



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۸۰۷-۲

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

18807-2

1st.Edition

2015

روش‌های آزمون سیمان - قسمت ۲:
تجزیه شیمیایی سیمان به روش تر

*Methods of testing cement- Part 2:
Chemical analysis of cement by wet method*

ICS: 91.100.10

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 یکاه، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گران بها 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

«روش‌های آزمون سیمان - قسمت ۲: تجزیه شیمیایی سیمان به روش تر»

رئیس:

تدین، محسن

(دکترای مهندسی عمران)

سمت و/یا نمایندگی

انجمن بتن ایران

دبیر:

مجتبوی، سید علیرضا

(کارشناس مهندسی مواد-سرامیک)

سازمان ملی استاندارد ایران

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدنژاد، سلیم

(کارشناس ارشد مهندس شیمی)

شرکت سیمان هرمزگان

اسگرو، آرزو

(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت سیمان سامان غرب

ایزد پناه، عبدالرحیم

(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

شرکت سیمان تهران

بیژنی، کورش

(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت سیمان هرمزگان

پیرهادی ده‌علیخانی، بهمن

(کارشناس ارشد شیمی)

مجمع تولیدی، تحقیقاتی و

آزمایشگاهی پاکدشت بتن

جعفری، یحیی

(کارشناس مهندسی شیمی)

شرکت سیمان ابیک

جلالی، محمد

(کارشناس شیمی)

شرکت مهندسی و تحقیقات غدیر

شرکت سیمان هگمتان	جهانگیریان، مهدی (کارشناس مدیریت)
شرکت بتن البرز	حسینی مقدم، علیرضا (کارشناس ارشد مهندسی معدن)
شرکت سیمان سپاهان	خانی، هوشنگ (کارشناس ارشد مهندسی شیمی)
شرکت سیمان شرق	رحمانی، مزدک (کارشناس مهندسی مواد - سرامیک)
مجتمع تولیدی، تحقیقاتی و آزمایشگاهی پاکدشت بتن	رحمتی، علیرضا (کارشناس ارشد مهندسی عمران)
شرکت سیمان هرمزگان	زارعی، حسن (کارشناس شیمی)
انجمن صنفی کارفرمایان سیمان	سازور، رسول (کارشناس شیمی)
پژوهشگاه استاندارد	سامانیان، حمید (کارشناس ارشد مهندسی مواد - سرامیک)
مجتمع تولیدی، تحقیقاتی و آزمایشگاهی پاکدشت بتن	سلامی، الهام (کارشناس ارشد مهندسی صنایع)
شرکت مهندسی و تحقیقات غدیر	شایسته نام، محمد (کارشناس ارشد شیمی)
شرکت سیمان بجنورد	شمشیر گران، بیتا (کارشناس ارشد شیمی کاربردی)
سازمان ملی استاندارد ایران	عباسی رزگله، محمد حسین (کارشناس مهندسی مواد - سرامیک)

شرکت سیمان داراب	عفیف، شیرین (کارشناس شیمی)
شرکت سیمان بجنورد	عقیقی، ناصر (کارشناس مهندسی شیمی)
شرکت سیمان دشتستان	قاسمی، جواد (کارشناس صنایع شیمیایی)
شرکت سیمان هرمزگان	گل بهاری، محمود (کارشناس مهندسی شیمی)
شرکت سیمان بجنورد	لطفی، مجید (کارشناس ارشد مهندسی شیمی)
شرکت سیمان آبیک	محمودی، سعید (کارشناس مهندسی معدن)
شرکت سیمان کردستان	محمدی مقدم، ابراهیم (کارشناس ارشد مهندسی مواد)
مجتمع تولیدی، تحقیقاتی و آزمایشگاهی پاکدشت بتن	ملک شاهی، ایمان (کارشناس مهندسی عمران)
شرکت سیمان اردستان	موسوی، سید حسن (کارشناس ارشد سیستم بهره‌وری)

فهرست مندرجات

عنوان	صفحه
آشنایی با سازمان ملی استاندارد	ب
کمیسیون فنی تدوین استاندارد	ج
پیش‌گفتار	ز
مقدمه	ح
۱ هدف و دامنه کاربرد	۱
۲ مراجع الزامی	۱
۳ الزامات عمومی آزمون	۱
۱-۳ تعداد آزمون‌ها	۲
۲-۳ تکرار پذیری و تجدید پذیری	۲
۳-۳ بیان جرم‌ها، حجم‌ها، عوامل و نتایج	۲
۴ تجزیه شیمی‌تر	۲
۱-۴ کلیات	۲
۲-۴ واکنشگرها	۴
۳-۴ دستگاه‌ها	۱۹
۴-۴ روش تجزیه	۲۴
۵-۴ اندازه‌گیری عناصر اصلی	۳۱

پیش‌گفتار

استاندارد «روش‌های آزمون سیمان - قسمت ۲: تجزیه شیمیایی سیمان به روش تر» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در پانصد و شصت و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی ساختمان و مصالح و فراورده‌های ساختمانی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۳ 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 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 مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

EN 196-2: 2013, Methods of testing cement - Part 2: Chemical analysis of cement

مقدمه

این استاندارد یکی از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۱۸۸۰۷ است.

