



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۴۲۱۹

چاپ اول

INSO

14219

1st. Edition

کانه‌های آلومینیم - اندازه‌گیری مقدار
سیلیسیم کل - روش ترکیبی وزن‌سنجی و
اسپکتروفتومتری

Aluminium ores - Determination of total
silicon content - Combined gravimetric and
spectrophotometric method

ICS:73.060.40

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
"کانه‌های آلومینیم - اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم کل - روش ترکیبی وزن‌سنجی و
اسپکتروفتومتری"

رئیس:

جواهریان، محمد
(دکترای شیمی آلی)

دبیر:

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

هیأت علمی دانشگاه شهیدچمران اهواز

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان خوزستان

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدی، سودابه
(لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه گروه ملی صنعتی فولاد
ایران

اقبال، فریده
(فوق لیسانس مهندسی مواد)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان خوزستان

بهروزی، سحر
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت جهاد زمزم

بیرگانی، نیا، صولت
(لیسانس مهندسی مواد)

رئیس کنترل کیفیت گروه ملی صنعتی
فولاد ایران

پولادگر، عبدالعلی
(لیسانس مهندسی مکانیک)

رئیس آزمایشگاه گروه ملی صنعتی فولاد
ایران

چراغی، حسین
(فوق لیسانس مهندسی مواد)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان خوزستان

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

کارشناس

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان خوزستان

خوشنام، فرزانه
(فوق لیسانس شیمی)

هیأت علمی دانشگاه شهیدچمران اهواز

زرگر، بهروز
(دکترای شیمی)

کارشناس آزمایشگاه گروه ملی صنعتی فولاد
ایران

سیدصدر، علی رضا
(لیسانس شیمی)

کارشناس

فتاحی‌نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

قمی، متینه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه مرکزی دانشگاه
شهیدچمران اهواز

کی شمس، لیلی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس جهاد دانشگاهی خوزستان

گل محمدی قانع، حامد
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

لطیفیان، مرضیه
(لیسانس شیمی)

کارشناس

نقدی، تینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس فنی شرکت جهاد زمزم

والی زاده، مژگان
(لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با مؤسسه استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۵ وسایل
۴	۶ نمونه برداری و آماده سازی نمونه ها
۴	۷ روش انجام آزمون
۹	۸ بیان نتایج
۱۱	۹ گزارش آزمون

پیش گفتار

استاندارد " کانه‌های آلومینیم- اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم کل- روش ترکیبی وزن‌سنجی و اسپکتروفتومتری" که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در یکصد و بیست و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مواد معدنی مورخ ۹۰/۶/۲۷ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ ، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و 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.

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

ISO 6607: 1985, Aluminium ores - Determination of total silicon content - Combined gravimetric and spectrophotometric method

کانه‌های آلومینیم - اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم کل - روش ترکیبی وزن‌سنجی و اسپکتروفتومتری

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش ترکیبی وزن‌سنجی و اسپکتروفتومتری برای اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم کل در کانه‌های آلومینیم است.

این استاندارد برای کانه‌های آلومینیم با مقدار سیلیسیم‌دی‌اکسید بین ۱٪ (جرمی/جرمی) و ۲۵٪ (جرمی/جرمی) 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 می‌شوند. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای 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 تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method¹

2-2 ISO 6995, Aluminium ores - Determination of titanium content - 4, 4'-Dianthracene spectrophotometric method²

۳ اصول آزمون

آزمونه با استفاده از یکی از روش‌های زیر تجزیه می‌شود:

۳-۱ آزمونه با مخلوطی از هیدروکلریک اسید، نیتریک اسید و سولفوریک اسید واکنش داده می‌شود.

یادآوری - این روش برای کانه‌های دارای گیبسیت و/یا بوهمیت و همچنین هنگامی که پس از تبخیر سیلیکا، باقیمانده حاصل از تجزیه آزمونه، کمتر از ۱٪ جرم آزمونه باشد، پیشنهاد می‌شود.

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲-۲ جهت بهره‌برداری موجود است.

۲- استاندارد ملی ایران شماره ۸۵۳۴ جهت بهره‌برداری موجود است.

