



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۹۹۷

چاپ اول

بهمن ۱۳۹۲

INSO

16997

1st. Edition

Jan.2013

کانه‌های آلومینیوم - تعیین مقدار سیلیسیم
کل - روش ترکیبی طیف‌سنجی نوری و
وزن‌سنجی - روش آزمون

**Aluminium ores - Determination of Total
Silicon Content - Combined Gravimetric
and Spectrophotometric Method-
Test 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 آلومینیوم - تعیین مقدار سیلیسیم کل - روش ترکیبی طیف‌سنجی نوری و وزن‌سنجی - روش آزمون »

رئیس:

احمدی، حاجی رضا
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بی سخن، محمد رضا
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

بیگلری، حسن
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

عباسی رزگله، محمد حسین
(مهندسی مواد و سرامیک)

شمس الدین سعید، علی
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

صنعتگر، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

قربی، معصومه
(کارشناس زمین شناسی)

محمدپور، عزت
(کارشناس زمین شناسی)

سمت و / یا نمایندگی

پژوهشگاه استاندارد

شرکت رویان پژوهان سینا

شرکت سیمان اکباتان

پژوهشگاه استاندارد

اداره کل استاندارد استان همدان

سازمان ملی استاندارد ایران

کارخانه کک‌سازی و پالایش قطران زرنند کرمان

دانشگاه آزاد اسلامی واحد لنگرود

شرکت سپید ماسه همدان

سازمان نظام مهندسی معدن استان همدان

اداره کل استاندارد استان همدان

محمدی، رضا
(کارشناس ارشد زمین شناسی)

اداره کل استاندارد استان همدان

مehجوب، کتایون
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک استان همدان

نجفی، امیر
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

دانشگاه بوعلی سینا همدان

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۵ وسایل
۴	۶ نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه‌ها
۴	۷ روش انجام آزمون
۸	۸ بیان نتایج
۱۰	۹ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد «کانه‌های آلومینیوم- تعیین مقدار سیلیسیم کل- روش ترکیبی طیف‌سنجی نوری و وزن‌سنجی- روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت رویان پژوهان سینا تهیه و تدوین شده و در یکصد و هشتاد و هفتمین اجلاس هیئت کمیته ملی استاندارد مواد معدنی مورخ ۱۳۹۲/۹/۲۶ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

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

کانه‌های آلومینیوم - تعیین مقدار سیلیسیم کل - روش ترکیبی طیف‌سنجی نوری و وزن‌سنجی - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه یک روش ترکیبی مبتنی بر وزن‌سنجی و روش طیف‌سنجی نوری برای تعیین مقدار سیلیسیم کل در کانه‌های آلومینیوم است. این استاندارد برای کانه‌های حاوی ۱٪ (جرمی / جرمی) و ۲۵٪ (جرمی / جرمی) سیلیسیم دی‌اکسید 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 موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۸۵۳۴: کانه‌های آلومینیوم - اندازه‌گیری مقدار تیتانیوم - روش طیف‌سنجی با استفاده از ۴ و ۴ دی‌آنتی پرپل متان - روش آزمون

2-2 ISO 5725, Precision of test methods - Determination of repeatability and reproducibility by in tra-labora tory tests

۳ اصول آزمون

تجزیه آزمونه به‌وسیله‌ی یکی از روش‌های زیر انجام می‌شود:

۱-۳ عمل‌آوری با مخلوط هیدروکلریک اسید، نیتریک اسید و سولفوریک اسید.

یادآوری- این روش برای کانه‌های گیبسیت^۱ و/ یا بوهمیت^۲ و هنگامی که باقی‌مانده‌ی انحلال آزمونه پس از تبخیر سیلیسیم کمتر از ۱٪ جرم آزمونه باشد، پیشنهاد می‌شود.

۲-۳ کلوخه‌سازی با سدیم پروکسید، به دنبال آن ذوب مختصر و انحلال ماده ذوب شده با سولفوریک اسید.

