقطیر استفاده کنید.

۱-۴ سدیم کربنات، بدون آب

۲-۴ بوریک اسید ( $H_3BO_3$ )

۳-۴ نیتریک اسید، محلول تقریباً ۸ مولار

۵۴۰ ml نیتریک اسید با چگالی تقریبی ۱/۴۰ g/ml و کسر جرمی ۶۸ را با احتیاط به یک بالون حجمی یک لیتری که حاوی ۴۰۰ ml آب است اضافه کنید و به حجم برسانید.

۴-۴ سدیم مولیبدات، محلول ۱۹۵ g/l، تقریباً ۰/۸ مولار

۱۹/۵ g سدیم مولیبدات دو آبه ( $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ ) را در یک بشر پلی تترافلورواتیلن (PTFE) در آب داغ حل کنید. پس از خنک شدن در یک بالون حجمی ۱۰۰ ml با آب به حجم برسانید. محلول را در یک بطری که جنس آن عاری از سیلیس است نگهدارید و در صورت نیاز قبل از استفاده آن را صاف کنید.

۵-۴ تارتاریک اسید، محلول ۱۰۰ g/l

۶-۴ سولفوریک اسید، محلول تقریباً ۸ مولار

۴۵۰ ml سولفوریک اسید با چگالی تقریبی ۱/۸۴ g/ml و کسر جرمی ۹۶ را با احتیاط به ۵۰۰ ml آب اضافه کنید. محلول را خنک کنید و در یک بالون حجمی یک لیتری با آب به حجم رسانده و مخلوط کنید.

۷-۴ محلول احیا کننده

از دو محلول زیر یکی را انتخاب کنید:

۱-۷-۴ ۴-آمینو-۳-هیدروکسی-۱-نفتالن سولفونیک اسید، محلول ۱/۵ g/l

محلول الف: ۷ g سدیم سولفیت بدون آب ( $Na_2SO_3$ ) را در ۵۰ ml آب حل کنید. ۱/۵ گرم ۴-آمینو-۳-هیدروکسی-۱-نفتالن سولفونیک اسید ( $C_{10}H_9NO_4S$ ) به آن اضافه کنید. محلول ب: ۹۰ g سدیم متا بی سولفیت بدون آب ( $Na_2S_2O_5$ ) را در ۹۰۰ ml آب حل کنید. محلول الف و ب را مخلوط کنید و با آب به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید و مخلوط کنید. در صورت نیاز محلول را صاف کنید. این محلول را در یک بطری کهربایی رنگ از جنس عاری از سیلیس و در محل خنک نگهداری کنید.

۲-۷-۴ آسکوربیک اسید، محلول ۲۰ g/l

این محلول را بلافاصله قبل از مصرف تهیه کنید.

۸-۴ محلول استاندارد سیلیس، (۰/۵۰۰ g/l) سیلیسیم دی اکسید

یکی از مواد زیر را با تقریب ۰/۰۰۱ g در یک بوته پلاتینی وزن کنید:

- ۰/۵۰۰ g سیلیسیم دی اکسید ( $SiO_2$ ) که از سیلیسیک اسید خالص ( $H_2SiO_3$ ) تهیه شده است و در دمای  $1000^\circ C$  تا جرم ثابت سوزانده شده باشد (تا زمانی که حاصل دو توزین متوالی پس از خنک کردن در دسیکاتور بیش از ۰/۰۰۱ g تفاوت نداشته باشد).

- ۰/۵۰۰ g پودر کوارتز که بخوبی آسیاب شده و قبلا به مدت یک ساعت در دمای C ۱۰۰۰° سوزانده و در دسیکاتور خنک شده باشد.

به بوته ۵ g سدیم کربنات (بند ۴-۱) اضافه کنید. خوب مخلوط کنید، بهتر است این کار را با یک اسپاتول پلاتینی انجام دهید. سپس با دقت مواد را در دمای C ۱۰۰۰° به مدت یک ساعت ذوب کنید. به بوته آب داغ اضافه کرده و به آرامی حرارت دهید تا مواد کاملا حل شوند. محلول را با دقت به یک بشر از جنس مواد عاری از سیلیس منتقل کنید. محلول را خنک کرده و تا حدود ۵۰۰ ml رقیق کنید و با دقت به یک بالون حجمی یک لیتری منتقل کنید. با آب به حجم برسانید و مخلوط کنید و فوراً به یک بطری از جنس مواد عاری از سیلیس منتقل کنید.

یک میلی‌لیتر از این محلول استاندارد شامل ۰/۵۰۰ mg سیلیسیم دی‌اکسید است.

#### ۹-۴ محلول استاندارد سیلیس، (۰/۰۲۰ g/l) سیلیسیم دی‌اکسید

۴۰/۰ ml از محلول استاندارد سیلیس (بند ۴-۸) به یک بالون حجمی یک لیتری منتقل کنید. آن را به حجم برسانید و خوب مخلوط کنید.