۲-۳ آزمون به همراه سدیم پراکسید کلوخه^۱ شده و سپس به طور جزئی ذوب می شود. مذاب با استفاده از سولفوریک اسید حل می شود.

یادآوری- این روش برای کانه های دارای دیاسپور^۲ و همچنین هنگامی که پس از تبخیر سیلیکا، باقی مانده برای تجزیه اسیدی، بیشتر از ۱٪ جرم آزمون باشد، پیشنهاد می شود.

۳-۳ آزمون با روش ارائه شده در این بند و بند ۷-۵-۱-۳ استاندارد ISO 6995 ذوب می شود. سیلیکا آب زدایی شده و نمک ها حل می شوند. سیلیکای ناخالص صاف شده و مشتعل می شود و سپس با هیدروفلوئوریک اسید و سولفوریک اسید واکنش داده می شود. باقی مانده با کمک ذوب سدیم کربنات/ سدیم تترابورات ذوب می شود. مذاب با سولفوریک اسید حل شده و به محلول اصلی افزوده می شود. یک قسمت کسری از محلول اصلی با سدیم هیدروکسید اضافی واکنش داده و حرارت داده می شود تا پیوندهای پلیمری سیلیکا در محلول شکسته شوند. محلول با استفاده از سولفوریک اسید، اسیدی شده و با افزودن آمونیوم مولیبدات به pH برابر ۱/۴۰ می رسد. مولیبدوفسفریک اسید و مولیبدوآرسنیک اسید با افزودن بیشتر سولفوریک اسید تخریب ساختاری می شوند. بتا- مولیبدوسیلیسیک اسید به کمپلکس آبی کاهش می یابد. جذب در طول موج حدود ۸۱۰ nm اندازه گیری می شود.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

در طول تجزیه فقط از واکنشگرهای با خلوص تجزیه ای معین و آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۱-۴ سدیم پراکسید

یادآوری- توصیه می شود سدیم پراکسید در برابر رطوبت محافظت شود و هنگامی که شروع به کلوخه ای شدن کرد، از آن استفاده نشود.

۲-۴ کمک ذوب سدیم کربنات/ سدیم تترابورات

۳ قسمت جرمی کمک ذوب سدیم کربنات بدون آب و ۱ قسمت جرمی کمک ذوب سدیم تترابورات بدون آب را مخلوط کنید.

۳-۴ هیدروفلوئوریک اسید، ۴۰٪ (جرمی/جرمی) و جرم حجمی برابر با ۱/۱۳g/ml در دمای ۲۰°C

۴-۴ سولفوریک اسید، با جرم حجمی برابر با ۱/۸۴g/ml در دمای ۲۰°C، رقیق شده به نسبت ۱:۱

۵-۴ سولفوریک اسید، با جرم حجمی برابر با ۱/۸۴g/ml در دمای ۲۰°C، رقیق شده به نسبت ۱:۳

۶-۴ سولفوریک اسید، با جرم حجمی برابر با ۱/۸۴g/ml در دمای ۲۰°C، رقیق شده به نسبت ۱:۹

1- Sinter
2- Diaspore

۷-۴ سولفوریک اسید، با جرم حجمی برابر با ۱/۸۴g/ml در دمای ۲۰°C، رقیق شده به نسبت ۱:۳۹

۸-۴ مخلوط اسید

۲۲۵ml آب را در یک بشر ۱l قرار داده و با احتیاط همراه با مخلوط کردن، ۱۷۵ml سولفوریک اسید (با جرم حجمی ۱/۸۴g/ml در دمای ۲۰°C) اضافه کنید. تا دمای اتاق خنک کرده و ۱۵۰ml هیدروکلریک اسید (با جرم حجمی ۱/۱۷g/ml در دمای ۲۰°C) و ۵۰ml نیتریک اسید (با چگالی ۱/۴۲g/ml در دمای ۲۰°C) اضافه کرده و مخلوط کنید.

این محلول را به صورت تازه برای هر سری از اندازه گیری ها آماده کرده و محلول استفاده نشده را دور بریزید.

۹-۴ آسکوربیک اسید، محلول ۵۰g/l

۵g آسکوربیک اسید را در ۱۰۰ml آب حل کنید.

این محلول را به صورت روزانه تهیه کنید.