1- Gibbsite
2- Boehmite

یادآوری- این روش برای کانه‌های حاوی دیاسپور^۱ و هنگامی که باقی‌مانده پس از تبخیر سیلیسیم برای تجزیه اسیدی، بیش از ۱٪ جرم آزمونه باشد، پیشنهاد می‌شود، یا

۳-۳ روش ذوب ارایه شده در این بند و زیر بند ۷-۵-۱-۳ استاندارد بند ۲-۱.

در طی آزمون، آب‌زدایی سیلیسیم، انحلال نمک‌ها، صاف کردن و مشتعل نمودن سیلیسیم ناخالص و عمل-آوری با هیدروفلوریک اسید و سولفوریک اسید انجام می‌شود. باقی‌مانده با گدازآور سدیم کربنات/سدیم تترابورات ذوب می‌شود و ماده ذوب شده با سولفوریک اسید حل و به محلول اصلی اضافه می‌شود. جهت عدم بسپار^۲ شدن سیلیسیم در محلول، عمل‌آوری حجم برداشتی از محلول اصلی با سدیم هیدروکسید اضافی و حرارت‌دهی انجام می‌شود. محلول با سولفوریک اسید، اسیدی شده و pH آن تا ۱/۴۰ تنظیم می‌شود و به دنبال آن آمونیوم مولیبدات اضافه می‌شود. تخریب مولیبدو فسفریک اسید و مولیبدو آرسنیک اسید با سولفوریک اسید بیشتر، انجام می‌شود.

β -مولیبدو سیلیسیک اسید به کمپلکس آبی کاهش می‌یابد و جذب آن در طول موج ۸۱۰ nm اندازه‌گیری می‌شود.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

در طی تجزیه، فقط از واکنشگرهایی با درجه خلوص تجزیه‌ای و آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۱-۴ سدیم پراکسید

یادآوری- حفاظت سدیم پراکسید در برابر رطوبت توصیه می‌شود و استفاده از آن به یکباره جهت آغاز کلوخه شدن، توصیه نمی‌شود.

۲-۴ گدازآور سدیم کربنات/سدیم تترابورات

سه قسمت جرمی سدیم کربنات بدون آب و یک قسمت جرمی گدازآور سدیم تترابورات بدون آب را مخلوط کنید.

۳-۴ هیدروفلوریک اسید، ۴۰٪ (جرمی/جرمی)، $\rho = 1,13 \text{ g/ml}$.

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

۵-۴ سولفوریک اسید $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ ، رقیق شده به نسبت ۳+۱.

۴-۶ سولفوریک اسید $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ ، رقیق شده به نسبت ۹+۱.

۷-۴ سولفوریک اسید $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ ، رقیق شده به نسبت ۳۹+۱.

1- diaspore

2- Depolymerize

۸-۴ مخلوط اسیدی

درون بشر یک لیتری، ۲۲۵ ml آب ریخته و به دقت با مخلوط کردن، ۱۷۵ ml سولفوریک اسید (g/ml) را اضافه کنید، تا دمای اتاق خنک کنید و سپس ۱۵۰ ml هیدروکلریک اسید ($\rho=1.17$ g/ml) و ۵۰ ml نیتریک اسید ($\rho=1.42$ g/ml) را اضافه کنید و سپس مخلوط کنید. این محلول را به صورت تازه برای هر مجموعه‌ی تعیین، آماده کنید. محلول استفاده نشده را دور بریزید.

۹-۴ آسکوربیک اسید، محلول ۵۰ g/l

مقدار ۵ g آسکوربیک اسید را در ۱۰۰ ml آب حل کنید. این محلول را به صورت روزانه آماده کنید.