روش‌های آزمون سیمان - قسمت ۲: تجزیه شیمیایی سیمان به روش تر

۱ هدف و دامنه کاربرد

- ۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش‌های تجزیه شیمیایی سیمان به روش تر است.
- ۱-۲ این استاندارد روش‌های مرجع، و در موارد خاص روش جایگزین که معادل آن نیز می‌توان در نظر گرفت، را تشریح می‌کند در صورت بروز اختلاف، فقط روش‌های مرجع استفاده می‌شود.
- ۱-۳ برای تجزیه شیمیایی سیمان از هر روش دیگری به شرط واسنجی با روش مرجع می‌توان استفاده کرد.
- ۱-۴ این استاندارد روش‌هایی را که اصولاً برای تجزیه شیمیایی سیمان به کار می‌رود، شرح می‌دهد، اما این روش‌ها می‌توانند برای اجزای تشکیل دهنده آن نیز به کار رود.
- ۱-۵ این استاندارد برای مواد دیگر در صورت ارجاع استاندارد ویژگی‌ها، به این استاندارد کاربرد دارد.
- هشدار ۱-** این استاندارد تمام موارد ایمنی مربوط به کاربرد این روش را بیان نمی‌کند. بنابراین وظیفه کاربر این استاندارد است که موارد ایمنی و اصول بهداشتی را رعایت کرده، قبل از استفاده محدودیت‌های اجرایی آن را مشخص کند.
- هشدار ۲-** کاربر این استاندارد قبل از استفاده از مواد شیمیایی مندرج در این استاندارد، باید دستورالعمل‌های ایمنی کار با مواد شیمیایی (MSDS)^۱ را تهیه کرده و اقدامات ایمنی مربوط را مطابق با آن انجام دهد.

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 ۷-۱۸۸۰۷، روش‌های آزمون سیمان-قسمت ۷: روش‌های نمونه‌گیری و آماده‌سازی نمونه‌های سیمان

2-2 ISO 385, Laboratory glassware - Burettes

2-3 ISO 835, Laboratory glassware - Graduated pipettes

2-4 ISO Guide 30, Terms and definitions used in connection with reference materials

2-5 ISO Guide 31, Reference materials - Contents of certificates and labels

۳ الزامات عمومی آزمون

۳-۱ تعداد آزمون‌ها

تجزیه یک نمونه سیمان به اندازه‌گیری یا تعیین تعدادی از خصوصیات شیمیایی آن نیازمند است. برای هر اندازه‌گیری یک یا تعداد بیش‌تری آزمون، باید انجام داد که تعداد اندازه‌گیری‌ها در بند مرتبط این استاندارد مشخص شده است.

هنگامی که تجزیه‌ها مربوط به یک سری از مباحث کنترل آماری می‌باشد، نیاز است هر خصوصیت شیمیایی حداقل توسط یک آزمون انجام شود.

هنگامی که تجزیه، قسمتی از یک سری از مباحث کنترل آماری نیست، برای تعیین هر خصوصیت شیمیایی باید دو بار آزمون انجام شود (بند ۳-۳ و ۵-۸ را ببینید).

در مواردی که اختلاف وجود دارد، تعداد اندازه‌گیری آزمون‌ها، باید دو بار باشد (بند ۳-۳ را ببینید).

۳-۲ تکرارپذیری و تجدیدپذیری

تکرار پذیری - دقت تحت شرایط تکرار، زمانی که در آن نتایج آزمون مستقل با یک روش و مواد یکسان، در همان آزمایشگاه و با همان تجهیزات و توسط یک آزمون‌گر در فاصله زمانی کوتاهی به‌دست آمده، می‌باشد.

تجدیدپذیری - دقت تحت شرایط مجدد که در آن نتایج آزمون با یک روش و مواد یکسان در آزمایشگاه‌های متفاوت، توسط آزمون‌گرها و تجهیزات متفاوت به‌دست آمده، می‌باشد.

تکرارپذیری و تجدیدپذیری در این استاندارد تحت عنوان انحراف استاندارد تکرار پذیری و انحراف استاندارد تجدید پذیری بیان شده است، نظیر درصد مطلق، گرم و ... مطابق با خصوصیت آزمون شده.

۳-۳ بیان جرم‌ها، حجم‌ها، عوامل و نتایج

جرم را بر حسب گرم و با تقریب ۰/۰۰۰۱ گرم و حجم بورت‌ها بر حسب میلی‌لیتر و با تقریب ۰/۰۵ میلی‌لیتر بیان کنید.

عوامل محلول‌ها که از میانگین سه اندازه‌گیری به‌دست آمده باشد، تا سه رقم اعشار بیان کنید.

به‌طور کلی نتایج به‌دست آمده از یک بار آزمون را بر حسب درصد، تا دو رقم اعشار بیان کنید.

هنگامی که نتایج از دو آزمون به‌دست آمده، میانگین نتایج را بر حسب درصد با دو رقم اعشار بیان کنید.