۱۰-۴ آمونیوم مولیبدات، محلول ۱۰۰g/l

۱۰۰g آمونیوم مولیبدات چهار آبه $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O]$ را در ۱l آب حل کنید.

هنگامی که محلول شروع به رسوب کرد آن را دور بریزید.

۱۱-۴ سدیم هیدروکسید، محلول ۱۶۰g/l

۱۶۰g سدیم هیدروکسید را در ۱l آب در یک بشر پلاستیکی حل کنید.

محلول را در یک بطری پلاستیکی نگهداری کنید.

۱۲-۴ سیلیکا، محلول استاندارد معادل ۴۰۰mg سیلیسیم دی اکسید در لیتر

سیلیکای خالص را در دمای ۱۰۰۰°C به مدت ۱ ساعت بسوزانید و در یک دسیکاتور خنک کنید. ۰/۴۰۰g از سیلیکای سوزانده شده را با تقریب ۰/۰۰۱g در یک بوته پلاتینی وزن کنید. ۴/۰g سدیم کربنات بدون آب اضافه کرده و با یک اسپاتول کاملاً مخلوط کنید. با دقت برای مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۱۰۰۰°C ذوب کنید. مخلوط را خنک کرده و به یک بشر پلاستیکی ۴۰۰ml منتقل کنید. ۲۰۰ml آب داغ اضافه کرده و تا انحلال کامل مذاب، به هم بزنید.

محلول را خنک کرده و به صورت کمی، به یک بالن حجم سنجی تک نشانه ۱۰۰۰ml منتقل کنید. تا خط نشانه رقیق کرده و کاملاً مخلوط کنید.

بلافاصله به یک بطری پلاستیکی منتقل کنید.

۱۳-۴ سیلیکا، محلول استاندارد معادل ۴mg سیلیسیم دی اکسید در لیتر

۱۰ml محلول سیلیکای استاندارد (بند ۱۲-۴) را توسط پی پت درون یک بالن حجم سنجی ۱۰۰۰ml تک نشانه منتقل کرده و تا خط نشانه رقیق کنید. محلول را کاملاً مخلوط کنید.

این محلول را بلافاصله پیش از استفاده آماده کنید.

۴-۱۴ محلول شاهد کالیراسیون

یک محلول شاهد کالیراسیون با انجام مراحل ذکر شده در بندهای ۴-۱۲ و ۴-۱۳، اما حذف سیلیکا، آماده کنید.

۴-۱۵ فنل فتالئین، محلول شناساگر

۰٫۰۵g فنل فتالئین را در ۵۰ml اتانول حل و تا حجم ۱۰۰ml با آب رقیق کنید.

۵ وسایل

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی و ظروف شیشه‌ای ضد خراشیدگی از وسایل زیر استفاده کنید.

۵-۱ بوتله پلاتینی، با ظرفیت تقریبی ۳۰ml با درپوش

۵-۲ پی‌پت‌های تک‌نشانه، ۵ml، ۱۰ml، ۱۵ml، ۲۰ml و ۲۵ml از رده A

۵-۳ بشرهای پلاستیکی، با ظرفیت تقریبی ۱۵۰ml

۵-۴ کوره مافل آزمایشگاهی، قادر به تأمین دما در محدوده 480°C تا 1100°C با امکان عبور جریان هوا از درون محفظه گرم شده

۵-۵ بوتله زیرکونیومی، با ظرفیت تقریبی ۴۰ml

۵-۶ pH متر

۵-۷ اسپکتروفتومتر، برای اندازه‌گیری جذب در طول موج تقریبی ۸۱۰nm

۵-۸ دسیکاتور، حاوی دی‌فسفر پنتو اکسید (P_2O_5) به عنوان جاذب رطوبت

۶ نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه‌ها

نمونه‌های آزمایشگاهی برداشته شده باید تا حدی خرد شوند که از یک الک با اندازه منافذ $150\mu\text{m}$ ، مطابق با روش‌های مشخص شده در استانداردهای مربوطه عبور کنند.

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ تعداد اندازه‌گیری‌ها

تجزیه‌ها را به صورت دوتایی و مستقل روی هر نمونه کانه انجام دهید.