۱۰-۴ آمونیوم مولیبدات، محلول ۱۰۰ g/l

مقدار ۱۰۰ g آمونیوم مولیبدات تتراهیدرات $[(NH_4)_6 MO_7 O_{24} \cdot 4H_2O]$ را در یک لیتر آب حل کنید. محلول را هنگام شروع به رسوب کردن، دور بریزید.

۱۱-۴ سدیم هیدروکسید، محلول ۱۶۰ g/l

مقدار ۱۶۰ g سدیم هیدروکسید را در یک لیتر آب و در یک بشر پلاستیکی حل کنید. این محلول را در یک بطری پلاستیکی نگهداری کنید.

۱۲-۴ سیلیسیم، محلول استاندارد مطابق با ۴۰۰ mg SiO_2 در هر لیتر

سیلیسیم خالص را در دمای $1000^\circ C$ به مدت یک ساعت مشتعل کنید و در یک خشکانه خنک کنید. با دقت ۰.۰۰۱ g، مقدار ۰.۴ g سیلیسیم مشتعل شده را در یک بوتله پلاتینی وزن کنید. ۴ g سدیم کربنات بدون آب را اضافه کنید و به‌طور کامل با استفاده از یک قاشق فلزی مخلوط کنید و با دقت به مدت ۱۰ دقیقه در $1000^\circ C$ ذوب کنید. سپس خنک و به یک بشر پلاستیکی ۴۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. ۲۰۰ ml آب داغ را افزوده و تا انحلال کامل ماده ذوب شده هم بزنید. خنک کنید و این محلول را به صورت کمی به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. تا خط نشانه رقیق و به‌طور کامل مخلوط کنید. بلافاصله این محلول را به یک بطری پلاستیکی منتقل کنید.

۱۳-۴ سیلیسیم، محلول استاندارد مطابق با ۴ mg SiO_2 در لیتر

با استفاده از پیت، ۱۰ ml محلول استاندارد سیلیسیم (بند ۴-۱۲) را به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید و تا خط نشانه به‌طور کامل مخلوط و رقیق کنید. این محلول را بلافاصله قبل از استفاده آماده کنید.

۱۴-۴ محلول شاهد واسنجی

محلول شاهد واسنجی را به ترتیب از مراحل ۴-۱۲ و ۴-۱۳ اما با حذف سیلیسیم آماده کنید.

۱۵-۴ فنول فتالئین، محلول شناساگر

مقدار ۰.۵ g فنول فتالئین را در ۵۰ ml اتانول حل کنید و تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید.

۵ وسایل

وسایل معمولی آزمایشگاه به همراه وسایل زیر:

- ۱-۵ بوته پلاتینی، با ظرفیت تقریبی ۳۰ ml، همراه با درپوش.
- ۲-۵ پیپت‌ها، کلاس A با ظرفیت ۵ ml، ۱۰ ml، ۱۵ ml، ۲۰ ml و ۲۵ ml.
- ۳-۵ بشرهای پلاستیکی، با ظرفیت تقریبی ۱۵۰ ml.
- ۴-۵ کوره مافلی آزمایشگاهی، با قابلیت نگهداری دما در 480°C تا 1100°C .
- ۵-۵ بوته زیرکونیم، با ظرفیت تقریبی ۴۰ ml.
- ۶-۵ pH متر.
- ۷-۵ طیف‌سنج نوری، برای اندازه‌گیری جذب در طول موج ۸۱۰ nm.
- ۸-۵ خشکانه، حاوی فسفر (V) اکسید به عنوان خشک کننده.

۶ نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه‌ها

نمونه‌های آزمایشگاهی گرفته شده را آسیاب کنید و از الک آزمون $150\text{ }\mu\text{m}$ عبور دهید.

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ تعداد تعیین

تجزیه را به صورت تکراری و مستقل بر روی هر نمونه کانه انجام دهید.

یادآوری- بیان «مستقلانه» به تغییر شخصی انجام دهنده تجزیه دلالت دارد. اگر شخص یکسان تجزیه را انجام می‌دهد، روش آزمون را باید در زمان‌های مختلف انجام دهد.

