



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۰۰۵

چاپ اول

بهمن ۱۳۹۲

INSO

17005

1st.Edition

Jan.2013

چرم - تعیین مقدار سیلیس کل - روش
اسپکترومتری مولیبدوسیلیکات کاهش یافته

**Leather - Determination of total silicon
content - Reduced molybdosilicate
spectrometric method**

ICS: 59.140.30

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 استانداردهای 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، 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) و 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

«چرم - تعیین مقدار سیلیس کل - روش اسپکترومتری مولیبدوسیلیکات کاهش یافته»

رئیس:

زرگر، بهروز
(دکترای شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

دانشیار دانشگاه شهیدچمران اهواز

دبیر:

زرگر، مینا
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اعرابی، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

باغبانی، شکوفه
(لیسانس شیمی)

سرپرست کنترل کیفیت شرکت چرم ایران

بقالیان نژاد، رضا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت معیارسنجش سینا

پوررشنو، ساناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

چراغی، حسین
(فوق لیسانس مهندسی مواد)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

حامدیان، مولود
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

کارشناس شرکت معیارسنجش سینا

حقیقی زاده، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس سازمان ملی استاندارد

سمسارها، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

رئیس اداره اوزان اداره کل استاندارد استان
قزوین

عقیلی، میترا
(لیسانس مهندسی نساجی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی‌نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر فنی شرکت پارس لیان اروند

کریمی چشمه‌علی، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

مکوندی، علی
(لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت بهین آزمون اروند

نظامی، راضیه
(لیسانس شیمی کاربردی)

پیش گفتار

استاندارد " چرم- تعیین مقدار سیلیس کل- روش اسپکترومتری مولیبدوسیلیکات کاهش یافته" که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در هشتاد و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد چرم، پوست و پایپوش مورخ ۱۳۹۲/۷/۱۰ 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 می شود .

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

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

ISO 5400:1984, Leather - Determination of total silicon content -- Reduced molybdosilicate spectrometric method

چرم - تعیین مقدار سیلیس کل - روش اسپکترومتری مولیبدوسیلیکات کاهش یافته

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اسپکترومتری مولیبدوسیلیکات کاهش یافته برای اندازه‌گیری مقدار سیلیس کل در چرم می‌باشد.

تعیین ماهیت شیمیایی ترکیبات سیلیس موجود در چرم امکان پذیر نبوده و نتایج بر حسب SiO_2 بیان می‌شوند. سیلان‌های آلی^۱ که در چرم وجود دارند ممکن است با این روش اندازه‌گیری شوند. سیلان‌های آلی تقریباً به طور کمی به وسیله تترا هیدروفوران یا دی کلرومتان از چرم استخراج می‌شوند و این اساس روش اندازه‌گیری آن‌ها می‌باشد. در صورتی که چرم مشکوک به حضور سیلان‌های آلی باشد ابتدا با دی کلرو متان استخراج می‌شود تا تخمینی با قابلیت اعتماد بیشتر برای ترکیبات حاوی سیلیس معدنی به دست آید.

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 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:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۵۶۵۷، پی پیت های زینه شده آزمایشگاهی - الزامات عمومی
 - ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۵۶۵۷، پی پیت های زینه شده آزمایشگاهی - بدون زمان انتظار
 - ۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰، شیشه آلات آزمایشگاهی - بالن های حجم سنجی با یک خط نشانه
- ویژگیها

- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۸۸۰۳، چرم - تهیه نمونه جهت آزمونهای شیمیایی
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۶۲۳، چرم - آزمونهای شیمیایی، فیزیکی، مکانیکی و ثبات رنگ - تعیین محل نمونه برداری

2-6 ISO 2588, Sampling- Number of items for a gross sample

۳ اصول آزمون

آزمونه در یک بمب پار^۱ تحت شرایط قلیایی برای تخریب مواد آلی، اکسید شده و مواد معدنی حل می‌شوند. کمپلکس مولیبدوسیلیکات تشکیل شده و اندازه‌گیری اسپکترومتری در طول موج ۶۳۰ nm انجام می‌شود.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

