



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۲۵۷۷-۲۰

چاپ اول

ISIRI

12577-20

1st.edition

رنگدانه‌یارها - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون  
قسمت ۲۰: گرد سیلیس

**Extenders for paints - Specifications and  
methods of test  
Part 20: Fumed silica**

**ICS:87.060.40**

## 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 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 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 پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی 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 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) و 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 آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و 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 Electrotechnical Commission
- 3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legal)
- 4- Contact point
- 5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد  
« رنگدانه‌یارها - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون - قسمت ۲۰: گرد سیلیس »

رئیس:

سمت و / یا نمایندگی

حسینی زری، مریم  
(دکتری مهندسی مواد)

پژوهشگاه علوم و فناوری رنگ

دبیر:

غفارزاده، فاطمه  
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسماعیل پور، سوسن  
(لیسانس شیمی کاربردی)

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

باقری، مهناز  
(فوق لیسانس شیمی آلی)

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

جلالی، محمد حسن  
(لیسانس شیمی)

شرکت سفید برگ

جنگجو، کوروش  
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر- رنگ)

شرکت رنگ شایان

شجاعی، بهروز  
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر- رنگ)

شرکت صنعتی و شیمیایی رنگین

قیطانچی، سمیرا  
(لیسانس شیمی کاربردی)

شرکت تولیدی رنگ و رزین پارس الوان

کرامت خواه، فروغ  
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

شرکت فرآیند پودر الوان

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با موسسه استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ الزامات
۳	۵ نمونه برداری
۳	۶ روش های آزمون
۳	۱-۶ تعیین مقدار سیلیس
۵	۲-۶ تعیین مقادیر اکسید آلومینیوم، اکسید تیتانیم (IV) و اکسید آهن (III) به روش اسپکترومتری
۱۱	۳-۶ تعیین مقدار کربن
۱۴	۴-۶ تعیین مقدار کلرید
۱۶	۷ گزارش آزمون
۱۶	۸ بسته بندی
۱۷	۹ نشانه گذاری

## پیش‌گفتار

استاندارد « رنگدانه‌یارها- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون- قسمت ۲۰: گرد سیلیس » که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در ششصد و هفتاد و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۸/۱۲/۱۰ 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، به‌عنوان 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 هرگونه 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:

ISO 3262-20: 2000(E), Extenders for paints- Specifications and methods of test- Part 20:  
Fumed silica

## رنگدانه‌یارها- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون- قسمت ۲۰: گرد سیلیس<sup>۱</sup>

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین ویژگی‌ها، روش نمونه‌برداری، روش‌های آزمون، بسته‌بندی و نشانه‌گذاری گرد سیلیس مورد مصرف در پوشرنگ است.

### 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 زیر برای این استاندارد ملی الزامی است:

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 ۱۹۵۹: سال ۱۳۸۴، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی- پی‌پت‌های تک نشانه

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۴۰۳: سال ۱۳۸۷، رنگدانه‌یارها- معرفی و روش‌های آزمون عمومی

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۵۰۵: سال ۱۳۸۵، رنگدانه‌ها و رنگدانه‌یارها- روش‌های کلی آزمون- قسمت دوم: تعیین مواد فرار در ۱۰۵ درجه سلسیوس

۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹-۷۵۰۵: سال ۱۳۸۴، رنگدانه‌ها و پرکننده‌ها- تعیین مقدار pH سوسپانسیون آبی- روش آزمون

۶-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸-۷۵۰۵: سال ۱۳۸۶، رنگدانه‌ها و پرکننده‌ها- روش‌های آزمون عمومی- قسمت ۱۸: تعیین باقیمانده روی الک- روش شستشوی مکانیکی

۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۰-۷۵۲۰: سال ۱۳۸۳، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی- بالن‌های حجم سنجی با یک خط نشانه- ویژگی‌ها

۸-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۵-۱۰۰۳۵: سال ۱۳۸۶، رنگ‌ها، جلاها و مواد اولیه آن‌ها- نمونه‌برداری

2-9 ISO 787-11: 1981, General methods of test for pigments and extenders- Part 11: Determination of tamped volume and apparent density after tamping.

2-10 ISO 3819: 1985, Laboratory glassware- Beakers.

---

1- Fumed silica

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

#### ۱-۳ گرد سیلیس

سیلیس بی‌شکل<sup>۱</sup> که از هالیدهای سیلیسیوم به وسیله هیدرولیز شعله‌ای دمای بالا به دست می‌آید.

### ۴ الزامات

الزامات اساسی گرد سیلیس در جدول ۱ و ویژگی‌های توافقی آن در جدول ۲ ذکر شده است.

جدول ۱- الزامات اساسی

روش آزمون	حدود قابل قبول		یکا	ویژگی	ردیف
	نوع B	نوع A			
بند ۱-۶	۹۹/۸		% (m/m)	مقدار سیلیس، کمینه	۱
بند ۲-۶	۰/۰۵			مقدار اکسید:	۲
	۰/۰۳			- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ، بیشینه	
	۰/۰۰۳			- TiO <sub>2</sub> ، بیشینه - Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ، بیشینه	
بند ۳-۶	کمینه ۰/۳	بیشینه ۰/۲		مقدار کربن <sup>a</sup>	۳
بند ۴-۶	۰/۰۲۵		مقدار کلرید، بیشینه	۴	
بند ۳-۶	دارد	ندارد	-	پوشش آلی روی سطح	۵
استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۸۶-۷۵۰۵: سال ۱۳۸۶	کاربرد ندارد	۰/۰۵	% (m/m)	باقیمانده روی الک ۴۵ μm، بیشینه	۶
استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۸۶-۷۵۰۵: سال ۱۳۸۶	۱	۳	% (m/m)	مواد فرار در ۱۰۵ °C، بیشینه	۷
استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۸۷-۳۴۰۳: سال ۱۳۸۷	۱۰	۲/۵	% (m/m)	افت جرمی در اثر سوزاندن، بیشینه	۸
استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۸۴-۷۵۰۵: سال ۱۳۸۴	۳/۴ تا ۸ <sup>b</sup>	۳/۶ تا ۴/۵	-	pH سوسپانسیون آبی	۹

<sup>a</sup> تعیین مقدار کربن همچنین قسمتی از آزمون افت جرمی در اثر سوزاندن است.