۲-۷ آزمون

با دقت 0.01 g ، در حدود 1 g نمونه آزمون وزن کنید و این جرم را به عنوان m_1 ثبت کنید.

۳-۷ آزمون شاهد

به موازات تجزیه آزمون، محلول آزمون شاهد را مطابق با روش تجزیه، اما با حذف آزمون آماده کنید. هنگامی که تجزیه بر روی چندین نمونه در یک زمان یکسان انجام می‌شود، مقدار شاهد به وسیله‌ی یک آزمون بیان می‌شود، مشروط بر آن که روش آزمون و واکنشگرهای استفاده شده یکسان باشند.

۴-۷ آزمون کنترل

در هر اجرا، یک تجزیه از مواد مرجع گواهی شده از نوع یکسان کانه باید به موازات و تحت شرایط یکسان با تجزیه یک نمونه‌ی کانه انجام شود.

یادآوری- توصیه می‌شود مواد مرجع گواهی‌دار از نوع یکسان، مشابه با نمونه تجزیه شده باشند. اگر ویژگی‌های نمونه مورد تجزیه از مواد مرجع گواهی شده به میزانی اختلاف داشته باشند که روش آزمون باید تغییر کند، چنین مواد مرجع گواهی‌داری را نمی‌توان از نوع یکسان در نظر گرفت.

۵-۷ تعیین وزن سنجی سیلیسیم

۱-۵-۷ تجزیه آزمونه

اگر تجزیه براساس حمله اسیدی می‌باشد، مطابق با بند ۱-۵-۷ اقدام کنید. در صورتی که تجزیه براساس کلوخه‌سازی قلیایی می‌باشد، مطابق با بند ۲-۱-۵-۷ اقدام کنید.

۱-۵-۷ تجزیه اسیدی

آزمونه (بند ۲-۷) را به یک بشر ۴۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. آزمونه را با آب مرطوب کنید و ۶۰ ml مخلوط اسیدی (بند ۴-۸)، مخلوط آماده شده به صورت تازه، را اضافه کنید. بشر را بپوشانید و در دمای 80°C جهت تجزیه نمونه حرارت دهید.

یادآوری- با نمونه‌هایی با مقدار آهن بالا (Fe_2O_3 (جرمی / جرمی) $> 15\%$) انجام حرارت‌دهی ابتدایی برای یک مدت طولانی توصیه می‌شود.

هنگام متوقف شدن بخارهای قهوه‌ای، به دقت پوشش و دیواره‌های بشر را آبکشی کنید. محلول بدون پوشش را تا ایجاد بخارهای چگال سولفوریک اسید، تبخیر کنید. درپوش را تعویض کنید و به شدت به مدت ۶۰ دقیقه بر روی صفحه داغ با دمای تنظیم شده $(210 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ حرارت دهید.

یادآوری- تنظیمات دمایی را با استفاده از بشر آزمون جدا، حاوی دماسنج غوطه‌ور در عمق ۱۰ میلی‌لیتری سولفوریک اسید، تعیین کنید.

۲-۱-۵-۷ تجزیه کلوخه‌سازی قلیایی

آزمونه (بند ۲-۷) را به بوتله زیرکونیومی خشک (بند ۵-۵) منتقل کنید. ۱۰ g سدیم پراکسید (بند ۴-۱) را افزوده و با استفاده از یک قاشق فلزی خشک مخلوط کنید. بوتله و محتویات آن را در یک کوره مافلی قرار دهید و در دمای 480°C تا 500°C به مدت ۴۵ دقیقه نگهداری کنید. بوتله و محتویات آن را از کوره برداشته و بر روی شعله تا ذوب شدن کلوخه (در حدود ۳۰ ثانیه) حرارت دهید. به صورت پیوسته و با چرخش ماده ذوب شده برای زمان کل ۲ دقیقه حرارت دهید.

