



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۴۵۴۸

چاپ اول

INSO

14548

1st. Edition

کانه‌ها و کنسانتره‌های کروم - اندازه‌گیری
مقدار سیلیسیم - روش طیف سنجی جذب
مولکولی و روش وزن سنجی

**Chromium ores and concentrates -
Determination of silicon content - Molecular
absorption spectrometric method and
gravimetric method**

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 - اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم - روش طیف سنجی جذب مولکولی و روش وزن سنجی"

رئیس:

زرگر، بهروز

(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

دبیر:

چراغی، حسین

(فوق لیسانس مهندسی مواد)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان خوزستان

خوشنام، فرزانه

(فوق لیسانس شیمی)

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

پهروزی، 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

کارشناس	حاتمی، امیر (فوق لیسانس شیمی تجزیه)
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)
هیات علمی جهاد دانشگاهی خوزستان	گل محمدی قانع، حامد (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس	لطیفیان، مرضیه (لیسانس شیمی)
کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان خوزستان	مهرمولایی، فاطمه (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس	نقدی، تینا (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس فنی شرکت جهاد زمزم	والی زاده، مژگان (لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

عنوان	صفحه
آشنایی با مؤسسه استاندارد	ب
کمیسیون فنی تدوین استاندارد	ج
پیش گفتار	و
۱ هدف و دامنه کاربرد	۱
۲ مراجع الزامی	۱
۳ روش الف- روش طیف سنجی برای مقادیر سیلیسیم از ۰/۰۵٪ تا ۰/۵٪ (جرمی /جرمی)	۱
۴ روش ب- روش وزن سنجی برای مقادیر سیلیسیم از ۰/۵٪ تا ۱۵٪ (جرمی /جرمی)	۵

پیش گفتار

استاندارد" کانه‌ها و کنسانتره‌های کروم- اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم- روش طیف سنجی جذب مولکولی و روش وزن سنجی " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در یکصد و بیست و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مواد معدنی مورخ ۹۰/۷/۱۷ 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 5997:1984, Chromium ores and concentrates - Determination of silicon content - Molecular absorption spectrometric method and gravimetric method

کانه‌ها و کنسانتره‌های کروم - اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم - روش طیف سنجی جذب مولکولی و روش وزن سنجی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش‌هایی برای اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم کانه‌ها و کنسانتره‌های کروم می‌باشد.

روش الف - روش طیف سنجی جذب مولکولی

روش ب - روش وزن سنجی

روش الف برای مقادیر سیلیسیم از 0.05% تا 0.5% (جرمی /جرمی) و روش ب برای مقادیر سیلیسیم از 0.5% تا 15% (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 می‌شود. در صورتی که مدرکی با ذکر تاریخ ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. درمورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

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

۳ روش الف - روش طیف سنجی برای مقادیر سیلیسیم از 0.05% تا 0.5% (جرمی /جرمی)

۱-۳ اصول آزمون

آزمونه به وسیله ذوب با مخلوط کمک ذوب تخریب شده و مذاب در آب حل می‌شود. pH محلول با هیدروکلریک اسید تنظیم می‌شود. سیلیکا با آمونیوم مولیبدات واکنش داده و با اسکوربیک اسید در حضور سیتریک اسید احیا می‌شود. اندازه‌گیری طیف سنجی در طول موج 810 nm یا 620 nm تا 640 nm انجام می‌گیرد.

۲-۳ واکنش‌ها

روش براساس واکنش سیلیسیک اسید با آمونیوم مولیبدات و تشکیل سیلیکو مولیبدات هترو پلی اسید زرد می‌باشد که با اسکوربیک اسید به کمپلکس سیلیکو مولیبدات آبی احیا می‌شود.

۳-۳ مواد و /یا واکنشگرها

۳-۳-۱ مخلوط کمک ذوب

۱۰۰g سدیم کربنات بدون آب را با ۵۰g سدیم تترابورات (از قبل مشتعل شده تا تولید کف متوقف شده باشد) و ۰/۵g پتاسیم نیترات مخلوط کرده و کاملاً در یک هاون فولادی سخت یا کوراندومی خرد کنید.