اگر تفاوت دو نتیجه آزمون از دو برابر انحراف استاندارد تکرار پذیری بیش‌تر بود، آزمون را تکرار کنید و میانگین دو نتیجه نزدیک‌تر به هم را گزارش کنید.

نتایج همه آزمون‌های منفرد باید گزارش شود.

۴ تجزیه شیمی تر

۴-۱ کلیات

۴-۱-۱ سوزاندن

سوزاندن به شرح زیر می باشد:

کاغذ صافی و محتویات آن را به بوته ای خالی که قبلاً حرارت داده شده و به وزن ثابت رسیده، قرار دهید. آن را خشک کنید سپس آن را در محیط اکسیدی به منظور جلوگیری از اشتعال فوری بسوزانید. تا زمانی که از سوختن کامل آن مطمئن شوید. بوته و محتویات آن را در دمای معین شده به آرامی بسوزانید، سپس اجازه دهید در خشکانه^۱ تا رسیدن به درجه حرارت آزمایشگاه سرد شود. بوته به همراه محتویات آن را توزین کنید.

۴-۱-۲ تعیین وزن ثابت

وزن ثابت به روش سوزاندن در ۱۵ دقیقه و سرد کردن و توزین متوالی به دست می آید. هنگامی وزن ثابت به دست می آید که تفاوت دو توزین کمتر از ۰٫۰۰۵ گرم باشد.

۴-۱-۳ بررسی حضور یون کلرید (تست نقره نیترات)

بطور کلی پس از پنج تا شش مرتبه شستشوی رسوب، کاغذ صافی و محتویات آن را با چند میلی لیتر آب شستشو داده و در یک لوله آزمایش جمع کنید. به آن چند قطره محلول نقره نیترات (۴-۲-۴۴) اضافه کنید. کدر شدن یا وجود رسوب را در محلول کنترل کنید اگر این دو مورد وجود داشت شستشو با آب را آنقدر تکرار کنید که نتیجه آزمون نقره نیترات منفی شود (رسوب یا کدورت در محلول دیده نشود).

۴-۱-۴ تعیین شاهد

تعیین نمونه شاهد بدون نمونه اصلی با همان روش آزمون و استفاده از مقادیر یکسان واکنشگرها انجام دهید. نتایج بدست آمده از اندازه گیری تجزیه ای را مطابق با آن تصحیح کنید.

۴-۱-۵ آماده سازی آزمونه های سیمان

قبل از انجام تجزیه شیمیایی، نمونه های آزمایشگاهی را مطابق استاندارد ملی ایران به شماره ۷-۱۸۸۰۷ تهیه نموده و برای به دست آوردن یک آزمونه همگن، به ترتیب زیر عمل کنید.

حدود ۱۰۰ گرم از نمونه آزمایشگاهی را با استفاده از مقسم یا روش چهار قسمتی، آماده کنید. این قسمت را از روی الک ۱۵۰ میکرومتر یا ۱۲۰ میکرومتر عبور دهید تا مقدار باقی مانده روی الک ثابت بماند. آهن فلزی مواد باقی مانده روی الک را با استفاده یک آهنربا، حذف کنید (یادآوری ۱ رابینید). سپس قسمت عاری از آهن را

آسیاب کرده تا به طور کامل از الک ۱۵۰ میکرومتر و یا ۱۲۵ میکرومتر عبور کند. نمونه را به یک ظرف خشک، تمیز و هوابندی شده منتقل و به شدت آن را تکان دهید تا کاملاً مخلوط شود.

این عملیات را با بیشترین سرعت ممکن انجام دهید تا اطمینان حاصل شود که آزمونه در حداقل زمان، در معرض هوای محیط قرار گرفته است.

یادآوری ۱- هنگامی که تجزیه‌ها یکی از سری از مباحث کنترل آماری و میزان سطح آهن فلزی که ارتباط ناچیزی با خواص شیمیایی را نشان داده شده است، می‌باشد، بنابراین نیازی به جداسازی آن وجود دارد.

یادآوری ۲- هنگامی که نمونه برای XRF استفاده می‌شود شامل کوارتز می‌باشد، ممکن است به منظور ذوب رضایت‌بخش، نیاز باشد که نمونه آسیاب و از الک ۹۰ میکرومتر عبور داده شود (بند ۵-۶ را ببینید). زمان و دمای مورد نیاز برای رسیدن به ذوب مناسب، به نرمی نمونه بستگی دارد.

یادآوری ۳- هنگامی که از قرص‌های پرس شده در تجزیه XRF استفاده می‌شود، درستی نتایج با بیش‌تر آسیاب کردن نمونه و نرم‌تر شدن آن بهبود می‌یابد.

۲-۴ واکنشگرها

۱-۲-۴ کلیات

فقط از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید. آب مورد استفاده باید آب مقطر یا آب یون‌زدایی شده با هدایت الکتریکی کم‌تر از ۰/۵ میلی‌زیمنس بر متر باشد.

درصد به معنای درصد وزنی است، مگر در مواردی غیر این اعلام شده باشد.