اجازه دهید بوتله تا دمای اتاق خنک شود (یک قالب فلزی برای سرعت بخشیدن به این فرایند استفاده می‌شود) و بوتله را در یک بشر ۴۰۰ میلی‌لیتری قرار دهید. سپس بپوشانید و با احتیاط در عقب بوتله، ۱۴۰ ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۶) را اضافه کنید. ۲۰ ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۴) را اضافه کنید و با شستشوی محتویات بوتله، هضم کنید. بوتله را هنگامی که محتویات آن به صورت کامل شستشو داده می‌شود، بردارید و به خوبی در داخل محلول بشر آبکشی کنید. به دقت پوشش و دیواره‌های بشر را آبکشی کنید. محلول بدون پوشش را تا ایجاد بخارهای چگال سولفوریک اسید، تبخیر کنید. پوشش را تعویض کنید و به شدت به مدت ۶۰ دقیقه بر روی صفحه داغ تنظیم شده در دمای $(210 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ حرارت دهید.

۷-۵-۲ انحلال و صاف کردن

محلول حاصل از بند ۷-۵-۱ یا ۷-۵-۲ را تا دمای اتاق خنک کنید. با احتیاط ۱۳۰ ml آب را اضافه کنید و تا دمای 80°C تا 90°C برای حداقل ۴۰ دقیقه با هم زدن و تا کامل شدن انحلال نمک‌ها، حرارت دهید. در حالی که محلول داغ می‌باشد، با استفاده از یک کاغذ صافی بافت متوسط، صاف کنید. مایع زیر صافی را در یک بالن حجمی ۲۵۰ میلی‌لیتری جمع‌آوری کنید. بشر را با آب و با استفاده از یک میله شیشه‌ای نوک پلاستیکی آبکشی کنید. بشر را تمیز کنید و باقی‌مانده را به صورت کمی به کاغذ منتقل کنید. کاغذ و باقی‌مانده را ۵ مرتبه با ۵ ml تا ۱۰ ml آب داغ شستشو دهید. مایع زیر صافی و شستشوها را برای استفاده در بند ۷-۵-۴ نگهداری کنید. کاغذ صافی حاوی سیلیس ناخالص را نگه داشته و مطابق با بند ۷-۵-۳ ادامه دهید.

یادآوری- برای مقادیر سیلیس بالا، افزایش حجم محلول شستشو ضروری می‌باشد.

۷-۵-۳ عمل‌آوری سیلیسیم ناخالص

کاغذ حاوی سیلیسیم ناخالص را به بوته پلاتینی وزن خالص از قبل مشتعل شده (بند ۷-۵-۱) منتقل کنید. سپس خشک و به آرامی بسوزانید. با افزایش دما به 600°C تا 700°C به صورت کامل به خاکستر تبدیل کنید.

بوته را بیوشانید و در کوره مافلی (بند ۷-۵-۴) مشتعل کنید. در $(1075 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ به مدت ۳۰ دقیقه نگهداری کنید و اجازه دهید تا در هوا به مدت ۱ دقیقه تا ۲ دقیقه خنک شود. سپس در دسیکاتور (بند ۷-۵-۸) قرار داده و اجازه دهید تا دمای اتاق خنک شود و پس از آن وزن کنید.

یادآوری- زمان مجاز برای سرمایش در حدود ۱۰ دقیقه است.