۳-۳-۲ آمونیوم مولیبدات، محلول با غلظت ۵۰g/l

محلول را در ظرف نگه‌دارنده پلی اتیلنی نگه دارید. در صورت نیاز، واکنشگر باید از قبل تبلور مجدد یافته باشد. برای این منظور ۲۵۰g واکنشگر را به درون بشر ۶۰۰ml انتقال داده و در ۴۰۰ml آب در حالی که در دمای ۷۰°C تا ۸۰°C حرارت داده می‌شود حل کنید. محلول را از میان کاغذ صافی با بافت بسته صاف کرده و ۳۰۰ml اتانول (m/m) ۹۶٪ در حالی که مخلوط می‌کنید افزوده و اجازه دهید برای یک ساعت تا انعقاد رسوبات، ساکن بماند.

رسوب را با مکش روی کاغذ صافی با بافت متوسط صاف کرده و دو بار یا سه بار با اتانول شسته و در هوا خشک کنید.

۳-۳-۳ هیدروکلریک اسید، با جرم حجمی ۱/۱۹ g/ml رقیق شده به نسبت ۱:۳

۳-۳-۴ مخلوط اسیدها

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

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

۰/۱۰۷۰g سیلیسیم دی اکسید در دمای ۱۰۰۰°C تا ۱۱۰۰°C تا رسیدن به جرم ثابت درون یک بوته پلاتینی کلسینه کنید. ۲g مخلوط کمک ذوب (بند ۳-۳-۱) افزوده و با یک سیم پلاتینی مخلوط کرده و با یک درپوش پلاتینی بپوشانید و در دمای ۱۰۰۰°C تا ۱۱۰۰°C ذوب کنید. بوته را با مذاب به بشر ۱۰۰۰ml انتقال دهید. مذاب را در ۱۰۰ml تا ۱۵۰ml محلول سدیم کربنات ۱۰g/l در حالی که به آرامی حرارت می‌دهید، حل کنید. محلول را خنک کرده و با محلول سدیم کربنات ۱۰g/l تا حدود حجم ۷۵۰ml رقیق کرده و به یک بالن حجم سنجی تک نشانه ۱۰۰۰ml انتقال داده و با محلول سدیم کربنات ۱۰g/l تا خط نشانه رقیق کرده و مخلوط کنید. محلول را در ظروف پلی اتیلنی نگه‌داری کنید.

۲۵ml از این محلول را به یک بشر ۵۰۰ml توسط پی‌پت منتقل کرده و با آب تا حجم ۳۵۰ml تا ۴۰۰ml رقیق کنید. محلول را تا رسیدن به pH برابر ۱/۵ تا ۱/۷ توسط کنترل با pH متر با محلول هیدروکلریک اسید، اسیدی کنید. محلول را به یک بالن حجم سنجی ۵۰۰ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید.

۱ ml از این محلول شامل ۰/۰۰۵۰mg سیلیسیم می‌باشد.

۴-۳ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر استفاده می‌شوند.

۳-۴-۱ بوتله پلاتینی، با در پوش پلاتینی و سیم پلاتینی

۳-۴-۲ طیف سنج، با انتخابگر تابشی برای انحرافات پیوسته

۳-۴-۳ طیف سنج، با انتخابگر تابشی برای انحرافات غیر پیوسته

۳-۴-۴ pH متر

۳-۵ روش انجام آزمون

۳-۵-۱ آزمون

۰/۱g از نمونه آزمون را وزن کنید.

۳-۵-۲ آزمون شاهد

آزمون شاهد را در تمام مراحل تجزیه انجام دهید.