<sup>b</sup> از مخلوط (m/m) ۱:۱ آب و متانول استفاده کنید.

جدول ۲- ویژگی‌های توافقی

روش آزمون	حدود قابل قبول		یکا	ویژگی	ردیف
	نوع B	نوع A			
ISO 787-11: 1981	با توافق طرفین ذینفع		g/ml	چگالی ظاهری پس از کوبش	۱
با توافق طرفین ذینفع			m <sup>2</sup> /g	مساحت سطح ویژه <sup>a</sup>	۲
<sup>a</sup> Specific surface area					

## ۵ نمونه برداری

نمونه برداری را طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۰۳۵:۱ سال ۱۳۸۶ انجام دهید، به نحوی که نمونه برداشته شده نماینده کل فرآورده مورد آزمون باشد.

## ۶ روش‌های آزمون

### ۱-۶ تعیین مقدار سیلیس

#### ۱-۱-۶ اصول آزمون

آزمونه سوزانده و وزن شده، به آن اسید سولفوریک و اسید هیدروفلوریک افزوده می‌شود. تترا فلورید سیلیسیوم تشکیل شده، تبخیر و مقدار سیلیس از کاهش جرم، محاسبه می‌شود. با توجه به این که مقدار سیلیس بسیار زیاد است، جداسازی ناخالصی‌ها لازم نیست.

#### ۲-۱-۶ مواد و/یا واکنشگرها

فقط از مواد با خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب حداقل درجه ۳، تعیین شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱ استفاده کنید.

#### ۱-۲-۱-۶ اسید سولفوریک رقیق، (۱+۱)

یک قسمت حجمی از اسید سولفوریک غلیظ [حدود (m/m) ۹۶٪، ρ ≈ ۱/۸۴ g/ml] را به آرامی به یک قسمت حجمی آب اضافه کنید.

#### ۲-۲-۱-۶ اسید هیدروفلوریک غلیظ، حدود (m/m) ۴۰٪، ρ ≈ ۱/۱۳ g/ml



### ۳-۱-۶ وسایل

وسایل و شیشه آلات معمول آزمایشگاهی و

### ۱-۳-۱-۶ بوته پلاتینی

۲-۳-۱-۶ کوره الکتریکی، قابل تنظیم در دمای  $(1000 \pm 20)^\circ\text{C}$

### ۳-۳-۱-۶ تبخیرکننده مادون قرمز

۴-۳-۱-۶ دسیکاتور، حاوی پرکلرات منیزیم به عنوان خشک کننده

### ۴-۱-۶ روش انجام آزمون

#### ۱-۴-۱-۶ تعداد اندازه گیری ها

آزمون را دو بار انجام دهید.

#### ۲-۴-۱-۶ تهیه آزمون

حدود  $1\text{g}$  ( $m_0$ ) از نمونه (بند ۵) را درون بوته پلاتینی (بند ۱-۳-۱-۶) با تقریب  $0.2\text{ mg}$  وزن کنید.

#### ۳-۴-۱-۶ اندازه گیری

آزمون را درون کوره الکتریکی (بند ۲-۳-۱-۶) در دمای  $(1000 \pm 20)^\circ\text{C}$  تا رسیدن به وزن ثابت بسوزانید (سوزاندن درون کوره حدود ۲h به طول می انجامد) و سپس آن را درون دسیکاتور (بند ۴-۳-۱-۶) قرار دهید تا خنک شود. دوباره آزمون را وزن کنید ( $m_1$ ).

آزمون سوزانده شده درون بوته پلاتینی را با ۲ ml تا ۳ ml آب مرطوب کنید، سپس ۱ ml اسید سولفوریک (بند ۱-۲-۱-۶) و ۱۵ ml اسید هیدروفلوریک (بند ۲-۲-۱-۶) اضافه کرده و با استفاده از تبخیرکننده مادون قرمز (بند ۳-۳-۱-۶) تبخیر کنید تا محلول غلیظی به دست آید. مراقب باشید که افت وزنی در اثر پاشیدن نمونه به اطراف ایجاد نشود. اجازه دهید بوته خنک شده و بعد دیواره های داخلی آن را با مقدار کمی آب شستشو دهید. سپس ۱۰ ml دیگر اسید هیدروفلوریک اضافه کرده و تا خشک شدن، تبخیر کنید. اگر تبخیر تترافلورید سیلیسیوم به طور کامل انجام نشد، ۱۰ ml دیگر اسید هیدروفلوریک اضافه کرده و دوباره تبخیر کنید تا خشک شود.

باقیمانده را حرارت دهید تا زمانی که دیگر دود سفید مشاهده نشود، سپس به مدت ۳۰ min در کوره الکتریکی در دمای  $(1000 \pm 20)^\circ\text{C}$  بسوزانید. بوته را از کوره خارج کرده، داخل دسیکاتور قرار دهید تا خنک شود و با تقریب  $0.2\text{ mg}$  وزن کنید ( $m_2$ ).