مراحل اشتعال، سرمایش و توزین را تا ثابت شدن جرم در حدود 0.1005 g ، تکرار کنید. جرم بوته و محتویات آن را به عنوان m_2 ثبت کنید. قطره‌قطره آب را به باقی‌مانده در بوته، تامادامی که به صورت کامل مرطوب شود، اضافه کنید. ۸ قطره محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۴) و سپس ۵ ml هیدروفلوریک اسید (بند ۴-۳) را اضافه کنید. با احتیاط حرارت دهید و تا مادامی که بخارهای سفید چگال بیرون آمده متوقف شوند، تبخیر کنید. به آرامی بر روی شعله‌ی کم حرارت دهید و سپس بوته را بیوشانید و در یک کوره مافلی (بند ۷-۵-۴) نگهداری شده در دمای $(1075 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ به مدت (2 ± 15) دقیقه مشتعل کنید. اجازه دهید تا در هوا به مدت یک دقیقه تا ۲ دقیقه خنک شود. در خشکانه قرار دهید و اجازه دهید تا در دمای اتاق خنک شود و سپس وزن کنید.

مراحل عمل‌آوری اسیدی، بخار کردن و اشتعال را تا ثابت شدن جرم در حدود 0.1005 g ، تکرار کنید. جرم بوته و محتویات آن را به عنوان m_3 ثبت کنید.

یادآوری- هنگامی که تجزیه اسیدی استفاده می‌شود، اگر باقی‌مانده جرم‌ها در مقدار بزرگ‌تر از 0.1 g بیش از جرم بوته ثابت شوند، جایگزینی تجزیه کلوهای توصیه می‌شود.

۴-۵-۷ عمل آوری باقی مانده

به باقی مانده‌ی حاصل از بند ۳-۵-۷، مقدار $g (0.7 \pm 0.1)$ ، گداز آور سدیم کربنات/ سدیم تترابورات (بند ۴-۲) را اضافه کنید. در دمای بالاتر از $100^{\circ}C$ به مدت حدود ۴ دقیقه تا ۵ دقیقه در کوره مافلی (بند ۵-۴) ذوب کنید. بوته را برداشته و ماده ذوب شده را بچرخانید، سپس بوته را به کوره به مدت ۱ دقیقه تا ۲ دقیقه برگردانید. اجازه دهید بوته خنک شود، ۱۰ ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۶) را اضافه کنید و تا انحلال جرم ذوب شده گرم کنید. به محلول ذخیره شده (بند ۷-۵-۲) در یک بالن حجمی ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و بوته را با آب آبکشی کنید و به محلول ذخیره شده منتقل کنید. تا دمای اتاق خنک کنید و با آب تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید. این محلول، محلول آزمون می باشد.

۶-۷ تعیین طیف سنجی نوری سیلیس باقی مانده

به غیر از موارد مشخص شده، مراحل زیر را بر روی دو مرحله آزمون و محلول آزمون شاهد انجام دهید: با استفاده از پیپت (بند ۲-۵)، مقدار ۱۰ ml حجم برداشتی از هر محلول را به یک بشر پلاستیکی (بند ۳-۵) منتقل کنید. یک قطره محلول فنول فتالین (بند ۴-۱۵) را اضافه کنید و با محلول سدیم هیدروکسید (بند ۴-۱۱) خنثی کنید. ۲ ml بیشتر را اضافه کنید و تا حجم ۲۵ ml رقیق کنید.

بر روی حمام آب در دمای $70^{\circ}C$ به مدت ۱۵ دقیقه حرارت دهید و سپس خنک کنید. محلول را با محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۶) خنثی کنید. ۷ ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۷) را اضافه کنید و تا حجم ۵۰ ml رقیق کنید. کنترل کنید که $pH \pm 0.1/4$ باشد. در غیر این صورت، با محلول سدیم هیدروکسید یا محلول سولفوریک اسید تنظیم کنید. از این مرحله تا ظهور رنگ، دمای محلول را در گستره‌ی $15^{\circ}C$ تا $25^{\circ}C$ نگاهداری کنید.

مقدار ۲ ml محلول آمونیوم مولیبدات (بند ۴-۱۰) را به هر محلول اضافه کنید. به صورت کامل مخلوط کنید و اجازه دهید به مدت ۱۰ دقیقه باقی بماند.