۳-۵-۳ تخریب آزمون

آزمون (بند ۳-۵-۱) را به بوتله پلاتینی (بند ۳-۴-۱) منتقل کرده و ۲g مخلوط کمک ذوب (بند ۳-۳-۱) افزوده و با سیم پلاتینی (بند ۳-۴-۱) مخلوط کنید. بوتله را با درپوش پلاتینی (بند ۳-۴-۱) پوشانده و در دمای 1000°C تا 1100°C ذوب کنید. بوتله حاوی مذاب را خنک کرده و به درون بشر فلورو پلاستیکی ۲۵۰ml انتقال دهید. مذاب را در حالی که گرم می‌کنید به آرامی در ۷۰ml تا ۸۰ml آب حل کنید (در صورت لزوم محلول را صاف کنید). محلول را خنک کرده و با هیدروکلریک اسید (بند ۳-۳-۳) اسیدی کنید تا pH به وسیله pH متر (بند ۳-۴-۴) در مقدار ۱/۵ تا ۱/۷ تنظیم شود. محلول را به بالن حجم سنجی ۱۰۰ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید.

۳-۵-۴ آماده سازی محلول آزمون

قسمت‌های مناسب از محلول را که حجم آن، به مقدار سیلیسیم مورد انتظار نمونه بستگی دارد، توسط پی پت درون دو بالن حجم سنجی ۱۰۰ml منتقل کنید (به جدول ۱ مراجعه کنید). ۱/۵ml هیدروکلریک اسید (بند ۳-۳-۳) و ۶۰ml تا ۶۵ml آب به هر بالن اضافه کنید. ۵ml محلول آمونیوم مولیبدات (بند ۳-۳-۲) به یکی از بالن‌ها افزوده مخلوط کنید و اجازه دهید محلول‌ها برای ۱۰ دقیقه ساکن بماند.

۵ml مخلوط اسیدها (بند ۳-۳-۴) به هر دو بالن افزوده، با آب تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید، اجازه دهید برای ۱۵ دقیقه بماند.

جدول ۱- حجم قسمت‌های برداشته شده بر اساس مقدار سیلیسیم مورد انتظار

قسمت برداشته شده ml	مقدار سیلیسیم مورد انتظار (m/m)%
۱۰	۰/۲۵-۰/۰۵
۵	۰/۲۵-۰/۰۵

۳-۶ اندازه‌گیری طیف سنجی

جذب هر محلول را با استفاده از طیف سنج (بند ۳-۴-۲) در طول موج 810 nm یا طیف سنج (بند ۳-۴-۳) در طول موج 620 nm تا 640 nm در سل‌های 20 mm تا 50 mm در مقابل محلول‌هایی که محلول آمونیوم مولیبدات به آن‌ها اضافه نشده است، به عنوان مرجع اندازه‌گیری کنید.

۳-۷ آماده سازی منحنی کالیبراسیون

به هر کدام از سری‌های شش تایی بالن‌های حجم سنجی 100 ml ، با استفاده از بورت 0.1 ml ، 2.0 ml ، 4.0 ml ، 6.0 ml ، 8.0 ml و 10.0 ml محلول سیلیسیم استاندارد (بند ۳-۳-۵) اضافه کنید که معادل با 0.1 mg ، 0.2 mg ، 0.4 mg ، 0.6 mg ، 0.8 mg و 1.0 mg سیلیسیم می‌باشد. 1.5 ml هیدروکلریک اسید (بند ۳-۳-۳)، 60 ml تا 65 ml آب و 5 ml محلول آمونیوم مولیبدات (بند ۳-۳-۲) افزوده، مخلوط و اجازه دهید برای ۱۰ دقیقه ساکن بماند. سپس 5 ml مخلوط اسیدها (بند ۳-۳-۴) افزوده با آب تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید. اجازه دهید محلول برای ۱۵ دقیقه ساکن بماند.

جذب هر محلول را مطابق بند ۳-۶ با استفاده از محلول جبران کننده به عنوان مرجع اندازه‌گیری کنید. منحنی کالیبراسیون را با رسم مقادیر جذب در مقابل مقدار سیلیسیم اسمی رسم کنید.