یک میلی‌لیتر از این محلول استاندارد شامل ۰/۰۲۰ mg سیلیسیم دی‌اکسید است.

#### ۱۰-۴ محلول استاندارد سیلیس، (۰/۰۰۵ g/l) سیلیسیم دی‌اکسید

۵۰/۰ ml از محلول استاندارد سیلیس (بند ۴-۹) به یک بالون حجمی ۲۰۰ ml منتقل کنید. آن را به حجم برسانید و خوب مخلوط کنید.

یک میلی‌لیتر از این محلول استاندارد شامل ۰/۰۰۵ mg سیلیسیم دی‌اکسید است.

این محلول را بلافاصله قبل از مصرف تهیه کنید.

### ۵ وسایل لازم

وسایل معمول آزمایشگاه و :

۱-۵ بوته پلاتینی، ته صاف با ابعادی در حدود، قطر ۷۰ mm و عمق ۳۵ mm، دارای درپوشی از جنس پلاتین

۲-۵ کوره الکتریکی، قابل تنظیم در دمای C (۵۵۰±۲۵)

۳-۵ کوره الکتریکی، قابل تنظیم در دمای C (۷۵۰±۲۵)

۴-۵ pH متر

۵-۵ اسپکتروفتومتر

یادآوری - تمامی ظروف شیشه‌ای را با دقت و احتیاط با محلول کرومیک-سولفوریک اسید داغ بشوید. سپس ابتدا با آب و بعد با آب دوبار تقطیر کاملاً آب‌کشی کنید. ظروف را خشک نکنید.

از ظروف شیشه‌ای برای محلول‌های قلیایی استفاده نکنید.



## ۶ روش انجام آزمون

### ۱-۶ آزمون

دقیقا یک گرم آزمايه را با تقريب  $0.1001$  g وزن كنيد و در دماي  $110^{\circ}\text{C}$  خشك كنيد ( مطابق بند ۳-۳ استاندارد ملي ايران شماره ۱۲۰۷۹ ).

### ۲-۶ تهیه منحنی کالیبراسیون

#### ۱-۲-۶ تهیه محلول پایه

$12$  g سدیم کربنات (بند ۴-۱) و  $4$  g بوريك اسيد (بند ۴-۲) را درون بوته پلاتینی (بند ۵-۱) وزن كنيد و با احتیاط مخلوط كنيد. بهتر است این كار را با يك اسپاتول پلاتینی انجام دهید. درپوش بوته را روی آن قرار دهید و آنها را در کوره (بند ۵-۲) در دماي  $(55.0 \pm 2.5)^{\circ}\text{C}$  بگذاريد. دقت كنيد بوته با كف کوره تماس نداشته باشد. دما را  $(55.0 \pm 2.5)^{\circ}\text{C}$  نگهداريد تا واكنش فروکش كند.

یادآوری- از تماس ظروف پلاتینی با مواد نسوز جلوگیری کنید. برای این کار از پایه‌های پلاتینی استفاده کنید.

بوته را به کوره (بند ۵-۳) که دماي آن  $(75.0 \pm 2.5)^{\circ}\text{C}$  است منتقل كنيد. و مانند قبل از تماس آن با كف کوره جلوگیری کنید. نباید بیش از  $5$  دقیقه در این دما باقی بماند. سپس بوته را خارج کرده و در هوای محیط خنک كنيد.

به بوته آب جوش اضافه كنيد و به آرامی حرارت دهید تا مواد كاملا حل شوند. پس از آن که کمی خنک شد، محتویات بوته را به بشر PTEF که حاوی  $20$  ml محلول نیتريك اسيد (بند ۴-۳) است، اضافه كنيد. با احتیاط بوته و درپوش آن را با  $18$  ml محلول نیتريك اسيد و سپس آب داغ بشوید و حاصل شستشو را به بشر PTEF اضافه كنيد. بشر را به آرامی چند دقیقه در دماي نزدیک جوش حرارت دهید. پس از آن که بشر کمی خنک شد، محلول را با دقت به يك بالون حجمی  $100$  ml منتقل كنيد. و بعد از خنک شدن به حجم برسانيد و به خوبی مخلوط كنيد.

#### ۲-۲-۶ آزمون اولیه برای کنترل و تنظیم pH

$20$  ml از محلول پایه ( بند ۶-۲-۱) را به يك بشر با حجم مناسب منتقل كنيد. به بشر  $15$  ml آب،  $15$  ml محلول استاندارد سيليس (بند ۴-۱۰) و  $5$  ml محلول سدیم موليبدات (بند ۴-۴) اضافه کرده و مخلوط كنيد. توسط دستگاه pH متر (بند ۵-۴) pH محلول را اندازه‌گیری كنيد.