## ۵-۱-۶ بیان نتایج

مقدار سیلیس را بر حسب درصد جرمی  $w(\text{SiO}_2)$  با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

که در آن:

$m_1$  جرم نمونه بعد از سوزاندن، بر حسب گرم؛

$m_2$  جرم نمونه بعد از واکنش با اسید هیدروفلوریک و سوزاندن، بر حسب گرم.

میانگین مقادیر دو بار اندازه‌گیری را محاسبه و نتیجه را با تقریب ۰/۱٪ گزارش کنید.

## ۶-۱-۶ دقت

در حال حاضر هیچ داده‌ای در مورد دقت در دسترس نیست.

۶-۲ تعیین مقادیر اکسید آلومینیوم، اکسید تیتانیم (IV) و اکسید آهن (III) به روش اسپکترومتری

### ۶-۲-۱ اصول آزمون

آزمونه با اسید سولفوریک و اسید هیدروفلوریک در یک بوته پلاتینی واکنش داده می‌شود. تترا فلورید سیلیسیوم تشکیل شده، تبخیر و باقیمانده در اسید هیدروکلریک حل می‌شود. پس از رقیق شدن با آب و رسیدن به حجم مشخص و ثابت، ناخالصی‌های آلومینیوم، تیتانیم و آهن به روش جذب اتمی شعله‌ای (FAAS) یا نشر اتمی پلاسما‌ی زوج القایی (ICP-AES)، بر اساس این که کدام دستگاه در آزمایشگاه قابل دسترس باشد، اندازه‌گیری می‌شوند.

یادآوری - مزایای روش ICP-AES شامل قابلیت اندازه‌گیری هم زمان چند عنصر و گستره وسیع‌تر اندازه‌گیری است. هر دو روش (ICP-AES و FAAS) روش‌های تجزیه‌ای نسبی هستند. برای کسب نتایج تجزیه‌ای کمی، باید هر دو روش با استفاده از محلول‌های استاندارد مناسب کالیبره شوند.

### ۶-۲-۲ مواد و/یا واکنشگرها

فقط از مواد با خلوص تجزیه‌ای مشخص (اسیدها باید دارای خلوص بسیار بالا<sup>۱</sup> باشند) و آب حداقل درجه ۳، ذکر شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱ استفاده کنید.

### ۶-۲-۲-۱ اسید سولفوریک رقیق، (۱+۱)

یک قسمت حجمی از اسید سولفوریک غلیظ [حدود  $(m/m)$  ۹۶٪،  $\rho \approx 1.84 \text{ g/ml}$ ] را به آرامی به یک قسمت حجمی آب اضافه کنید.

۲-۲-۲-۶ اسید هیدروفلوریک غلیظ، حدود (m/m) ۴۰٪،  $\rho \approx 1/13 \text{ g/ml}$

۳-۲-۲-۶ اسید هیدروکلریک غلیظ، حدود (m/m) ۳۰٪،  $\rho \approx 1/15 \text{ g/ml}$

۴-۲-۲-۶ اسید هیدروکلریک رقیق، حدود (m/m) ۳٪،  $\rho \approx 1/01 \text{ g/ml}$   
۱۰ ml از اسید هیدروکلریک غلیظ (بند ۳-۲-۲-۶) را با آب تا ۱۰۰ ml رقیق کنید.

۵-۲-۲-۶ محلول بافر کلرید سزیم

۵۰ g کلرید سزیم (CsCl) را در حدود ۵۰۰ ml آب حل کرده و ۵۰ ml اسید هیدروکلریک (بند ۳-۲-۲-۶) به آن اضافه کنید. با آب به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید و خوب به هم بزنید.

۶-۲-۲-۶ محلول‌های استاندارد ذخیره، با غلظت ۱/۰۰۰ g/l از آلومینیوم، تیتانیوم و آهن.  
هر محلول را در بطری از جنس پلی اتیلن / پلی پروپیلن فلئوردار شده (FEP) نگهداری کنید.

۷-۲-۲-۶ محلول‌های استاندارد، حاوی ۱۰ mg/l عنصر

محلول‌ها را در روز تهیه استفاده کنید.

با استفاده از پی‌پت، ۱ ml از محلول استاندارد ذخیره مناسب را (بند ۶-۲-۲-۶) درون یک بالن حجمی ۱۰۰ ml بریزید، ۱۰ ml اسید هیدروکلریک غلیظ (بند ۳-۲-۲-۶) اضافه کنید، سپس با آب به حجم برسانید و خوب به هم بزنید.

۱ ml از محلول استاندارد حاوی ۱۰  $\mu\text{g}$  از عنصر مربوط است.

در صورت نیاز، بر اساس غلظت Al، Ti و Fe در فرآورده مورد آزمون، محلول استاندارد را رقیق‌تر یا غلیظ‌تر تهیه کنید.

۸-۲-۲-۶ اتانول، (V/V) ۹۶٪

۹-۲-۲-۶ استیلن ( $\text{C}_2\text{H}_2$ ) نوع صنعتی، درون یک سیلندر از جنس فولاد

۱۰-۲-۲-۶ هوای فشرده

۱۱-۲-۲-۶ اکسید دی نیتروژن ( $\text{N}_2\text{O}$ ) نوع صنعتی، درون یک سیلندر از جنس فولاد

۳-۲-۶ وسایل

وسایل و شیشه آلات معمول آزمایشگاهی و

۱-۳-۲-۶ اسپکترومتر جذب اتمی شعله‌ای (FAAS)، مناسب برای اندازه‌گیری در طول موج‌های زیر:

- ۳۰۹/۳ nm برای آلومینیوم (Al) ؛

- ۳۶۴/۳ nm برای تیتانیوم (Ti) ؛

- ۲۴۸/۳ nm برای آهن (Fe) ؛

مجهاز به یک مشعل مناسب برای تغذیه با

- مخلوطی از  $N_2O/C_2H_2$  برای اندازه‌گیری Al و Ti ؛

- مخلوطی از هوا/ $C_2H_2$  برای اندازه‌گیری Fe ؛

و همچنین مجهاز به لامپ‌های کاتد توخالی عناصر Al، Ti و Fe و یک تصحیح‌کننده زمینه دوتریومی.