۳-۸ بیان نتایج

۳-۸-۱ محاسبه

جذب قرائت شده برای محلول آزمون را با استفاده از منحنی کالیبراسیون (بند ۳-۷) به مقدار سیلیسیم تبدیل کنید و جذب قرائت شده برای نمونه شاهد را کم کنید. مقدار سیلیسیم (Si)، بر حسب درصد جرمی به وسیله رابطه زیر به دست می‌آید.

$$\frac{m_1 \times 100}{m_2 \times 1000} \times K = \frac{m_1}{m_2 \times 10} \times K \quad (1)$$

که در آن :

- m_1 جرم سیلیسیم در قسمتی از محلول آزمون به دست آمده از منحنی کالیبراسیون بر حسب گرم؛
- m_2 جرم نمونه مربوط به قسمتی از محلول آزمون بر حسب گرم؛
- K ضریب تبدیل برای مقدار سیلیسیم بر اساس خشک می‌باشد.

۳-۸-۲ رواداری قابل قبول برای نتایج اندازه‌گیری‌های تکراری

رواداری قابل قبول برای نتایج اندازه‌گیری‌های تکراری در جدول ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲- رواداری‌های قابل قبول برای نتایج اندازه‌گیری‌های تکراری

مقدار سیلیسیم (m/m)%	رواداری مجاز (m/m)%
۰٫۲۵ - ۰٫۰۵	۰٫۰۲
۰٫۵ - ۰٫۲۵	۰٫۰۵

۴ روش ب- روش وزن سنجی برای مقادیر سیلیسیم از ۰٫۵٪ تا ۱۵٪ (جرمی /جرمی)

۱-۴ اصول آزمون

آزمونه به وسیله روش ۱ یا روش ۲ تخریب می‌شود.

روش ۱: آزمونه به وسیله ذوب با سدیم پراکسید و سپس واکنش با هیدروکلریک اسید و پرکلریک اسید تخریب می‌شود.

روش ۲: آزمونه به وسیله واکنش با نیتریک اسید و پرکلریک اسید تخریب می‌شود. سیلیسیک اسید با افزودن پرکلریک اسید و ظاهرشدن دود، جدا شده و صاف می‌شود. باقی‌مانده را سوزانده و وزن کنید. باقی‌مانده سوزانده شده را با هیدروفلوئوریک اسید و سولفوریک اسید واکنش داده، سوزانده و مجدداً وزن کنید.

۲-۴ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۲-۴ سدیم پراکسید

هشدار- هنگام ذوب سدیم پراکسید از عینک ایمنی استفاده کرده و آن را دور از رطوبت نگهداری کنید. برای اجتناب از خطرات انفجار احتمالی، از تماس آن با مواد آلی جلوگیری کنید.

۲-۲-۴ سدیم کربنات، بدون آب

۳-۲-۴ سولفوریک اسید، با جرم حجمی g/ml ۱٫۸۴، رقیق شده به نسبت ۱:۱

۴-۲-۴ پرکلریک اسید، با جرم حجمی g/ml ۱٫۵۰

هشدار- در صورت تنفس، بلعیدن و تماس با پوست احتمال مسمومیت وجود دارد. در زیر هود با کارایی مناسب و دور از شعله نگه داری کنید. از تنفس بخارات و تماس با چشم، پوست و لباس اجتناب کنید.

۵-۲-۴ هیدروکلریک اسید، با جرم حجمی g/ml ۱٫۱۹

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

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

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

۹-۲-۴ هیدروفلوئوریک اسید، با جرم حجمی g/ml ۱٫۱۳، محلول ۴۰٪ (جرمی/جرمی)

۴-۲-۱۰ نیتریک اسید، با جرم حجمی ۱,۴ g/ml

۴-۳ وسایل

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی از وسایل زیر استفاده کنید.

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

۴-۳-۲ بوتله پلاتینی

۴-۳-۳ کوره مافل، قادر به تامین دمای 1000°C تا 1100°C

۴-۴ روش انجام آزمون

۴-۴-۱ آزمون

جرمی از آزمون را بر اساس مقدار سیلیسیم مورد انتظار از جدول ۳ وزن کنید.