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

مقدار ۵ ml محلول آسکوربیک اسید (بند ۴-۹) را به هر محلول اضافه کنید و به صورت جداگانه به بالن های حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید. بشرها را چند مرتبه با مقدار کمی آب، آبکشی کنید و شستشوها را به هر بالن اضافه کنید. بلافاصله تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید. اجازه دهید تا ظهور رنگ برای یک ساعت باقی بمانند.

جذب محلول ها را در طول موج ۸۱۰ nm و با استفاده از آب به عنوان محلول مرجع اندازه گیری کنید. آن ها را به عنوان، T، جذب محلول آزمون و B، جذب محلول آزمون شاهد ثبت کنید. جذب معادل با سیلیس در محلول را به عنوان $A=T-B$ محاسبه و ثبت کنید.

۷-۷ واسنجی

در ۶ بشر پلاستیکی (بند ۳-۵) مقدار ۱۵۰ ml مجزا، به ترتیب حجم های برداشتی ۰ ml، ۵ ml، ۱۰ ml، ۱۵ ml، ۲۰ ml و ۲۵ ml، از محلول استاندارد سیلیسیم (بند ۴-۱۳) را مطابق با جدول ۱ منتقل کنید. در

داخل ۶ بشر یکسان، به ترتیب ۲۵ ml، ۲۰ ml، ۱۵ ml، ۱۰ ml، ۵ ml و ۰ ml حجم‌های برداشتی از محلول شاهد واسنجی (بند ۴-۱۴) را مطابق با جدول ۱ اضافه کنید.

جدول ۱- محلول‌های واسنجی

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

هر محلول استاندارد را مطابق با روش مشخص شده در بند ۷-۶ برای حجم‌های برداشتی آزمون، عمل‌آوری کنید. جذب محلول‌ها را با استفاده از آب به عنوان مرجع، اندازه‌گیری کنید و آن‌ها را به عنوان A_5 ، A_0 ، A_{10} ، A_{15} ، A_{20} ، A_{25} ثبت کنید.

نمودار واسنجی را به وسیله جذب در برابر جرم سیلیس، آماده کنید.

سیلیسیم	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

۸-۱ محاسبه مقدار سیلیسیم کل

مقدار سیلیس را بر حسب درصد جرمی نمونه آزمون و با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید.

٪ باقی‌مانده سیلیسیم (جرمی / جرمی) + ٪ سیلیسیم وزنی (جرمی / جرمی) = ٪ سیلیسیم کل (جرمی / جرمی)

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

که در آن:

- m_1 جرم نمونه گرفته شده، بر حسب گرم؛
 m_2 جرم بوته و محتویات پس از اشتعال (بند ۷-۵-۳)، بر حسب گرم؛
 m_3 جرم بوته و محتویات پس از عمل آوری با هیدروفلوریک اسید (بند ۷-۵-۳)، بر حسب گرم؛
 m_{2b} جرم بوته و محتویات پس از اشتعال برای تعیین شاهد، بر حسب گرم؛
 m_{3b} جرم بوته و محتویات پس از عمل آوری با هیدروفلوریک اسید برای تعیین شاهد، بر حسب گرم؛
 m_{SiO_2} جرم سیلیس به دست آمده از نمودار واسنجی، بر حسب میکروگرم.

۸-۲ عمل آوری کلی نتایج

۸-۲-۱ دقت

دقت این روش آزمون، در یک برنامه آزمون بین آزمایشگاهی تعیین و بر حسب تکرار پذیری، تجزیه پذیری و شاخص تجدیدپذیری در جدول ۲ بیان شده است.

جدول ۱- داده دقت برای تعیین های سیلیسیم

نمونه	مقدار SiO_2 میانگین % (جرمی / جرمی)	اجزاء انحراف استاندارد r	شاخص تجدیدپذیری 2s
MT/1212	۱٫۵۳	۰٫۰۳۵	۰٫۱۶
MT/1212	۲٫۵۷	۰٫۰۳۴	۰٫۰۸۵
MT/1212	۵٫۰۴	۰٫۰۴۵	۰٫۱۷
MT/1212	۲۱٫۵۹	۰٫۰۵۹	۰٫۳۹

که در آن:

r تکرار پذیری؛

R تجدیدپذیری.