یادآوری- عبارت "به صورت مستقل" به طور ضمنی بیان‌گر تغییر شخص آزمون‌گر است. در صورتی که یک شخص تجزیه‌ها را انجام دهد، روش آزمون باید در زمان‌های متفاوت انجام شود.

۷-۲ آزمون

حدود ۱g از نمونه آزمون را با تقریب 0.001g وزن کرده و جرم (m_1) آن را ثبت کنید.

۳-۷ آزمون شاهد

همزمان با تجزیه آزمون، یک محلول آزمون شاهد را مطابق روش تجزیه اما با حذف آزمون آماده کنید. هنگامی که تجزیه روی چندین نمونه و در یک زمان انجام می‌گیرد، مقدار شاهد می‌تواند از یک آزمون به-دست آید، به این شرط که مراحل کار یکسان بوده و واکنشگرهای استفاده شده از یک بطری باشند.

۴-۷ آزمون بررسی

در هر بار آزمون، یک ماده مرجع تأیید شده از همان نوع کانه باید مورد تجزیه قرار گیرد. این تجزیه باید به صورت همزمان و تحت شرایط یکسان با تجزیه نمونه کانه انجام شود.

یادآوری- توصیه می‌شود ماده مرجع تأیید شده از همان نوع نمونه مورد تجزیه باشد. در صورتی که ویژگی‌های نمونه مورد تجزیه و ماده مرجع تأیید شده، به اندازه‌ای متفاوت باشند که نیاز باشد فرایند تجزیه‌ای به‌طور اساسی تغییر پیدا کند، نمی‌توان آن‌ها را از یک نوع در نظر گرفت.

۵-۷ اندازه‌گیری وزن سنجی سیلیسیم

۱-۵-۷ تجزیه آزمون

اگر تجزیه بر اساس تخریب اسیدی است، مطابق بند ۷-۵-۱-۱ ادامه دهید. در صورتی که تجزیه بر اساس زینتر کردن قلیایی است، مطابق بند ۷-۵-۱-۲ ادامه دهید.

۷-۵-۱-۱ تجزیه اسیدی

آزمون (بند ۷-۲) را به یک بشر ۴۰۰ ml منتقل کرده، با آب مرطوب و ۶۰ ml مخلوط اسید (بند ۴-۸) تازه تهیه شده اضافه کنید. بشر را پوشانده و در دمای 80°C حرارت دهید تا نمونه تجزیه شود.

یادآوری- برای نمونه‌های با مقدار آهن زیاد [بیشتر از ۱۵٪ (جرمی/جرمی) Fe_2O_3] توصیه می‌شود حرارت دادن اولیه برای یک مدت طولانی انجام گیرد.

هنگامی که تشکیل بخارات قهوه‌ای رنگ متوقف شد، با دقت درپوش و دیواره‌های بشر را بشویید. محلول را بدون درپوش تبخیر کرده تا بخارات غلیظ سولفوریک اسید تشکیل شود. مجدداً درپوش بشر را قرار داده و به شدت به مدت ۶۰ دقیقه روی یک صفحه داغ تنظیم شده برای ایجاد دمای $(210 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ در محلول حرارت دهید.

یادآوری- از یک بشر آزمون جداگانه حاوی سولفوریک اسید که درون آن یک دماسنج تا عمق ۱۰ mm فرو برده شده است برای تعیین تنظیم دما استفاده کنید.

۷-۵-۱-۲ تجزیه کلوخه قلیایی^۱

آزمون (بند ۷-۲) را به بوتله زیرکونیومی خشک (بند ۵-۵) منتقل کرده، ۱۰ g سدیم پراکسید (بند ۴-۱) اضافه کرده و با دقت با استفاده از یک اسپاتول خشک مخلوط کنید. بوتله و محتویات آن را به مدت ۴۵ دقیقه در کوره مافل (بند ۴-۵) که در دمای 480°C تا 500°C تنظیم شده، قرار دهید. بوتله و محتویات آن