جدول ۳- جرم آزمون برداشته شده بر اساس مقدار سیلیسیم مورد انتظار

جرم آزمون g	مقدار سیلیسیم مورد انتظار (m/m)%
۱,۰	۰,۵- ۲,۵
۰,۵	۲,۵- ۱۵,۰

۴-۴-۲ آزمون شاهد

آزمون شاهد را با پیروی از تمام مراحل تجزیه انجام دهید.

۴-۴-۳ تخریب آزمون

اگر تخریب آزمون بر اساس روش ۱ باشد مطابق دستور کار بند ۴-۳-۱ و اگر تخریب آزمون بر اساس روش ۲ باشد مطابق دستور کار بند ۴-۳-۲ عمل کنید.

۴-۳-۱ آزمون (بند ۴-۱) را در بوتله آهنی یا نیکلی (بند ۴-۱) قرار داده و ۸g تا ۱۰g سدیم پر اکسید (بند ۴-۲) اضافه کنید.

محتوای بوتله را به وسیله میله نیکلی (بند ۴-۱) مخلوط کرده و با یک لایه از سدیم پر اکسید (بند ۴-۲) (۱g تا ۲g) بپوشانید و در دمای 800°C تا 850°C ذوب کنید. به طور مرتب محتوای بوتله را به وسیله چرخاندن، مخلوط کنید.

بوتله را خنک کرده و آن را درون بشر فلوروپلاستیکی ۵۰۰ml قرار داده و روی آن را با شیشه ساعت پلی اتیلنی بپوشانید. مذاب را با ۱۵۰ml تا ۲۰۰ml آب بشویید. شیشه ساعت و بوتله را با آب گرم بشویید و بوتله را از بشر خارج کنید. با دقت هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲) به محتوای بشر افزوده تا آهن هیدروکسیدها حل شود. محلول را درون بشر شیشه‌ای ۶۰۰ml منتقل کرده و ۶۰ml پر کلریک اسید (بند ۴-۲) افزوده و

مخلوط کنید و حرارت دهید تا دوده‌های سفید پر کلریک اسید ظاهر شود. برای باقی ماندن در این مرحله و تا شروع تبلور نمک‌ها، حرارت دادن را ادامه دهید.

محلول را خنک کرده و با دقت روی دیواره‌های داخلی بشر ۳۰ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۷) بریزید سپس ۱۵۰ ml تا ۲۰۰ ml آب اضافه کرده و حرارت دهید تا نمک‌ها حل شود.

رسوب را روی کاغذ صافی با بافت بسته حاوی مقدار کمی خمیر کاغذ بدون خاکستر جمع آوری کنید. بشر را با هیدروکلریک اسید داغ (بند ۴-۲-۸) با استفاده از میله شیشه‌ای سر لاستیکی برای جدا کردن همه ذرات سیلیسیک اسید چسبیده بشوید. باقی‌مانده را ۱۰ بار تا ۱۲ بار با هیدروکلریک اسید داغ (بند ۴-۲-۸) و سپس دو بار یا سه بار با آب داغ بشوید. محلول صاف شده و حاصل از شستشو را درون بشر ۶۰۰ ml جمع آوری کرده و باقی‌مانده را روی کاغذ صافی نگه دارید. ۱۰ ml پر کلریک اسید (بند ۴-۲-۴) به محلول صاف شده افزوده و تبخیر کنید تا بخارات سفید پر کلریک اسید ظاهر شود. حرارت دادن را در این مرحله تا شروع تبلور نمک‌ها ادامه دهید. محلول را خنک کرده و ۴۰ ml تا ۵۰ ml آب داغ اضافه کرده و مخلوط کنید. حرارت دهید تا نمک‌ها حل شود. باقی‌مانده را صاف کرده و صافی را مانند قبل بشوید.