۸-۲-۲ قابلیت پذیرش مقادیر تجزیه ای (به استاندارد بند ۲-۲ مراجعه کنید)

مقدار تجزیه ای برای نمونه آزمون باید هنگامی که مقدار تجزیه ای به دست آمده برای مواد مرجع گواهی دار مشابه، در توافق با مقدار گواهی شده در حد شاخص تجدیدپذیری در جدول ۲ باشد و هنگامی که اختلاف بین دو مقدار برای نمونه آزمون بیش از ۲٫۷۷ r نباشد (به عنوان محاسبه شده از مقدار مناسب r که در جدول ۲ ارائه شده است) پذیرفته شود.

هنگامی که مقدار تجزیه ای به دست آمده برای مواد مرجع گواهی شده خارج از شاخص تکرارپذیری باشد، تجزیه را به صورت همزمان با یک نمونه ی آزمون و مواد مرجع گواهی شده و با یک آزمون شاهد انجام دهید. مقدار تجزیه ای به دست آمده برای مواد مرجع گواهی شده جهت پذیرش مقدار برای نمونه آزمون (مطابق با روش بالا) باید آزمون شود. اگر مقدار به دست آمده برای مواد مرجع گواهی شده مجدد خارج از حدود باشد، روش آزمون باید با مواد مرجع گواهی شده یکسان کانه تا مادامی که دو مقدار قابل پذیرش برای نمونه آزمون به دست آید، تکرار شوند.

هنگامی که گستره (اختلاف مطلق) دو مقدار برای نمونه آزمون بیش از ۲٫۷۷ r باشد، تجزیه‌های اضافی را باید بر روی یک نمونه آزمون با یک آزمون شاهد به صورت هم‌زمان با تجزیه مواد مرجع گواهی شده نوع یکسان کانه انجام دهید. پذیرش چنین مقادیر اضافی برای نمونه‌ی آزمون در هر مورد با قابلیت پذیرش مقدار به دست آمده برای مواد مرجع گواهی شده باید کنترل شود.

۸-۲-۳ محاسبه نتیجه نهایی

نتیجه نهایی، میانگین حسابی مقادیر تجزیه‌ای قابل پذیرش محاسبه شده تا ۴ رقم اعشار و گرد شده تا دومین رقم اعشار به شرح زیر است:

الف- هنگامی که سومین رقم اعشار کمتر از ۵ باشد، این رقم را حذف کرده و دومین رقم اعشار را بدون تغییر حفظ کنید.

ب- هنگامی که سومین رقم اعشار ۵ باشد و رقمی به غیر از صفر در چهارمین رقم اعشار موجود باشد یا هنگامی که سومین رقم اعشار بزرگ‌تر از ۵ باشد، به دومین رقم اعشار، یک واحد اضافه کنید.

پ- هنگامی که سومین رقم اعشار ۵ باشد و رقمی به غیر از صفر در چهارمین رقم اعشار موجود نباشد، ۵ را حذف کنید و دومین رقم اعشار را بدون تغییر حفظ کنید. در صورتی که ۰، ۲، ۴، ۶ یا ۸ باشد، یک واحد به آن اضافه کنید، که در این صورت ۱، ۳، ۵، ۷ یا ۹ می‌شود.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل دارای اطلاعات زیر باشد:

۱-۹ ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

۲-۹ جزئیات لازم برای شناسایی نمونه؛

۳-۹ نتایج تجزیه؛

۴-۹ عدد ارجاع نتیجه؛

۵-۹ هر گونه انحراف از روش آزمون که ممکن است بر نتایج تاثیرگذار باشد.