1- Alkali sinter decomposition

را از کوره خارج کرده و روی یک شعله حرارت دهید تا کلوخه به دست آمده ذوب شود (حدود ۳۰ ثانیه). حرارت دادن را برای مدت زمان کل ۲ دقیقه در حین چرخاندن مذاب ادامه دهید. اجازه دهید بوته تا دمای محیط خنک شود (می‌توان از یک قطعه فلزی برای تسریع این مرحله استفاده کرد). سپس آن را از قسمت کناری درون یک بشر ۴۰۰ ml قرار دهید. روی آن را پوشانده و با احتیاط ۱۴۰ ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۶) از قسمت پشت بوته اضافه کنید. ۲۰ ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۴) اضافه کرده و هضم کنید تا محتویات بوته شسته شوند. هنگامی که محتویات بوته به طور کامل شسته شدند، بوته را خارج کرده و به خوبی در محلول درون بشر شستشو دهید. با دقت درپوش و دیواره بشر را شستشو دهید. محلول بدون پوشش را تبخیر کنید تا بخارات غلیظ سولفوریک اسید تشکیل شود. مجدداً درپوش بشر را قرار داده و به شدت به مدت ۶۰ دقیقه روی یک صفحه داغ تنظیم شده برای ایجاد دمای $(10 \pm 210)^{\circ}\text{C}$ در محلول حرارت دهید.

۲-۵-۷ انحلال و صاف کردن

محلول حاصل از بند ۱-۱-۵-۷ یا بند ۲-۱-۵-۷ را تا دمای اتاق خنک کرده و با احتیاط ۱۳۰ ml آب اضافه کنید. همراه با هم زدن محلول را به مدت ۴۰ دقیقه در دمای 80°C تا 90°C حرارت دهید تا نمک‌ها به طور کامل حل شوند. در حالی که محلول داغ است، آن را از روی یک کاغذ صافی با بافت متوسط عبور داده و محلول حاصل از صاف کردن را در یک بالن حجم‌سنجی تک‌نشانه ۲۵۰ ml جمع کنید. بشر را با آب شسته و با استفاده از یک میله شیشه‌ای با سر پلاستیکی، بشر را تمیز کرده و باقی‌مانده را به صورت کمی به کاغذ منتقل کنید. کاغذ و باقی‌مانده را ۵ مرتبه با ۵ ml تا ۱۰ ml آب داغ بشویید. محلول حاصل از صاف کردن و محلول حاصل از شستشو را برای استفاده در بند ۴-۵-۷ نگه‌داری کنید. کاغذ صافی حاوی سیلیکای ناخالص را نگه داشته و مطابق بند ۳-۵-۷ ادامه دهید.

یادآوری - در مواردی که مقدار سیلیکا زیاد است، ممکن است نیاز به افزایش حجم محلول شستشو باشد.

۳-۵-۷ عملیات روی سیلیکای ناخالص

کاغذ حاوی سیلیکای ناخالص را به بوته پلاتینی (بند ۱-۵) که قبلاً مشتعل و توزین شده منتقل کنید. آن را به آرامی خشک کرده و بسوزانید و سپس با افزایش دما به 600°C تا 700°C به طور کامل به خاکستر تبدیل کنید. درپوش بوته را گذاشته و برای مدت ۳۰ دقیقه در کوره مافل (بند ۴-۵) که در دمای $(1075 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ تنظیم شده مشتعل کنید. سپس اجازه دهید به مدت ۱ دقیقه تا ۲ دقیقه در هوا خنک شود. بوته را درون دسیکاتور (بند ۸-۵) قرار دهید. اجازه دهید تا دمای محیط خنک شده و سپس وزن کنید.

یادآوری ۱- توصیه می‌شود زمان خنک کردن حدود ۱۰ دقیقه باشد.

مراحل اشتعال، خنک کردن و وزن کردن را تا زمان رسیدن به جرم ثابت در محدوده 0.0005g تکرار کنید. جرم بوته و محتویات آن (m_2) را ثبت کنید.

به باقی‌مانده درون بوته قطره قطره آب اضافه کنید تا زمانی که به‌طور کامل خیس شود. ۸ قطره محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۴) و سپس ۵ml هیدروفلوئوریک اسید (بند ۴-۳) اضافه کنید. با احتیاط حرارت داده و تبخیر کنید تا زمانی که تشکیل بخارات غلیظ سفید رنگ متوقف شود.