میزان pH باید از  $0.85$  تا  $0.90$  باشد. در غير این صورت با استفاده از يك پيپت یا بورت مدرج به آهستگی قطره قطره محلول نیتريك اسيد (بند ۴-۳) اضافه کرده و پس از افزودن هر قطره محلول را مخلوط كنيد. تا زمانیکه pH در گستره گفته شده قرار گیرد. پس از آن در صورت نیاز محلول را رقیق كنيد تا حجم آن به  $65$  ml برسد. مجدداً pH را کنترل كنيد تا بين  $0.85$  تا  $0.90$  باشد.

حجم نیتريك اسيد اضافه شده جهت تنظیم pH را یادداشت نموده و سپس محلول را دور بریزيد.

### ۳-۲-۶ تهیه محلول‌های استاندارد رنگ‌سنجی

برای اندازه‌گیری‌های اسپکتروفتومتری از سل با مسیر عبور نور برابر با ۱ cm استفاده کنید. ۲۰ ml محلول پایه (طبق بند ۶-۲-۱) به طور جداگانه در ۶ بالون حجمی ۱۰۰ ml بریزید. سپس برابر حجم نیتریک اسیدی که برای تنظیم pH محلول اولیه (طبق بند ۶-۲-۲) استفاده کرده‌اید، به هر کدام از بالون‌ها محلول نیتریک اسید (بند ۴-۳) اضافه کنید. سپس به بالون‌ها مطابق جدول ۱ محلول استاندارد سیلیس (بند ۴-۱۰) اضافه کنید.

جدول ۱- حجم‌های لازم برای تهیه محلول‌های استاندارد رنگ‌سنجی

جرم معادل سیلیسیم دی اکسید mg	محلول استاندارد سیلیس (طبق بند ۴-۱۰) ml
صفر	صفر <sup>a</sup>
۰/۰۲۵	۵/۰
۰/۰۵۰	۱۰/۰
۰/۰۷۵	۱۵/۰
۰/۱۰۰	۲۰/۰
۰/۱۲۵	۲۵/۰

a - محلول شاهد استاندارد (Compensation solution)

محلول‌ها را تا حدود ۶۰ ml رقیق کنید.

### ۴-۲-۶ ظهور رنگ

به هر بالون، ۵ ml محلول سدیم مولیبدات (بند ۴-۴) اضافه کنید و پس از مخلوط کردن اجازه دهید به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در دمای  $20^{\circ}\text{C}$  تا  $25^{\circ}\text{C}$  باقی بمانند. سپس ۵ ml محلول تارتاریک اسید (بند ۴-۵) و ۱۱ ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۶) و در آخر ۲ ml محلول احیا کننده (طبق بند ۴-۷-۱ یا ۴-۷-۲) افزوده و مخلوط کنید. به حجم برسانید و مجدد مخلوط کنید.

### ۵-۲-۶ اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری

مقدار جذب محلول‌ها را پس از مدت ۱۰ دقیقه تا ۴۰ دقیقه بعد از ساخت آن‌ها، با اسپکتروفتومتر (بند ۵-۵) در طول موج ۸۱۵ نانومتر اندازه‌گیری کنید. جذب صفر دستگاه را با محلول شاهد استاندارد تنظیم کنید.

یادآوری - سل‌های مورد استفاده برای اندازه‌گیری را با دقت کالیبره کنید.

### ۶-۲-۶ رسم منحنی کالیبراسیون

منحنی کالیبراسیون را بر اساس میلی گرم سیلیسیوم دی اکسید در ۱۰۰ ml محلول استاندارد رنگ‌سنجی در

محور افقی نسبت به مقدار جذب در محور عمودی، رسم کنید.

### ۳-۶ اندازه‌گیری

#### ۱-۳-۶ تهیه محلول آزمون

##### ۱-۱-۳-۶ ذوب آزمون

۱۲ g سدیم کربنات (بند ۴-۱) و ۴ g بوریک اسید (بند ۴-۲) را درون بوته پلاتینی (بند ۵-۱) وزن کنید. سپس آزمون (بند ۶-۱) را افزوده و با احتیاط مخلوط کنید. بهتر است این کار را با یک اسپاتول پلاتینی انجام دهید.

درپوش بوته را روی آن قرار دهید و آنها را در کوره (بند ۵-۲) در دمای  $550 \pm 25$  °C بگذارید. دقت کنید بوته با کف کوره تماس نداشته باشد، تا ناخالصی ایجاد نشود. آن را حدود ۳۰ دقیقه در دمای  $550 \pm 25$  °C نگهدارید تا واکنش فروکش کند.