۲-۳-۲-۶ اسپکترومتر نشر اتمی پلاسماي زوج القايي (ICP-AES)، ترجیحاً با تفکیک پذیری بالا ( $\leq 0.1$  nm)، کنترل خودکار کلیه عملیات اجرائی پلاسما و یک سیستم اصلاح سیگنال کنترل شونده به وسیله کامپیوتر.

۳-۳-۲-۶ بوته پلاتینی

۴-۳-۲-۶ بالن‌های حجمی تک نشانه ۱۰۰ ml، مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰: سال ۱۳۸۳.

۵-۳-۲-۶ پی‌پت، کالیبره شده، با حجم‌های مناسب (بند ۴-۲-۶)، مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹: سال ۱۳۸۴.

۴-۲-۶ روش انجام آزمون

۱-۴-۲-۶ تهیه محلول‌های استاندارد

با استفاده از پی‌پت (بند ۵-۳-۲-۶)، حجم‌های مناسب از محلول‌های استاندارد (بند ۷-۲-۲-۶) را درون یک سری از بالن‌های حجمی ۱۰۰ ml (بند ۴-۳-۲-۶) بریزید، سپس ۱۰ ml اسید هیدروکلریک غلیظ به هر یک از بالن‌ها اضافه کرده با آب به حجم رسانده و خوب به هم بزنید. برای اندازه‌گیری آلومینیوم و تیتانیم به روش FAAS، قبل از به حجم رساندن با آب، ۵ ml محلول کلرید سزیم (بند ۵-۲-۲-۶) اضافه کنید. برای تهیه محلول شاهد استاندارد ۱۰ ml اسید هیدروکلریک غلیظ را در بالن حجمی ۱۰۰ ml با آب به حجم برسانید.

۲-۴-۲-۶ اندازه‌گیری اسپکترومتری محلول‌های استاندارد

۱-۲-۴-۲-۶ اندازه‌گیری اسپکترومتری با استفاده از FAAS

مشعل مورد نیاز را نصب کنید. جریان  $C_2H_2$  (بند ۹-۲-۲-۶) و  $N_2O$  (بند ۱۱-۲-۲-۶) یا هوای فشرده (بند ۱۰-۲-۲-۶) را متناسب با خصوصیات مشعل تنظیم کرده (جدول ۳ را ببینید) و مشعل را روشن کنید. لامپ کاتد توخالی را در اسپکترومتر قرار دهید (بند ۱-۳-۲-۶) و شرایط را برای اندازه‌گیری عنصر مورد نظر (Al، Ti یا Fe) بهینه کنید. دستگاه را بر اساس دستور کار سازنده طوری تنظیم کنید تا بیشترین جذب حاصل شود. پارامترهای آزمون در جدول ۳ آورده شده است.

جدول ۳- پارامترهای آزمون با استفاده از FAAS

گستره اندازه‌گیری اکسید $\mu\text{g/ml}$	شعله	خط رزونانس طیفی Nm	عنصر
۲ تا ۸۰	$\text{C}_2\text{H}_2/\text{N}_2\text{O}$	۳۰۹/۳	Al
۳ تا ۶۰	$\text{C}_2\text{H}_2/\text{N}_2\text{O}$	۳۶۴/۳	Ti
۰/۲ تا ۶	$\text{C}_2\text{H}_2/\text{هوا}$	۲۴۸/۳	Fe

گستره اندازه‌گیری را طوری تنظیم کنید که محلول استاندارد با بیشترین غلظت، جذبی حدود ۰/۵۵ داشته باشد.

محلول‌های استاندارد را به ترتیب افزایش غلظت وارد شعله کنید و برای اطمینان از پایداری دستگاه، محلول با کمترین غلظت را دوباره وارد شعله کنید. بعد از هر اندازه‌گیری، آب را وارد شعله کنید.

#### ۲-۲-۴-۲-۶ اندازه‌گیری اسپکترومتری با استفاده از ICP-AES

پس از تنظیم دستگاه بر اساس شرایط کاری پیشنهاد شده توسط سازنده و خطوط رزونانس طیفی ارائه شده در جدول ۴، محلول‌های استاندارد را با استفاده از اتمی‌کننده هوا وارد پلاسما کنید.

جدول ۴- پارامترهای آزمون با استفاده از ICP-AES

گستره اندازه‌گیری اکسید $\mu\text{g/ml}$	خط رزونانس طیفی Nm	عنصر
۰/۲ تا ۲۰	۳۰۹/۲۷	Al
	۳۳۴/۹۴	Ti
۰/۱ تا ۱۰	۲۳۸/۲۰	Fe

#### ۳-۴-۲-۶ منحنی کالیبراسیون

مقادیر جذب تصحیح شده را با کم کردن جذب محلول شاهد استاندارد (محلول صفر) از جذب هر یک از محلول‌های استاندارد به دست آورید و برای هر عنصر با استفاده از مقادیر جرم (بر حسب میکروگرم) عنصر مورد نظر در ۱ ml محلول استاندارد بر روی محور افقی و مقدار جذب تصحیح شده متناظر هر یک بر روی محور عمودی، منحنی کالیبراسیون را رسم کنید.