به آرامی روی یک شعله ضعیف حرارت داده، سپس درپوش بوته را گذاشته و برای مدت (2 ± 15) دقیقه در کوره مافل (بند ۵-۴) که در دمای $(25 \pm 107.5)^\circ\text{C}$ تنظیم شده مشتعل کنید. اجازه دهید به مدت ۱ دقیقه تا ۲ دقیقه در هوا خنک شود.

بوته را درون دسیکاتور قرار داده و اجازه دهید تا دمای اتاق سرد شود. سپس آن را وزن کنید. مراحل واکنش با اسید، تشکیل بخارات و اشتعال را تا زمان رسیدن به جرم ثابت در محدوده 0.0005g تکرار کنید. جرم بوته و محتویات آن (m_3) را ثبت کنید.

یادآوری ۲- در هنگام استفاده از روش تجزیه اسیدی، چنانچه جرم در مقداری بیشتر از ۱٪ جرم بوته ثابت بماند، توصیه می‌شود به‌طور جایگزین از تجزیه قلیایی شده استفاده شود.

۴-۵-۷ عملیات روی باقی‌مانده

$(0.1 \pm 0.7)\text{g}$ از کمک‌ذوب (بند ۴-۲) را به باقی‌مانده حاصل از بند ۷-۵-۳ اضافه کنید. برای مدت ۴ دقیقه تا ۵ دقیقه در کوره مافل (بند ۵-۴) در دمای بیشتر از 1000°C ذوب کنید. بوته را خارج کرده، اندکی بچرخانید و مجدداً به مدت ۱ دقیقه تا ۲ دقیقه درون کوره قرار دهید.

اجازه دهید بوته خنک شود. ۱۰ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۶) اضافه کرده و گرم کنید تا جرم مذاب حل شود. سپس آن را به محلول ذخیره شده (بند ۷-۵-۲) درون بالن حجم‌سنجی استاندارد تک نشانه ۲۵۰ml منتقل کنید. بوته را با آب شسته و محلول حاصل از شستشو را به محلول ذخیره شده منتقل کنید. محلول را تا دمای محیط خنک کرده، با آب تا خط نشانه رقیق کرده و مخلوط کنید. این محلول آزمون است.

۶-۷ اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری سیلیکای باقی‌مانده

به‌جز در موارد معین شده، مراحل زیر باید روی محلول آزمون و محلول شاهد انجام شود. یک قسمت کسری ۱۰ml از هر محلول را به‌وسیله پی‌پت (بند ۵-۲) درون یک بشر پلاستیکی (بند ۵-۳) منتقل کنید. یک قطره محلول فنل فتالین (بند ۴-۱۵) اضافه کرده، با محلول سدیم هیدروکسید (بند ۴-۱۱) خنثی کرده و ۲ml دیگر اضافه کنید. محلول را تا حجم ۲۵ml رقیق کنید.

در یک حمام آب به مدت ۱۵ دقیقه در دمای 70°C حرارت داده و سپس خنک کنید. محلول را با استفاده از محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۶) خنثی کنید. ۷ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۷) اضافه کرده و تا حجم ۵۰ml رقیق کنید. بررسی کنید که pH برابر با 1.4 ± 0.1 باشد. در صورت نیاز با استفاده از محلول سدیم هیدروکسید یا محلول سولفوریک اسید pH را تنظیم کنید.

از این مرحله تا تشکیل رنگ، دمای محلول‌ها را در محدوده 15°C تا 25°C نگه دارید. ۲ml محلول آمونیوم مولیبدات (بند ۴-۱۰) به هر محلول اضافه کرده، کاملاً مخلوط کرده و اجازه دهید برای مدت ۱۰ دقیقه باقی بماند.

۲۰ ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۵) به هر محلول اضافه کرده و مخلوط کنید و اجازه دهید برای مدت ۱۰ دقیقه باقی بماند.

۵ ml محلول آسکوربیک اسید (بند ۴-۹) به هر محلول اضافه کرده و به بالن‌های حجم‌سنجی تک‌نشانه ۱۰۰ ml جداگانه منتقل کنید. بشرها را چندین مرتبه با مقادیر کم آب شسته و محلول‌های حاصل از شستشو را به بالن‌ها اضافه کنید. بلافاصله تا خط نشانه رقیق کرده و مخلوط کنید. اجازه دهید تا رنگ برای ۱ ساعت تشکیل شود.