بوته را به کوره (بند ۵-۳) که دمای آن  $750 \pm 25$  °C است منتقل کنید. و مانند قبل از تماس آن با کف کوره جلوگیری کنید. حداقل به مدت ۳۰ دقیقه در این دما باقی بماند. آزمایشگر باید مطمئن شود که دمای  $750 \pm 25$  °C حداقل به مدت ۲۰ دقیقه ثابت خواهد ماند.

#### ۲-۱-۳-۶ انحلال توده ذوب شده

بوته را از کوره خارج کنید تا در دمای محیط خنک شود. به بوته آب جوش اضافه کنید و به آرامی حرارت دهید تا مواد کاملاً حل شوند. پس از آن که کمی خنک شد، محتویات بوته را به بشر PTEF که حاوی ۲۰ ml محلول نیتریک اسید (بند ۴-۳) است، اضافه کنید. باقیمانده [که بیشتر آن آهن (III) اکسید است] را که هنوز به دیواره بوته چسبیده است، با ۱۸ ml محلول نیتریک اسید حل کرده و به بشر PTEF اضافه کنید. سپس بوته و درپوش آن را با آب داغ بشویید و حاصل شستشو را به بشر PTEF اضافه کنید. بشر را چند دقیقه در دمای نزدیک جوش حرارت دهید، تا انحلال کامل شود. پس از خنک شدن، محلول را با دقت به یک بالون حجمی ۲۵۰ ml منتقل کنید. به حجم برسانید و به خوبی مخلوط کنید. فوراً محلول را به یک ظرف با جنس عاری از سیلیس منتقل کنید.

#### ۲-۳-۶ واکنش تشکیل رنگ

##### ۱-۲-۳-۶ برداشتن حجم‌های مورد نیاز

دو حجم ۵۰/۱۰ ml از محلول آزمون (طبق بند ۶-۳-۱-۲) را بردارید. یک حجم را در یک بشر و دیگری را در بالون حجمی ۱۰۰ ml بریزید.

##### ۲-۲-۳-۶ آزمون اولیه برای کنترل و تنظیم pH

۵ ml محلول سدیم مولیبدات (بند ۴-۴) را به محلول آزمون که در بشر قرار دارد، اضافه کرده و مخلوط کنید. توسط دستگاه pH متر (بند ۵-۴) pH محلول را اندازه‌گیری کنید. مطابق بند ۶-۲-۲ میزان pH را در گستره ۰/۸۵ تا ۰/۹۰ تنظیم کنید و محلول را دور بریزید.

### ۳-۲-۳-۶ ظهور رنگ

به محلول آزمونی که در بالون ۱۰۰ ml ریخته‌اید، برابر حجم نیتریک اسیدی که برای تنظیم pH محلول اولیه (طبق بند ۲-۲-۳-۶) استفاده کرده‌اید، محلول نیتریک اسید (بند ۳-۴) اضافه کنید. سپس آن را تا ۶۰ ml رقیق و مخلوط کنید. فرایند ظهور رنگ را مطابق بند ۴-۲-۶ انجام دهید.

### ۴-۲-۳-۶ اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری

پس از تنظیم جذب صفر برای آب، مطابق با روش ارایه شده در بند ۵-۲-۶ عمل کنید.

### ۳-۳-۳-۶ آزمون شاهد

### ۱-۳-۳-۶ تهیه محلول

آزمون شاهد را مطابق با بند ۱-۲-۶ انجام دهید، فقط حجم نهایی برابر با ۲۵۰ ml باشد.

### ۲-۳-۳-۶ ظهور رنگ

مطابق با بند ۳-۲-۳-۶ عمل کنید.

### ۳-۳-۳-۶ اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری

مطابق با بند ۴-۲-۳-۶ عمل کنید.

## ۷ بیان نتایج

با توجه به منحنی کالیبراسیون (طبق بند ۶-۲-۶)، مقدار سیلیس معادل با حجم‌های اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری در محلول آزمون و شاهد را تعیین کنید.  
مقدار سیلیس ( $SiO_2$ ) بر حسب کسر جرمی، از معادله زیر به دست می‌آید:

$$(m_0 - m_1) \times \frac{500}{1000} = \frac{m_0 - m_1}{2}$$

که در آن:

$m_0$ : جرم سیلیس ( $SiO_2$ ) موجود در حجمی از محلول آزمون (شامل ۰/۲۰۰ g آزمایش خشک شده) که مورد اندازه‌گیری قرار گرفته است، بر حسب میلی‌گرم.  
 $m_1$ : جرم سیلیس ( $SiO_2$ ) موجود در حجم استفاده شده در محلول شاهد.

## ۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد:

- شماره این استاندارد ملی.
- نتایج و شکل بیان آن‌ها.
- هر پدیده غیر عادی مشاهده شده در حین آزمون.
- هر گونه عملیاتی که در این استاندارد و استانداردهایی که به آنها ارجاع داده شده است بیان نشده، یا اختیاری تلقی شده باشد.