مواد مایع مصرفی باید شامل چگالی (ρ) (بر حسب گرم بر سانتی‌مترمکعب در ۲۰ درجه سلسیوس) به شرح زیر باشند، مگر در مواردی غیر این اعلام شده باشد.

هیدروکلریک اسید	۱/۱۸ تا ۱/۱۹	استیک اسید	۱/۰۵ تا ۱/۰۶
نیتریک اسید	۱/۴۰ تا ۱/۴۲	فسفریک اسید	۱/۷۱ تا ۱/۷۵
پرکلریک اسید	۱/۶۰ تا ۱/۶۷	آمونیم هیدروکسید	۰/۸۸ تا ۰/۹۱

همیشه میزان درجه رقیق سازی محلول‌ها به صورت جمع حجمی نشان داده می‌شود به عنوان مثال: هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۲ (۲+۱) یعنی ۱ حجم هیدرو کلریک اسید با ۲ حجم آب مخلوط شود.

۲-۲-۴ هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl)

۳-۲-۴ هیدروکلریک اسید رقیق (۱+۱)

۴-۲-۴ هیدروکلریک اسید رقیق (۲+۱)

۵-۲-۴ هیدروکلریک اسید رقیق (۳+۱)

۶-۲-۴ هیدروکلریک اسید رقیق (۹+۱)

۷-۲-۴ هیدروکلریک اسید رقیق (۱۱+۱)

- ۸-۲-۴ هیدروکلریک اسید رقیق (۱۹+۱)
- ۹-۲-۴ هیدروکلریک اسید رقیق (۹۹+۱)
- ۱۰-۲-۴ هیدروکلریک اسید رقیق با PH (۰/۵ ± ۱/۶)
- این PH توسط اضافه کردن (۵ تا ۶) قطره هیدروکلریک اسید غلیظ به ۲ لیتر آب تهیه می‌شود. با استفاده از PH متر، PH را کنترل کنید (۳-۴-۱۸-۱). این محلول را در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.
- ۱۱-۲-۴ هیدروفلوئوریک اسید غلیظ (< ۴۰ درصد) (HF)
- ۱۲-۲-۴ هیدروفلوئوریک اسید رقیق (۳+۱)
- ۱۳-۲-۴ نیتریک اسید غلیظ (HNO₃)
- ۱۴-۲-۴ نیتریک اسید رقیق (۲+۱)
- ۱۵-۲-۴ نیتریک اسید رقیق (۱۰۰+۱)
- ۱۶-۲-۴ سولفوریک اسید غلیظ (< ۹۸ درصد) (H₂SO₄)
- ۱۷-۲-۴ سولفوریک اسید رقیق (۱+۱)
- ۱۸-۲-۴ سولفوریک اسید رقیق (۴+۱)
- ۱۹-۲-۴ پرکلریک اسید غلیظ (HClO₄)
- ۲۰-۲-۴ فسفریک اسید غلیظ (H₃PO₄)
- ۲۱-۲-۴ فسفریک اسید رقیق (۱۹+۱)
- این محصول را در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.
- ۲۲-۲-۴ بوریک اسید (H₃BO₃)
- ۲۳-۲-۴ استیک اسید غلیظ (CH₃COOH)
- ۲۴-۲-۴ آمینو استیک اسید (NH₂CH₂COOH)
- ۲۵-۲-۴ کروم فلزی به شکل پودر (Cr)
- ۲۶-۲-۴ آمونیوم هیدروکسید غلیظ (NH₄OH)
- ۲۷-۲-۴ آمونیوم هیدروکسید رقیق (۱+۱)
- ۲۸-۲-۴ آمونیوم هیدروکسید رقیق (۱۰+۱)
- ۲۹-۲-۴ آمونیوم هیدروکسید رقیق (۱۶+۱)
- ۳۰-۲-۴ سدیم هیدروکسید (NaOH)
- ۳۱-۲-۴ محلول سدیم هیدروکسید (۴ مول برلیتر)
- ۱۶۰ گرم سدیم هیدروکسید (۳۰-۲-۴) را در آب حل کنید و به حجم ۱۰۰۰ میلی‌لیتر برسانید. این محلول را در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.
- ۳۲-۲-۴ محلول سدیم هیدروکسید (۲ مول برلیتر)

۸۰ گرم سدیم هیدروکسید (۴-۲-۳۰) را در آب حل کنید و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید. این محلول را در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.

۴-۲-۲۳ آمونیوم کلراید (NH_4Cl)

۴-۲-۳۴ قلع (II) کلرید ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

۴-۲-۳۵ پتاسیم یدات (KIO_3) که در دمای (5 ± 120) درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت، خشک شده

۴-۲-۳۶ پتاسیم پریدات (KIO_4)

۴-۲-۳۷ سدیم پراکسید (Na_2O_2) به شکل پودری.

۴-۲-۳۸ سدیم کلرید (NaCl) که در دمای (5 ± 110) درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت، خشک شده

۴-۲-۳۹ پتاسیم کلرید (KCl) که در دمای (5 ± 110) درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت، خشک شده

۴-۲-۴۰ سدیم کربنات (Na_2CO_3) که در دمای (10 ± 250) درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت، خشک شده

۴-۲-۴۱ مخلوط سدیم کربنات و سدیم کلرید

۷ گرم سدیم کربنات را با ۱ گرم سدیم کلراید مخلوط کنید.