جذب محلول‌ها را در طول موج حدود ۸۱۰ nm با استفاده از آب به عنوان محلول مرجع اندازه‌گیری کرده و آن‌ها را به صورت زیر ثبت کنید:

T جذب محلول آزمون

B جذب محلول آزمون شاهد

جذب معادل با سیلیکا در محلول را با استفاده از رابطه زیر محاسبه و ثبت کنید:

$$A = T - B$$

۷-۷ کالیبراسیون

قسمت‌های کسری ۰ ml، ۵ ml، ۱۰ ml، ۱۵ ml، ۲۰ ml و ۲۵ ml را به ترتیب از محلول استاندارد سیلیکا (بند ۴-۱۳) با استفاده از پی‌پت به درون شش بشر پلاستیکی ۱۵۰ ml (بند ۵-۳) جداگانه مطابق جدول ۱ منتقل کنید. در همان شش بشر، به ترتیب قسمت‌های کسری ۲۵ ml، ۲۰ ml، ۱۵ ml، ۱۰ ml، ۵ ml و ۰ ml از محلول شاهد کالیبراسیون (بند ۴-۱۴)، مطابق جدول ۱ قرار دهید.

جدول ۱- محلول‌های کالیبراسیون

جرم سیلیکا در ۱۰۰ ml	حجم محلول شاهد کالیبراسیون (بند ۴-۱۴)	حجم محلول استاندارد سیلیکا (بند ۴-۱۳)
μg	ml	ml
۰	۲۵	۰
۲۰	۲۰	۵
۴۰	۱۵	۱۰
۶۰	۱۰	۱۵
۸۰	۵	۲۰
۱۰۰	۰	۲۵

در مورد هر یک از محلول‌های استاندارد، مطابق روش تعیین شده در بند ۷-۶ برای قسمت‌های کسری آزمون، عمل کنید.

جذب محلول‌ها را با استفاده از آب به عنوان مرجع اندازه‌گیری کرده و به صورت زیر ثبت کنید:

$$A_0, A_5, A_{10}, A_{15}, A_{20}, A_{25}$$

منحنی کالیبراسیون را با استفاده از رسم مقادیر جذب در مقابل جرم سیلیکا به صورت زیر تهیه کنید:

سیلیکا μg	جذب
۰	$A_0 - A_0$
۲۰	$A_5 - A_0$
۴۰	$A_{10} - A_0$
۶۰	$A_{15} - A_0$
۸۰	$A_{20} - A_0$
۱۰۰	$A_{25} - A_0$

۸ بیان نتایج

۱-۸ محاسبه مقدار سیلیکای کل

مقدار سیلیکا، بر حسب درصد جرمی نمونه آزمون با استفاده از رابطه زیر به دست می آید:

$$(m/m) \% = \text{سیلیکای باقی مانده} \% + \text{سیلیکای وزن سنجی} \% = (m/m) \% \text{ سیلیکای کل}$$

$$\frac{(m_2 - m_3) - (m_{2b} - m_{3b})}{m_1} \times 100 + \frac{m_{SiO_2} \times 0.0025}{m_1}$$

که در آن:

m_1 جرم آزمون برداشته شده بر حسب گرم؛

m_2 جرم بوته و محتویات آن بعد از اشتعال (بند ۷-۵-۳)، بر حسب گرم؛

m_3 جرم بوته و محتویات آن بعد از واکنش با هیدروفلوئوریک اسید (بند ۷-۵-۳)، بر حسب گرم؛

m_{2b} جرم بوته و محتویات آن بعد از اشتعال برای اندازه گیری شاهد، بر حسب گرم؛

m_{3b} جرم بوته و محتویات آن بعد از واکنش با هیدروفلوئوریک اسید برای اندازه گیری شاهد، بر حسب گرم؛

m_{SiO_2} جرم سیلیکا به دست آمده از منحنی کالیبراسیون بر حسب میکروگرم می باشد.