باقی‌مانده به دست آمده را با باقی‌مانده اصلی سیلیسیک اسید مخلوط کنید. کاغذهای صافی را همراه با باقی‌مانده‌ها نگه دارید و مطابق بند ۴-۴-۴ ادامه دهید.

۴-۳-۴-۲ آزمون بند (۴-۴-۱) را در بشر ۲۵۰ ml قرارداده و با ۵ ml آب مرطوب کنید. ۵۰ ml تا ۷۰ ml پر کلریک اسید (بند ۴-۲-۴) و ۵ ml نیتریک اسید (بند ۴-۲-۱۰) اضافه کنید. بشر را با شیشه ساعت پوشانده و حرارت دهید تا بخارات سفید پر کلریک اسید ظاهر شود و حرارت دادن را ادامه دهید تا کروم اکسید شود.

یادآوری- به دلیل مواد خطرناک آزاد شده هنگام حرارت دادن نمک‌های پرکلرات توصیه می‌شود تبخیر به صورت کامل تا خشک شدن انجام نشود.

شیشه ساعت را برداشته و با دقت و به صورت قطره قطره هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۵) در طول دیواره‌های بشر اضافه کنید تا بخارات قهوه‌ای کرومیل کلرید متوقف شده و کروم به حالت سه ظرفیتی احیا شود. شیشه ساعت را مجدداً روی بشر قرار داده و حرارت دادن را ادامه دهید تا کرم به‌طور کامل اکسید شود. تقطیر کرومیل کلرید را تا زمانی که آزمون به‌طور کامل تجزیه شود ادامه دهید. شیشه ساعت را مجدداً روی بشر قرار داده و تا زمانی که فضای درون بشر شفاف شود، حرارت دهید. این مرحله را تا زمانی که قسمت اعظم پر کلریک اسید تبخیر شود حفظ کنید، اما از تبخیر تا خشک شدن اجتناب کنید.

هشدار- هنگام کار با کرومیل کلرید از مسمومیت توسط تنفس کردن، بلعیدن، یا تماس با پوست اجتناب کنید. در زیر هود با کارایی مناسب و دور از شعله کار کنید. از تنفس بخارات و تماس با پوست، چشم و لباس اجتناب کنید.

اجازه دهید بشر خنک شده و ۵۰ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۶) بیافزایید. بشر را تکان داده و به آرامی حرارت دهید تا نمک‌های قابل حل، حل شوند. حدود ۵۰ ml آب داغ افزوده و به هم بزنید. رسوب را روی کاغذ صافی با بافت بسته حاوی مقدار کمی خمیر کاغذ بدون خاکستر جمع آوری کنید. بشر را با هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۸) داغ با استفاده از میله شیشه‌ای سرلاستیکی برای حذف همه ذرات

سیلیسیک اسید چسبیده بشوید. باقی‌مانده را با هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۸) داغ تا عاری شدن از نمک‌های آهن و در نهایت دو بار یا سه بار با آب داغ بشوید. محلول حاصل از شستشو و محلول صاف شده را دور بریزید.

باقی‌مانده را با کاغذ صافی در بوته پلاتینی (بند ۴-۳-۲) قرار دهید و خشک کنید. کاغذ صافی را تبدیل به خاکستر کرده و در دمای 750°C تا 800°C مشتعل کنید. اجازه دهید بوته خنک شده و 2g تا 3g سدیم کربنات (بند ۴-۲-۲) افزوده و با یک اسپاتول مخلوط کرده و در دمای 900°C تا 1000°C تا ذوب کامل مشتعل کنید.

اجازه دهید بوته خنک شده و سپس آن را در بشر اصلی قرار دهید. بشر را با شیشه ساعت بپوشانید. 50ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۶) افزوده و به آرامی حرارت دهید تا مذاب حل شود. بوته را با آب بشوید و از بشر خارج کنید.

30ml پرکلریک اسید (بند ۴-۲-۴) افزوده و به طور جزئی در پوش بشر را برداشته و حرارت دهید تا بخارات سفید متراکم پر کلریک اسید ظاهر شود.