۴-۲-۴۲ محلول باریم کلرید

۱۲۰ گرم باریم کلرید ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کنید و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۴-۲-۴۳ نقره نیترات (AgNO_3) که در دمای (5 ± 150) درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت، خشک شده

۴-۲-۴۴ محلول نقره نیترات

۵ گرم نیترات نقره (AgNO_3) را در آب حل کنید و به آن ۱۰ میلی لیتر نیتریک اسید (HNO_3) اضافه کنید و حجم آن را به ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۴-۲-۴۵ محلول نقره نیترات (0.05 مول بر لیتر)

(0.05 ± 0.0004) گرم نقره نیترات (AgNO_3) را در آب حل کنید و حجم آن را در بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید. سپس آن را در ظروف شیشه‌ای قهوه‌ای نگهداری و از نور محافظت کنید.

۴-۲-۴۶ محلول سدیم کربنات

۵۰ گرم سدیم کربنات بدون آب را، در آب حل کنید و حجم آن را به ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۴-۲-۴۷ محلول پتاسیم هیدروکسید

۵۰ گرم پتاسیم هیدروکسید (KOH) را در آب حل کنید و حجم آن را به ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید. در ظرف پلی اتیلنی نگهداری شود.

۴-۲-۴۸ محلول آمونیاکی روی سولفات

۵۰ گرم روی سولفات ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) را در ۱۵۰ میلی لیتر آب حل کرده و ۳۵۰ میلی لیتر آمونیوم هیدروکسید (۴-۲-۲۶) به آن اضافه کنید. حداقل ۲۴ ساعت آن را نگه دارید و بعد آن را صاف کنید.

۴-۲-۴۹ محلول سرب استات

حدود ۰/۲ گرم سرب استات ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کنید و حجم آن را به ۱۰۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۴-۲-۵۰ محلول نشاسته

به یک گرم نشاسته (قابل حل در آب)، یک گرم پتاسیم یدید (KI) اضافه کنید، آن را در آب حل کنید حجم آن را به ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید. حداکثر تا مدت دو هفته استفاده شود.

۴-۲-۵۱ محلول پلی‌اتیلن اکسید

۰/۲۵ گرم پلی‌اتیلن اکسید $(-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-)_n$ با جرم مولکولی متوسط ۶۰۰۰۰۰ تا ۲۰۰۰۰۰۰ را در ۱۰۰ میلی-لیتر آب حل کنید و به شدت هم بزنید. حداکثر تا مدت دو هفته استفاده شود.

۴-۲-۵۲ محلول اشباع بوریک اسید

حدود ۵۰ گرم بوریک اسید (H_3BO_3) را در آب حل کنید و حجم آن را به ۱۰۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۴-۲-۵۳ محلول سیتریک اسید

۱۰ گرم سیتریک اسید ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کنید و حجم آن را به ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۴-۲-۵۴ کلسیم کربنات، (CaCO_3) که در دمای (20 ± 10) درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت، خشک شده (با درجه خلوص بالای ۹۹/۹ درصد)

۴-۲-۵۵ محلول آمونیم مولیبدات

۱۰ گرم آمونیوم مولیبدات $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ را در آب حل کنید و حجم آن را به ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید. محلول در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید. حداکثر تا یک هفته استفاده شود.

۴-۲-۵۶ محلول مس سولفات

۰/۴۵ گرم مس سولفات ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کنید و حجم آن را در بالن حجمی به ۵۰ میلی‌لیتر برسانید.

۴-۲-۵۷ محلول آمونیوم استات

۲۵۰ گرم آمونیوم استات ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) را در آب حل کنید و حجم آن را به ۱۰۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۴-۲-۵۸ تری اتانول آمین، $\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$ (خلوص ۹۹ درصد) رقیق شده به نسبت ۱ به ۴ (۱+۴) محلول

۴-۲-۵۹ محلول کاهنده^۱

یک گرم از قلع (II) کلرید ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (۴-۲-۳۴) را در آبی که ۱ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۴-۲-۲) به آن شده است، اضافه کنید. حجم آن را ۱۰۰ به میلی‌لیتر برسانید. حداکثر تا یک روز استفاده شود.

۴-۲-۶۰ محلول بافر با $\text{pH}=1/4$

(7.505 ± 0.001) گرم آمینو استیک اسید ($24-2-4$) را با (5.850 ± 0.001) سدیم کلرید در آب حل کنید مخلوط کرده و حجم آن را به ۱۰۰۰ میلی‌لیتر برسانید. سپس ۳۰۰ میلی‌لیتر از این محلول را با هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۹۹ ($99+1$) ($9-2-4$) به حجم ۱۰۰۰ میلی‌لیتر برسانید.