در هنگام تجزیه فقط از واکنشگرهای تجزیه‌ای شناخته شده با خلوص تجزیه‌ای و فقط آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۴-۱ سولفوریک اسید غلیظ، جرم حجمی $1/83 \text{ g/ml}$ در دمای 20°C ، رقیق شده به نسبت ۱:۱ با آب

۴-۲ سولفوریک اسید، محلول استاندارد با غلظت 0.5 mol/l

۴-۳ گلیسرول

۴-۴ محلول سدیم سولفات، با غلظت 100 g/l

۴-۵ محلول آمونیوم مولیبدات، با غلظت 100 g/l حاوی 2 ml آمونیوم هیدروکسید با جرم حجمی

0.880 g/ml در هر 100 ml محلول

۴-۶ محلول قلع (II) کلرید، دو آبه با غلظت 10 g/l

10 g قلع کلرید ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) را در 12 ml هیدروکلریک اسید گرم با جرم حجمی $1/19 \text{ g/ml}$ و 5 ml

آب حل کرده و سپس تا حجم 1000 ml رقیق کنید.

محلول را به صورت تازه تهیه کنید.

۴-۷ مخلوط ذوب، شامل

100 g سدیم پروکسید؛

10 g پتاسیم نترات؛

3 g ساکارز پودر شده.

۵ وسایل

از وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر استفاده کنید.

۵-۱ بمب پار، با ظرفیت 22 ml

۵-۲ بشر، با ظرفیت 250 ml

۵-۳ بالن حجم سنجی تک نشانه، با ظرفیت 100 ml و 500 ml مطابق با استاندارد ملی ایران شماره

۷۵۲۰

1 - Parr bomb

۴-۵ پی‌پت، مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۵۶۵۷-۱ و ۵۶۵۷-۲

۵-۵ ترازوی تجزیه‌ای، با درستی g ۰/۰۰۱

۶-۵ اسپکترومتر یا جذب سنج فتوالکتریک

۷-۵ pH متر، همراه با الکترودهای شیشه‌ای و مرجع

۶ نمونه‌برداری

۱-۶ تکه‌های کامل چرم

در صورت عدم وجود هر توافق در روش نمونه‌برداری بین طرفین ذی‌نفع، از روش مشخص شده در استاندارد ISO 2588 برای نمونه‌برداری از یک بهر استفاده کنید.

نمونه‌ها را از تکه‌های چرم مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۹۶۲۳ بردارید.

۲-۶ کاربردهای دیگر

نمونه‌برداری را مطابق نیازمندی‌های مربوط به ویژگی‌ها یا توافق طرفین انجام دهید.

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ نمونه آزمون را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۸۸۰۳، تهیه کنید.

۲-۷ ۶ g مخلوط ذوب (بند ۴-۷) را به همراه حدود ۰/۵ نمونه وزن شده با درستی g ۰/۰۰۱ در بمب پار (بند ۵-۱) قرار دهید. آزمون را با حدود ۰/۵ ml گلیسرول (بند ۴-۳) مرطوب کرده و با g ۲۰ مخلوط ذوب (بند ۴-۷) بیوشانید. بمب را درزگیری کنید و آن را در لوله محافظ قرار داده و زیر آن را با یک شعله گاز کوچک به مدت ۲۰ دقیقه گرم کنید. سپس اجازه دهید خنک شود.

بمب را باز کرده و آن را در بشر (بند ۵-۲) قرار داده و درپوش را با آب بشویید و آب حاصل از شستشو را در بشر جمع‌آوری کنید. به اندازه کافی آب برای حل کردن محتویات بمب افزوده، آن را جدا کرده و درون بشر بشویید. بشر را به حمام بخار منتقل کرده و اجازه دهید به مدت دو ساعت یا تا تخریب هیدروژن پرکسید بماند. اجازه دهید خنک شود و با افزودن مقادیر خیلی کم سولفوریک اسید (بند ۴-۱) آن را خنثی کنید. محلول را به طور کمی به یک بالن حجم سنجی (بند ۵-۳) ۵۰۰ ml منتقل کرده و با آب برای به دست آوردن محلول آزمون تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید.