#### ۴-۴-۲-۶ تهیه محلول مورد آزمون

اندازه‌گیری را دو بار انجام دهید.

حدود ۵g ( $m_0$ ) از نمونه (بند ۵) را با تقریب ۱mg درون بوته پلاتینی (بند ۶-۲-۳-۳) وزن کنید. برای گرد سیلیس نوع A، با ۵ml آب و برای نوع B با ۳ml تا ۴ml اتانول (بند ۶-۲-۲-۸) و ۲ml تا ۳ml آب، آزمون را مرطوب کنید.

۲ml اسید سولفوریک (بند ۶-۲-۲-۱) و ۳۰ml اسید هیدروفلوریک (بند ۶-۲-۲-۲) اضافه کرده و با دقت تبخیر کنید تا محلول غلیظی به دست آید. سپس ۱۰ml دیگر اسید هیدروفلوریک اضافه کرده و تا خشک شدن تبخیر کنید. اگر تبخیر ترا فلورید سیلیسیوم به طور کامل انجام نشد، ۱۰ml دیگر اسید هیدروفلوریک اضافه کرده و دوباره تبخیر کنید.

باقیمانده را حرارت دهید تا زمانی که دیگر دود سفید مشاهده نشود، سپس ۵ml اسید هیدروکلریک (بند ۶-۲-۲-۳) و ۲ml تا ۳ml آب اضافه کنید و باقیمانده را حل کنید.

محلول به دست آمده را به یک بالن حجمی ۵۰ml منتقل کنید. برای اندازه‌گیری آلومینیوم و تیتانیم به روش FAAS، ۲/۵ ml محلول بافر کلرید سزیم (بند ۶-۲-۲-۵) اضافه کنید. سپس با آب به حجم برسانید.

#### ۶-۴-۲-۵ اندازه‌گیری آلومینیوم، تیتانیم و آهن

ابتدا دستگاه اسپکترومتر را مطابق آنچه در بندهای ۶-۲-۴-۱ یا ۶-۲-۴-۲ ذکر شد تنظیم کنید و جذب محلول شاهد استاندارد (بند ۶-۴-۲-۱) را به وسیله اسپکترومتر (بند ۶-۳-۲-۱ یا ۶-۳-۲-۲) اندازه‌گیری کنید. سپس جذب محلول مورد آزمون (بند ۶-۴-۲-۴) را سه بار اندازه‌گیری کنید و بعد مجدداً جذب محلول شاهد را اندازه‌گیری کنید. در پایان برای ارزیابی عدم تغییر پاسخ دستگاه، جذب محلول استاندارد با بالاترین غلظت را اندازه بگیرید.

چنانچه جذب محلول مورد آزمون بیشتر از جذب محلول استاندارد با بیشترین غلظت بود، آن را با حجم معینی از اسید هیدروکلریک (بند ۶-۲-۲-۴) رقیق کنید. فاکتور رقیق‌سازی  $D$  را یادداشت کنید.

#### ۶-۴-۲-۶ تعیین مقدار افت جرمی کل در اثر سوزاندن

اندازه‌گیری را دو بار انجام دهید.

حدود ۱g ( $m_3$ ) از نمونه (بند ۵) را درون بوته پلاتینی (بند ۶-۳-۱-۱) با تقریب ۰/۲mg وزن کنید.

**یادآوری-** توزین آزمون برای تعیین مقدار سیلیس (بند ۶-۴-۱-۲) و مقدار افت جرمی کل در اثر سوزاندن می‌تواند به طور هم‌زمان انجام شود.

آزمون را تا رسیدن به وزن ثابت درون کوره الکتریکی (بند ۶-۳-۱-۲) در دمای  $(20 \pm 1000)^\circ\text{C}$  بسوزانید (سوزاندن درون کوره حدود ۲h به طول می‌انجامد) و سپس آن را درون دسیکاتور (بند ۶-۳-۱-۴) قرار دهید تا خنک شود. آزمون سوزانده شده را با تقریب ۰/۲mg وزن کنید ( $m_4$ ).

مقدار افت جرمی بر اثر سوزاندن  $w(TLI)$  را بر حسب درصد جرمی با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید:

$$w(TLI) = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \quad (2)$$

که در آن:

$m_3$  جرم آزمون قبل از سوزاندن، بر حسب گرم؛

$m_4$  جرم آزمون پس از سوزاندن، بر حسب گرم.

میانگین مقادیر دو بار اندازه‌گیری را محاسبه و نتیجه را با تقریب ۰.۰۱٪ گزارش کنید.

### ۵-۲-۶ بیان نتایج

#### ۱-۵-۲-۶ محاسبه غلظت هر عنصر

غلظت ( $c_i$ ) هر عنصر (Fe, Ti, Al) در محلول مورد آزمون (بند ۶-۲-۴-۴) را بر حسب میکروگرم در میلی‌لیتر با استفاده از معادله ۳ محاسبه کنید:

$$c_t = \frac{c_c \times A_t}{A_c} \quad (3)$$

که در آن:

$c_c$  غلظت عنصر در محلول شاهد استاندارد، بر حسب میکروگرم در میلی‌لیتر؛

$A_t$  مقدار جذب برای محلول مورد آزمون؛

$A_c$  مقدار جذب برای محلول شاهد استاندارد.