بشر را کاملاً بپوشانید و حرارت دادن را ادامه دهید تا محیط بشر شفاف شود. این مرحله را تا این که بیشتر پر کلریک اسید تبخیر شود ادامه دهید اما از تبخیر شدن تا خشک شدن اجتناب کنید.

اجازه دهید بشر خنک شده و 50ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۶) اضافه کنید. بشر را تکان داده و به آرامی حرارت دهید تا نمک‌های حل شدنی، حل شوند. سپس دیواره‌های بشر را شسته و با حدود 100ml آب داغ رقیق کنید.

محلول را از میان کاغذ صافی با بافت بسته حاوی مقدار کمی خمیر کاغذ بدون خاکستر صاف کنید. بشر را با هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۸) داغ با استفاده از میله شیشه‌ای سر لاستیکی برای جدا کردن همه ذرات سیلیسیک اسید چسبیده بشوید. باقی‌مانده را ۱۰ بار تا ۱۲ بار با هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۸) داغ و سپس دو بار یا سه بار با آب داغ بشوید. کاغذ صافی و باقی‌مانده را نگه دارید و مطابق بند ۴-۴-۴ ادامه دهید.

۴-۴-۴ عملیات روی باقی‌مانده

باقی‌مانده (بند ۴-۴-۳) را همراه با کاغذ صافی در بوته پلاتینی قرار داده و خشک کنید. کاغذ را تبدیل به خاکستر کرده و در کوره مافل (بند ۴-۳-۱) در دمای 1000°C تا 1100°C تا رسیدن به جرم ثابت مشتعل کنید.

اجازه دهید در دسیکاتور خنک شده و وزن کنید.

باقی‌مانده را با چند قطره سولفوریک اسید (بند ۴-۲-۳) مرطوب کرده و سه قطره تا پنج قطره محلول هیدروفلوئوریک اسید (بند ۴-۲-۹) بیفزایید.

به آرامی حرارت داده تا سیلیسیک اسید و سولفوریک اسید حذف شود. در نهایت بوته را برای ۱۵ دقیقه در کوره مافل در دمای 1000°C تا 1100°C مشتعل کنید.

اجازه دهید در دسیکاتور خنک شده و وزن کنید. عملیات را با سولفوریک اسید و هیدروفلوئوریک اسید تا رسیدن به جرم ثابت تکرار کنید.

۵-۴ بیان نتایج

۴-۵-۱ محاسبه

مقدار سیلیسیم، w ، بر حسب درصد جرمی، با استفاده از معادله ۱ محاسبه می شود.

$$w = \frac{[(m_1 - m_2) - (m'_1 - m'_2)]}{m_0} \times 0.4674 \times 100 \times K \quad (1)$$

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

که در آن:

m_0 جرم نمونه بر حسب گرم؛

m_1 جرم بوته پلاتینی حاوی سیلیکا خام بر حسب گرم؛

m_2 جرم بوته پلاتینی حاوی ناخالصی بر حسب گرم؛

m'_1 جرم بوته پلاتینی حاوی سیلیکا خام در آزمون شاهد بر حسب گرم؛

m'_2 جرم بوته پلاتینی حاوی ناخالصی در آزمون شاهد بر حسب گرم؛

K ضریب تبدیل برای مقدار سیلیسیم بر پایه ماده خشک است.

۴-۵-۲ رواداری های مجاز برای نتایج اندازه گیری های تکراری

رواداری قابل قبول برای نتایج اندازه گیری های تکراری در جدول ۴ نشان داده شده است.

جدول ۴- رواداری قابل قبول برای نتایج اندازه گیری های تکراری

مقدار سیلیسیم (m/m)%	رواداری مجاز (m/m)%
۰٫۵- ۱٫۰	۰٫۰۸
۱٫۰-۲٫۰	۰٫۱۰
۲٫۰-۴٫۰	۰٫۱۵
۴٫۰- ۸٫۰	۰٫۲۰
۸٫۰- ۱۵٫۰	۰٫۲۵