حجم مشخصی از محلول آزمون، V، شامل mg ۰/۰۵ تا mg ۰/۲ از سیلیسیوم دی‌اکسید (معمولاً ۱۰ ml) را با ۴۰ ml آب رقیق کرده و با محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۲) تا رسیدن به pH برابر ۱/۸ اسیدی کنید. محلول را به طور کمی به یک بالن حجم سنجی ۱۰۰ ml (بند ۵-۳) منتقل کرده و ۱۰ ml محلول آمونیوم مولیبدات (بند ۴-۵) افزوده و اجازه دهید به مدت ۳۰ دقیقه بماند. ۱۰ ml محلول سولفوریک اسید (بند ۴-۴)

۱) و ۱۰ ml محلول قلع (II) کلرید (بند ۴-۶) افزوده و با آب تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید. بگذارید به مدت ۳۰ دقیقه بماند.

رنگ آبی را با استفاده از اسپکترومتر یا جذب سنج فوتوالکتریک (بند ۵-۶) در طول موج ۶۳۰ nm اندازه‌گیری کنید. رنگ به مدت حداکثر یک ساعت پایدار است.

۳-۷ منحنی کالیبراسیون را با ذوب کردن ۰٫۱ g سیلیکای خالص وزن شده با تقریب ۰٫۰۰۱ g به همراه سدیم کربنات و به حجم رساندن محلول، آماده کنید. رنگ را در قسمتی از محلول مطابق بند ۷-۲ اندازه‌گیری کنید.

۸ بیان نتایج

۸-۱ محاسبه

مقدار سیلیس کل، بیان شده بر حسب درصد جرمی بر پایه SiO_2 را با استفاده از فرمول ۱ محاسبه کنید.

$$\frac{m_1}{m_0} \times \frac{50}{V} \quad (1)$$

که در آن:

m_0 جرم نمونه بر حسب گرم؛

m_1 جرم SiO_2 در قسمتی از محلول آزمون برداشته شده برای اندازه‌گیری بر حسب گرم؛

V حجم محلول آزمون برداشته شده برای اندازه‌گیری بر حسب میلی‌متر؛

50 ضریب برای محاسبه رقت استفاده شده در روش انجام آزمون.

۸-۲ تکرار پذیری

نتایج دو اندازه‌گیری انجام شده توسط کاربر یکسان در یک آزمایشگاه نباید بیش از ۰٫۲٪ مقدار محاسبه شده روی جرم اولیه چرم اختلاف داشته باشد.

۸-۳ تجدید پذیری

نتایج دو اندازه‌گیری انجام شده توسط کاربران متفاوت در آزمایشگاه‌های متفاوت روی نمونه یکسان نباید بیش از ۰٫۵٪ مقدار محاسبه شده روی جرم اولیه چرم اختلاف داشته باشد.

یادآوری ۱- باقی‌مانده غیر محلول اسیدی حاصل از جداسازی زیرکونیم برای تجزیه به وسیله هیدروفلوریک اسید می‌تواند در مرحله ذوب برای چرم جایگزین شود. در صورت استفاده، توصیه می‌شود در گزارش آزمون بیان شود.

یادآوری ۲- در صورت استفاده از بمب Wurzschmit به جای بمب بار، اندازه نمونه و محلول تهیه شده آزمون متناسب با آن باید کاهش یابد.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل آگاهی‌های زیر باشد.

۱-۹ روش آزمون طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۰۰۵ .

۲-۹ تمام اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه.

۳-۹ نتایج به دست آمده روی نمونه دریافت شده و در صورت نیاز بر اساس مقدار رطوبت استاندارد .

۴-۹ هر اتفاق غیر عادی یادداشت شده در طول آزمون.

۵-۹ هر عملیاتی که در این استاندارد بیان نشده یا هر عمل اختیاری که ممکن است روی نتایج تاثیر داشته باشد.

۶-۹ تاریخ انجام آزمون.

۱-۹ نام و نام خانوادگی و امضای آزمون کننده.