#### ۲-۵-۲-۶ محاسبه مقدار اکسید هر عنصر

مقدار هر اکسید ( $Fe_2O_3$ ،  $TiO_2$ ،  $Al_2O_3$ ) را بر حسب درصد جرمی، (اکسید)  $w$ ، با استفاده از معادله ۴ محاسبه کنید:

$$w(\text{اکسید}) = \frac{c_i \times V_0 \times D \times f}{m_0 \left[ 1 - \frac{w(TLI)}{100} \right]} \times 100 \quad (4)$$

که در آن:

$c_i$  غلظت عنصر در محلول مورد آزمون، بر حسب میکروگرم در میلی‌لیتر؛

$V_0$  حجم محلول مورد آزمون (۵۰ ml)، بر حسب میلی‌لیتر؛

$D$  فاکتور رقیق‌سازی (در صورت نیاز، طبق بند ۶-۲-۴-۵)؛

$f$  فاکتور تبدیل برای محاسبه مقدار اکسید از مقدار عنصر اندازه‌گیری شده، طبق جدول ۵؛

$m_0$  جرم آزمون، بر حسب گرم؛

$w(TLI)$  افت جرمی کل در اثر سوزاندن که طبق بند ۶-۲-۴-۶ تعیین شده.

میانگین دو اندازه‌گیری را محاسبه کرده و نتیجه را با تقریب ۰.۰۰۱٪ (برای  $Al_2O_3$  و  $TiO_2$ ) و ۰.۰۰۱٪ (برای  $Fe_2O_3$ ) گزارش کنید.

جدول ۵- مقادیر فاکتور تبدیل  $f$

فاکتور تبدیل	اکسید	عنصر
۱/۸۸۹۵	$Al_2O_3$	Al
۱/۶۶۸۱	$TiO_2$	Ti
۱/۴۲۹۸	$Fe_2O_3$	Fe

۶-۲-۶ دقت

در حال حاضر هیچ داده‌ای در مورد دقت در دسترس نیست.

۳-۶ تعیین مقدار کربن

۱-۳-۶ اصول آزمون

آزمون، درون بوته در صورت نیاز با کاتالیزور مناسب پوشانده شده و در جریانی از اکسیژن در کوره القایی سوزانده می‌شود.

ترکیبات گوگرد، هالوژن‌ها و بخار آب از فرآورده حاصل از سوزاندن جدا شده و سپس فرآورده از روی کاتالیزور پلاتین عبور داده می‌شود (برای تبدیل مونوکسید کربن به دی‌اکسید کربن) و غلظت دی‌اکسید کربن با استفاده از یک آشکارساز سل مادون قرمز اندازه‌گیری می‌شود.

مقدار کربن را همچنین می‌توان با اندازه‌گیری هدایت تعیین کرد. در این صورت، فرآورده‌های حاصل از سوزاندن، از روی کاتالیزور پلاتین عبور داده شده و دی‌اکسید کربن موجود، جذب محلول هیدروکسید سدیم (NaOH) می‌شود. تغییر در میزان هدایت محلول (که به علت تبدیل مقداری از NaOH به  $Na_2CO_3$ ، ایجاد می‌شود) اندازه‌گیری می‌شود.

۲-۳-۶ مواد و/یا واکنشگرها

فقط از مواد با خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب حداقل درجه ۳، تعیین شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱ استفاده کنید.



۱-۲-۳-۶ اکسیژن، با خلوص حداقل ۹۹/۹۹٪

۲-۲-۳-۶ کاتالیزور، تشکیل شده از براده‌های آهن به همراه مخلوطی شامل ۹ قسمت جرمی تنگستن و ۱ قسمت جرمی پودر قلع.

یادآوری - کاتالیزور در صورت لزوم برای به دست آوردن نتایج رضایت‌بخش مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۳-۲-۳-۶ مواد مرجع کربن دار (فولاد های کربن)

۴-۲-۳-۶ گلوله‌های کاتالیزور پلاتین، مناسب برای استفاده در دمای  $400^{\circ}\text{C}$  تا  $450^{\circ}\text{C}$ ، برای تبدیل منوکسید کربن به دی‌اکسید کربن.

۳-۳-۶ وسایل

وسایل و شیشه آلات معمول آزمایشگاهی و

۱-۳-۳-۶ تجزیه‌گر مقادیر کم کربن

شامل یک کوره گرمای القایی مناسب برای عمل در دمای حدود  $1800^{\circ}\text{C}$ ، یک واحد جمع آوری ضایعات، یک سیستم کاتالیزور پلاتین برای عمل در دمای حدود  $450^{\circ}\text{C}$  و یک سیستم آشکارساز سل مادون قرمز. به طور جایگزین، یک واحد جذب کننده دی‌اکسید کربن شامل محلول NaOH و تجهیزات اندازه‌گیری تغییر در هدایت، می‌تواند استفاده شود.

سیستم باید شامل جذب کننده دی‌اکسید کربن بر پایه NaOH، رطوبت گیر (پرکلرات منیزیم) برای خالص‌سازی و یک جریان‌سنج برای کنترل جریان اکسیژن باشد.

۲-۳-۳-۶ بوته، یکبار مصرف، ساخته شده از آلومین یا ماده نسوز مشابه.

بوته و درپوش آن هر دو باید قبل از استفاده، در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  یا بالاتر برای مدت زمان کافی (معمولاً ۲۰ min) به منظور رسیدن به جرم ثابت سوزانده شوند.

۴-۳-۶ روش انجام آزمون

۱-۴-۳-۶ آماده کردن دستگاه

دستورالعمل کار با تجهیزات مورد استفاده را دنبال کنید. بعد از تنظیم دستگاه، آن را چندین بار با یک بوته (بند ۲-۳-۳-۶) حاوی مقدار مورد نیاز از کاتالیست ولی بدون آزمون (شاهد)، به کار اندازید. دستگاه باید برای مقادیر شاهد، به طور متوالی مقدار ثابت و کمی را نشان دهد.