۴-۲-۶۱ محلول استاندارد پتاسیم یدات، حدود 0.0166 مول بر لیتر

(3.6 ± 0.1) گرم پتاسیم یدات (KIO_3) ($4-2-35$) را با دقت 0.005 گرم (m_1) وزن کنید و در یک بالن ۱۰۰۰ میلی‌لیتری بریزید و 0.2 گرم سدیم هیدروکسید ($4-2-9$) و 25 گرم پتاسیم یدید به آن اضافه کنید و در آبی که تازه به خوبی جوشیده و سرد شده حل کنید و به حجم برسانید. فاکتور F پتاسیم یدات محلول از رابطه زیر حساب کنید:

$$F = \frac{m_1}{3.5668} \quad (1)$$

که در آن:

m_1 جرم پتاسیم یدات بر حسب گرم.

۴-۲-۶۲ محلول سدیم تیوسولفات حدود 0.1 مول بر لیتر

۴-۲-۶۲-۱ طرز تهیه

(24.82 ± 0.1) گرم سدیم تیوسولفات ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) را در آب حل کرده به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و به حجم برسانید. قبل از هر سری آزمون، فاکتور f محلول را مطابق با بند ۴-۲-۶۲-۲ تعیین کنید.

۴-۲-۶۲-۲ استاندارد سازی

۴-۲-۶۲-۲-۱ استاندارد سازی با استفاده از محلول استاندارد پتاسیم یدات

این استاندارد سازی ترجیحاً با محلول پتاسیم یدات انجام شود ($4-2-61$). برای این استاندارد سازی توسط پیپت، ۲۰ میلی‌لیتر محلول استاندارد پتاسیم یدات را به یک ارلن ۵۰۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و با حدود ۱۵۰ میلی‌لیتر آب رقیق کنید. با ۲۵ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۱ ($1+1$) آنرا اسیدی نموده و با محلول سدیم تیوسولفات 0.1 مول بر لیتر ($4-2-62-1$)، تیترا کنید تا رنگ زرد کم‌رنگ مشاهده شود. ۲ میلی‌لیتر محلول استارچ ($4-2-50$) به آن افزوده و تیتراسیون را ادامه دهید تا رنگ از آبی به بی‌رنگ تغییر پیدا کند. فاکتور f محلول سدیم تیوسولفات را از رابطه (۲) محاسبه کنید:

$$f = \frac{20 \times 0.01667 \times 214.01 \times F}{3.5668 \times V_1} = 20 \times \frac{F}{V_1} \quad (2)$$

که در آن:

F فاکتور محلول پتاسیم یدات (۴-۲-۶۶۱)؛

V_1 حجم محلول سدیم تیوسولفات حدود ۰/۱ مول بر لیتر که برای تیتراسیون استفاده شده، بر حسب میلی لیتر؛
3.5668 ضریب تصحیح جرم پتاسیم یدات برای محلولی ۰/۰۱۶۶۷ مول بر لیتر پتاسیم یدات بر حسب گرم؛
214.01 جرم مولکولی KIO_3 بر حسب گرم.

۴-۲-۶۲-۲-۲ استانداردسازی با استفاده از مقدار مشخصی از پتاسیم یدات

استانداردسازی با استفاده از مقدار مشخصی از پتاسیم یدات می تواند به طور جایگزین نیز انجام شود. برای این استانداردسازی (۰/۰۷۰ ± ۰/۰۰۵) گرم پتاسیم یدات (KIO_3) (۴-۲-۳۵) را با درستی ۰/۰۰۰۵ ± گرم وزن کنید (m_2) و در یک ارلن ۵۰۰ میلی لیتری بریزید. آن را با حدود ۱۵۰ میلی لیتر آب حل کرده. حدود ۱ گرم پتاسیم یدید به آن اضافه و با ۲۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۱ (۱+۱) (۴-۲-۳) اسیدی کرده و با محلول سدیم تیوسولفات حدود ۰/۱ مول بر لیتر (۴-۲-۶۲-۱) تیتراژ کرده تا رنگ زرد کم رنگ مشاهده شود. سپس ۲ میلی لیتر محلول نشانسته (۴-۲-۵۰) به آن اضافه و تیتراژ را ادامه می دهیم تا رنگ از آبی به بی رنگ تغییر پیدا کند.

فاکتور f محلول سدیم تیوسولفات از رابطه (۳) محاسبه می شود:

$$f = \frac{1000 \times m_2}{3.5668 \times V_2} = 280.3634 \times \frac{m_2}{V_2} \quad (3)$$

که در آن:

m_2 جرم پتاسیم یدات بر حسب گرم؛

V_2 حجم محلول سدیم تیوسولفات حدود ۰/۱ مول بر لیتر که برای تیتراسیون استفاده شده، بر حسب میلی لیتر؛
3.5668 ضریب تصحیح جرم پتاسیم یدات برای محلولی دقیقاً ۰/۰۱۶۶۷ مول بر لیتر پتاسیم یدات بر حسب گرم.

۴-۲-۶۳ محلول استاندارد منگنز

۴-۲-۶۳-۱ منگنز سولفات بدون آب

منگنز سولفات بدون آب تا رسیدن به وزن ثابت در (۱۰ ± ۲۵۰) درجه سلسیوس خشک کرده. فرمول ترکیب حاصله $MnSO_4$ می باشد.