۲-۸ بررسی کلی نتایج

۱-۲-۸ دقت

دقت این روش از جنبه های تکرارپذیری، تجدیدپذیری و شاخص تجدیدپذیری در جدول ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲- داده‌های دقت برای اندازه‌گیری‌های سیلیسیم

مقدار میانگین SiO_2 %(m/m)	مؤلفه‌های انحراف استاندارد		شاخص تجدیدپذیری 2s	نمونه
	R	r		
۱,۵۳	۰,۰۷۲	۰,۰۳۵	۰,۱۶	MT/12/2
۲,۵۷	۰,۰۲۵	۰,۰۳۴	۰,۰۸۵	MT/12/1
۵,۰۴	۰,۰۷۰	۰,۰۴۵	۰,۱۷	MT/12/4
۲۱,۵۹	۰,۱۹	۰,۰۵۹	۰,۳۹	MT/12/6

که در آن:

r تکرارپذیری؛

R تجدیدپذیری است.

۸-۲-۲ پذیرش مقادیر تجزیه‌ای (به استاندارد ISO 5725-2 مراجعه کنید)

مقدار تجزیه‌ای برای نمونه آزمون باید زمانی مورد پذیرش قرار گیرد که مقدار تجزیه‌ای به‌دست آمده برای ماده مرجع تأیید شده مربوطه، در محدوده شاخص تجدیدپذیری ارایه شده در جدول ۲، با مقدار تأیید شده تطابق داشته و همچنین اختلاف بین دو مقدار برای نمونه آزمون از مقدار محاسبه شده $2/77r$ تجاوز نکند که در آن مقدار مناسب r از جدول ۲ به‌دست می‌آید.

هنگامی که مقدار تجزیه‌ای به‌دست آمده برای ماده مرجع تأیید شده، خارج از حدود شاخص تجدیدپذیری است، باید یک تجزیه به‌طور هم‌زمان روی یک نمونه آزمون و یک ماده مرجع تأیید شده به همراه یک آزمون شاهد انجام گیرد. مقدار تجزیه‌ای به‌دست آمده برای ماده مرجع تأیید شده، باید مطابق فوق برای پذیرش مقدار نمونه آزمون مورد بررسی قرار گیرد. در صورتی که مقدار به‌دست آمده برای ماده مرجع تأیید شده مجدداً خارج از محدوده باشد، باید فرایند را با یک ماده مرجع متفاوت از همان نوع کانه تکرار کرد تا زمانی که دو مقدار قابل قبول برای نمونه آزمون به‌دست آید.

هنگامی که محدوده (اختلاف مطلق) دو مقدار برای نمونه آزمون، بیشتر از $2/77r$ باشد، باید تجزیه‌های اضافی روی یک نمونه آزمون و یک آزمون شاهد، به‌طور هم‌زمان با یک تجزیه روی یک ماده مرجع تأیید شده از همان نوع کانه انجام گیرد. پذیرش چنین مقادیر اضافی برای نمونه آزمون باید در هر مورد، با توجه به پذیرش مقدار به‌دست آمده برای ماده مرجع تأیید شده انجام شود.

۸-۲-۳ محاسبه نتیجه نهایی

نتیجه نهایی، میانگین حسابی مقادیر تجزیه‌ای قابل پذیرش است که تا چهار رقم اعشار محاسبه شده و تا دو رقم مطابق زیر گرد شده است:

- الف- هنگامی که سومین رقم اعشار کمتر از ۵ است حذف شده و دومین رقم اعشار بدون تغییر باقی می‌ماند؛
- ب- هنگامی که سومین رقم اعشار ۵ و چهارمین رقم اعشار عددی غیر از صفر است یا هنگامی که سومین رقم اعشار بیشتر از ۵ است، دومین رقم اعشار ۱ واحد افزایش می‌یابد؛

پ- هنگامی که سومین رقم اعشار ۵ و چهارمین رقم اعشار صفر است، عدد ۵ حذف شده و در صورتی که دومین رقم اعشار ۰، ۲، ۴، ۶، یا ۸ است، بدون تغییر باقی می ماند و چنانچه دومین رقم اعشار ۱، ۳، ۵، ۷ یا ۹ است، ۱ واحد افزایش می یابد.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

۹-۱ اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه؛

۹-۲ ارجاع به این استاندارد ملی؛

۹-۳ نتایج تجزیه؛

۹-۴ هرگونه مورد مشاهده شده در طول اندازه گیری و هر نوع عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده و می تواند روی نتایج تأثیر بگذارد.