### ۶-۳-۴-۲ کالیبراسیون دستگاه

حدود ۰/۵g از ماده مرجع (بند ۳-۲-۳-۶) را با تقریب ۰/۱ mg درون بوته (بند ۲-۳-۳-۶) وزن کنید و سپس آن را بسوزانید. اگر از دستگاهی استفاده می‌کنید که به طور خودکار طبق بند ۳-۴-۳-۶ نتیجه را نشان می‌دهد، آن را ثبت کنید. اگر از دستگاهی استفاده می‌کنید که این قابلیت را ندارد، طبق معادله بند ۳-۴-۳-۶ نتیجه را محاسبه کنید. این عمل را حداقل دو بار تکرار کنید. کنترل‌های کالیبراسیون را تنظیم کنید تا اعداد صحیحی را بر روی نمایشگر بخوانید. در صورت لزوم نمونه‌های دیگری از ماده مرجع را بسوزانید تا عدد صحیحی را به دست آورید.

### ۶-۳-۴-۳ اندازه‌گیری

اندازه‌گیری را دو بار انجام دهید.

حدود ۰/۵g ( $m_0$ ) از نمونه (بند ۵) را با تقریب ۰/۱ mg درون بوته (بند ۲-۳-۳-۶) وزن کنید و آن را با ۰/۷ g براده آهن و ۱/۰g تنگستن/ پودر قلع (بند ۲-۲-۳-۶) بپوشانید. بوته را درون کوره القایی تجزیه‌گر مقادیر کم کربن (بند ۱-۳-۳-۶) قرار دهید. پوشاندن نمونه به طور کامل با کاتالیزور، به ویژه وقتی نمونه به شکل پودر است بسیار حائز اهمیت است، زیرا این عمل از پریدن احتمالی نمونه به بیرون در حین سوزاندن، جلوگیری می‌کند.

اگر تجزیه‌گر دارای ترازو باشد، جرم نمونه به طور خودکار در حافظه ذخیره می‌شود. در این صورت کلید «تجزیه» را فشار دهید، تجزیه به طور خودکار انجام می‌گیرد. نتیجه بر روی صفحه نمایشگر نشان داده شده و بر حسب درصد جرمی کربن در نمونه، چاپ می‌شود.

### ۶-۳-۵ بیان نتایج

اگر دستگاه مورد استفاده، نتیجه را به طور خودکار چاپ نمی‌کند، مقدار کربن  $w(C)$  را بر حسب درصد جرمی با استفاده از معادله ۵ محاسبه کنید:

$$w(C) = \frac{m_t - m_b}{m_0 \left[ 1 - \frac{w(TLI)}{100} \right]} \times 100 \quad (5)$$

که در آن:

$m_0$  جرم نمونه، بر حسب گرم؛

$m_b$  جرم کربن ثبت شده در اندازه‌گیری نهایی شاهد، بر حسب گرم؛

$m_t$  جرم کربن در نمونه، بر حسب گرم؛

$w(TLI)$  افت جرمی کل در اثر سوزاندن که طبق بند ۶-۴-۲-۶ تعیین شده.

میانگین مقادیر دو بار اندازه‌گیری را محاسبه و نتیجه را با تقریب ۰/۰۱٪ گزارش کنید.

### ۶-۳-۶ دقت

در حال حاضر هیچ داده‌ای در مورد دقت در دسترس نیست.

### ۴-۶ تعیین مقدار کلرید

#### ۱-۴-۶ اصول آزمون

آزمونه در محلول هیدروکسید سدیم حل شده و مقدار کلرید به روش تیتراسیون پتانسیومتری در حضور محلول نیترات نقره تعیین می‌شود.

#### ۲-۴-۶ مواد و/یا واکنشگرها

فقط از مواد با خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب حداقل درجه ۳، تعیین شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱ استفاده کنید.

#### ۱-۲-۴-۶ هیدروکسید سدیم، محلول (m/m) ۲۰٪

۲۰g هیدروکسید سدیم با خلوص بسیار زیاد<sup>۱</sup> را در ۱۰۰ ml آب حل کنید.

#### ۲-۲-۴-۶ اسید نیتریک رقیق، (۱+۱)

یک قسمت حجمی از اسید نیتریک غلیظ [حدود (m/m) ۶۵٪،  $\rho \approx 1/40 \text{ g/ml}$ ] با خلوص بسیار زیاد را به یک قسمت حجمی آب اضافه کنید.

#### ۳-۲-۴-۶ محلول استاندارد نیترات نقره، ۰/۰۱ mol/l یا ۰/۱ mol/l $c(\text{AgNO}_3)$

تهیه شده از نیترات نقره با خلوص آزمایشگاهی.

یادآوری ۱- غلظت محلول مورد استفاده بستگی به میزان کلرید نمونه دارد.

یادآوری ۲- از محلول‌های استاندارد تجاری آماده نیز می‌توانید استفاده کنید.

#### ۳-۴-۶ وسایل

وسایل و شیشه آلات معمول آزمایشگاهی و

۱-۳-۴-۶ پتانسیومتر، دارای مقاومت ورودی بزرگتر یا مساوی  $10^{13} \Omega$  و تفکیک پذیری بزرگتر یا مساوی ۰/۱mV

#### ۲-۳-۴-۶ الکترودها

۱-۲-۳-۴-۶ الکتروده مرجع، برای مثال یک الکتروده کالومل استاندارد.