۲-۶۳-۲-۴ طرز تهیه

در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری، ۲۷۵ گرم منگنز سولفات بدون آب (m_3) که با دقت ۰/۰۰۰۵ گرم، توزین شده در آب حل کرده و به حجم برسانید. مقدار G یون‌های منگنز (II) محلول را از رابطه (۴) محاسبه و بر حسب میلی‌گرم Mn^{2+} بر میلی‌لیتر بیان کنید:

$$G = \frac{m_3}{2.7485} \quad (۴)$$

که در آن:

m_3 جرم منگنز سولفات بدون آب بر حسب گرم.

۲-۶۳-۳-۴ رسم منحنی واسنجی

داخل هر دو بالن حجمی توسط پی‌پت به ترتیب ۵۰۰ میلی‌لیتر (شماره ۱) و ۱۰۰۰ میلی‌لیتر (شماره ۲)، ۲۰ میلی‌لیتر محلول استاندارد منگنز بریزید و با آب به حجم برسانید. در هر کدام از سه بالن حجمی به ترتیب ۲۰۰ میلی‌لیتر (شماره ۳)، ۵۰۰ میلی‌لیتر (شماره ۴) و ۱۰۰۰ میلی‌لیتر (شماره ۵)، ۱۰۰ میلی‌لیتر از محلول بالن شماره ۲ بریزید و توسط آب به حجم برسانید.

۱۰۰ میلی‌لیتر از هر کدام از محلول‌های بالن ۱ تا ۵ را توسط پیپت در یک بشر ۴۰۰ میلی‌لیتری بریزید. ۲۰ میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ (۲-۴-۱۳)، ۱/۵ گرم پتاسیم پریدات (۲-۴-۳۶) و ۱۰ میلی‌لیتر فسفریک اسید (۴-۲۰) به آن اضافه کرده و تا دمای جوش حرارت دهید و به مدت ۳۰ دقیقه به آرامی بجوشانید.

اجازه دهید محلول تا دمای اتاق خنک شود و آن را به یک بالن حجمی ۲۰۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و با آب به حجم برسانید. جذب محلول‌ها را توسط فتومتر (۳-۴-۱۰) در طول موجی حدود ۵۲۵ نانومتر در مقابل آب (از یک یا چند سل (۳-۴-۱۱) با اندازه مناسب استفاده کنید) بخوانید. اعداد خوانده شده را تا سه رقم اعشار یادداشت کنید.

برای هر طول موج نوری یک منحنی مجزا از جذب محلول‌های واسنجی E_1 تا E_5 به عنوان تابعی از غلظت منگنز بر حسب میلی‌گرم منگنز بر ۲۰۰ میلی‌لیتر رسم کنید. غلظت منگنزهای به دست آمده در جدول ۱ آمده است. این مقادیر با در نظر گرفتن $G=1/1000$ حاصل شده‌اند. بنابراین برای به دست آوردن اعداد صحیح غلظت-های منگنز باید در مقدار G که از رابطه (۴) به دست می‌آید ضرب شود.

جدول ۱- غلظت محلول‌های واسنجی منگنز

محلول‌های واسنجی	E_1	E_2	E_3	E_4	E_5
غلظت منگنز بر حسب میلی‌گرم منگنز بر ۲۰۰ میلی‌لیتر	۴/۰	۲/۰	۱/۰	۰/۴	۰/۲

۴-۲-۶۴ محلول استاندارد سیلیس

۴-۲-۶۴-۱ سیلیس^۱ (SiO_2) با خلوص بیش از ۹۹/۹ درصد پس از سرخ شدن تا رسیدن به جرم ثابت در دمای (1175 ± 25) درجه سلسیوس

۴-۲-۶۴-۲ محلول اصلی

(0.2000 ± 0.0005) گرم از سیلیس تازه سوزانده شده (۴-۲-۶۴-۱) را به یک بوته پلاتینی که شامل (0.1 ± 0.2) گرم کربنات سدیم بدون آب است، اضافه کنید (۴-۲-۴۰).

مخلوط را گرم نموده و به مدت ۱۵ دقیقه تا قرمز شدن سرخ کنید. ماده سرخ شده ته بوته را پس از سرد کردن تا دمای اتاق، به یک بشر پلی اتیلنی منتقل کرده و در آب حل کنید سپس آن مقدار محلول را به بالن حجمی ۲۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و به حجم برسانید.

این محلول را در یک بطری پلی اتیلنی نگهداری کنید.

این محلول شامل ۱ میلی گرم SiO_2 بر میلی لیتر می باشد.

۴-۲-۶۴-۳ محلول استاندارد

۵ میلی لیتر از محلول اصلی را در یک بالن حجمی ۲۵۰ میلی لیتری ریخته و توسط آب به حجم برسانید. این محلول را در بطری پلی اتیلنی نگهداری کنید. این محلول حاوی ۰/۰۲ میلی گرم سیلیس بر میلی لیتر می باشد. این محلول را حداکثر تا یک هفته مصرف کنید.