۲-۲-۳-۴-۶ الکتروده اندازه‌گیری، برای مثال یک الکتروده انتخابی یون کلرید یا الکتروده نقره.

۳-۳-۴-۶ بشر ۱۵۰ml، از نوع بلند، مطابق با الزامات تعیین شده در استاندارد ISO 3819: 1985.

#### ۴-۳-۴-۶ حمام یخ

۴-۳-۴-۶ همزن مغناطیسی، شامل یک میله همزن پوشش داده شده با پلی تترا فلئورو اتیلن.

۴-۳-۴-۶ دماسنج، با قابلیت استفاده در دمای بین  $5^{\circ}\text{C}$  و  $30^{\circ}\text{C}$

#### ۴-۴-۶ روش انجام آزمون

##### ۴-۴-۶-۱ تعداد اندازه‌گیری‌ها

اندازه‌گیری را دو بار انجام دهید.

##### ۴-۴-۶-۲ آزمون

بر اساس مقدار کلرید موجود در نمونه، بین ۱g و ۵g ( $m_0$ ) از نمونه (بند ۵) را با تقریب ۱mg درون یک بشر (بند ۳-۳-۴-۶) وزن کنید.

##### ۴-۴-۶-۳ اندازه‌گیری

آزمون را در ۲۰ml محلول هیدروکسید سدیم (بند ۱-۲-۴-۶)، در حالی که آن را به آرامی گرم می‌کنید، حل کنید. دیواره‌های داخلی بشر را با آب شستشو دهید.

۱۵ml اسید نیتریک (بند ۲-۲-۴-۶) را داخل بشر (بند ۳-۳-۴-۶) دیگری بریزید. هر دو محلول را با قرار دادن در حمام یخی (بند ۴-۳-۴-۶) که بر روی همزن مغناطیسی (بند ۵-۳-۴-۶) قرار گرفته است، تا دمای حدود صفر درجه سلسیوس سرد کنید.

در حالی که بشر حاوی اسید نیتریک در حمام یخ نگه‌داشته شده و به طور مداوم هم زده می‌شود، محلول سیلیکات سدیم به دست آمده از حل کردن آزمون را به آهستگی به اسید نیتریک بیافزایید. در طی افزودن سیلیکات سدیم، دمای مخلوط که به وسیله دماسنج (بند ۶-۳-۴-۶) نشان داده می‌شود، نباید بیشتر از  $20^{\circ}\text{C}$  شود.

هشدار- هرگز اسید نیتریک را به محلول سیلیکات سدیم اضافه نکنید.

محلول اسیدی به دست آمده را با استفاده از الکترودها (بند ۲-۳-۴-۶) و پتانسیومتر (بند ۱-۳-۴-۶) با یکی از محلول‌های نترات نقره استاندارد (بند ۳-۲-۴-۶) (بر اساس مقدار کلرید) به منظور شناسایی نقطه پایانی، در دمای اتاق، تیتراژ کنید.

حجم محلول نترات نقره مورد نیاز برای رسیدن به نقطه پایانی ( $V_I$ ) را یادداشت کنید.

برای نمونه شاهد با استفاده از دستورالعمل و واکنشگرهای مشابه، اندازه‌گیری را انجام دهید.

#### ۵-۴-۶ بیان نتایج

مقدار کلرید  $w(Cl)$  را بر حسب درصد جرمی با استفاده از معادله ۶ محاسبه کنید:

$$w(Cl) = \frac{(V_1 - V_b) \times c(Ag) \times f}{m_0 \left[ 1 - \frac{w(TLI)}{100} \right]} \times 100 \quad (۶)$$

که در آن:

$V_1$  حجم محلول نیترات نقره (بند ۶-۴-۲-۳) لازم برای تیتراسیون محلول مورد آزمون، بر حسب

میلی لیتر؛

$V_b$  حجم محلول نیترات نقره (بند ۶-۴-۲-۳) لازم برای تیتراسیون شاهد، بر حسب میلی لیتر؛

$c(Ag)$  غلظت محلول نیترات نقره (بند ۶-۴-۲-۳)، بر حسب میلی مول در میلی لیتر؛

$f$  فاکتور کلرید، بر حسب میلی اکی والان ( $f=0.3543$ )؛

$m_0$  جرم آزمون، بر حسب گرم؛

$w(TLI)$  افت جرمی کل در اثر سوزاندن که طبق بند ۶-۴-۲-۶ تعیین شده.

#### ۶-۴-۶ دقت

در حال حاضر هیچ داده‌ای در مورد دقت در دسترس نیست.

#### ۷ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

الف) مشخصات کامل نمونه

ب) ارجاع به شماره این استاندارد ملی ایران

پ) نتایج آزمون و مطابقت یا مغایرت نمونه با حدود تعیین شده

ت) هر گونه انحراف از روش آزمون تعیین شده

ث) تاریخ انجام آزمون‌ها

#### ۸ بسته‌بندی

بسته‌بندی گرد سیلیس باید به گونه‌ای باشد که آن را در برابر نفوذ هوا و رطوبت محافظت کند.

یادآوری - نوع بسته‌بندی می‌تواند با توافق طرفین ذینفع تعیین شود.

## ۹ نشانه‌گذاری

نشانه‌های زیر باید به طور خوانا روی بسته‌های گرد سیلیس نوشته شود:

الف) نام و نشانی و علامت تجاری (در صورت وجود) تولیدکننده

ب) نام نمونه و مورد مصرف آن

پ) شماره سری ساخت یا تاریخ تولید

ت) وزن خالص، به کیلوگرم و رواداری مجاز

ث) عبارت «ساخت ایران»