۴-۲-۶۴-۴ محلول های مادر^۲

محلول های مادر را مطابق با روش های اندازه گیری مقدار سیلیس، تهیه کنید. (۴-۵-۳ تا ۴-۵-۵) این کار را توسط انحلال مقدار واکنشگرهای ذکر شده در جدول ۲ در آب و رساندن حجم آنها به ۵۰۰ میلی لیتر انجام دهید.

۴-۲-۶۴-۵ رسم منحنی واسنجی

با استفاده از بورت، حجم های مشخص محلول های واسنجی سیلیس که در جدول ۳ آورده شده است را به بشر های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری که هر کدام حاوی یک همزن مغناطیسی است بریزید. سپس ۲۰ میلی لیتر محلول مادر را با استفاده از پی پت به آنها اضافه و با آب (توسط بورت) به حجم ۴۰ میلی لیتر برسانید. حجم های لازم به این منظور در جدول ۳ آمده است. در حین به هم خوردن با همزن مغناطیسی، ۱۵ قطره هیدروفلوئوریک اسید با نسبت ۱ به ۳ (۳+۱) (۴-۲-۱۱) به آن اضافه کنید. حداقل ۱ دقیقه آن را به هم بزنید سپس ۱۵ میلی - لیتر محلول بوریک (۴-۲-۵۲) به این محلول ها اضافه کنید.

1- Silica

1-Compensating solutions

جدول ۲- ترکیب محلول‌های مادر برای حجم ۵۰۰ میلی‌لیتر

واحد	تجزیه با HCl و NH ₄ Cl (۵-۵-۴)	رسوب با دو بار تبخیر (۳-۵-۴)	رسوب با پلی‌اتیلن اکسید (۴-۵-۴)
HCl conc.	۷۵ میلی‌لیتر	۷۰	۱۵
H ₂ SO ₄ 1+1	۱ میلی‌لیتر	۱	-
HNO ₃ conc.	- میلی‌لیتر	-	۱
محلول پلی‌اتیلن اکسید	- میلی‌لیتر	۵	-
NH ₄ Cl	گرم	-	۱
Na ₂ CO ₃	گرم	۱٫۷۵	۱٫۷۵
NaCl	گرم	۰٫۲۵	۰٫۲۵
Na ₂ O ₂	گرم	۳	-

جدول ۳- ترکیب محلول‌های واسنجی سیلیس و مقدار سیلیس آن‌ها

شماره سریال	شاهد	۱	۲	۳	۴
محلول استاندارد سیلیس (میلی‌لیتر)	۰	۲	۵	۱۰	۲۰
آب (میلی‌لیتر)	۲۰	۱۸	۱۵	۱۰	۰
مقدار سیلیس (میلی‌گرم بر ۱۰۰ میلی‌لیتر)	۰	۰٫۰۴	۰٫۱۰	۰٫۲۰	۰٫۴۰

توسط پیپت، ۵ میلی‌لیتر محلول آمونیوم مولیبدات به آن اضافه کنید (۵۵-۲-۴). pH این محلول را بر روی (۰٫۵ ± ۱٫۶) با افزودن قطره قطره محلول سدیم هیدروکسید (۳۱-۲-۴) یا هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۲ (۲+۱) (۱-۱۸-۳-۴) با استفاده از pH متری که با محلول بافر با pH مشابه، واسنجی شده باشد (مانند ۱٫۴، ۴-۲-۶۰ را ببینید) تنظیم کنید. این محلول را به یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری منتقل نموده و بشر را توسط هیدروکلریک اسید رقیق (۱۰-۲-۴) شستشو دهید. پس از ۲۰ دقیقه از یک پیپت، ۵ میلی‌لیتر محلول سیتریک اسید به آن اضافه کرده (۵۳-۲-۴)، و آن را به هم بزنید و بگذارید به مدت ۵ دقیقه باقی بماند. سپس ۲ میلی‌لیتر محلول کاهنده (۵۹-۲-۴) اضافه کنید (زمان صفر).

محلول را با استفاده از هیدروکلریک اسید رقیق (۱۰-۲-۴) به حجم برسانید و به هم بزنید. در زمان (۰+۳۰) دقیقه جذب را با استفاده از فتومتر (۱۰-۳-۴) اندازه‌گیری کنید. از سلی با طول نوری ۱ سانتی‌متر در مقابل محلول شاهد آماده شده با روش یکسان و با استفاده از طول موج ۸۱۵ نانومتر استفاده کنید. منحنی را بر حسب جذب اندازه‌گیری شده در مقابل مقدار سیلیس که در جدول ۳ آمده است رسم کنید.

محلول شاهدهی که برای ترسیم منحنی واسنجی استفاده شده می‌تواند به عنوان محلول شاهد برای این مرحله نیز به کار رود. منحنی واسنجی قادر است مقدار سیلیس را بر حسب میلی گرم سیلیس بر ۱۰۰ میلی متر تعیین کند.

۴-۲-۶۵ محلول استاندارد یون کلسیم، حدود ۰/۰۱ مول در لیتر

(۰/۰۱ ± ۱/۰۰) گرم کلسیم کربنات (۴-۲-۵۴) (m_4) با ترازویی با درستی ± 0.0005 گرم توزین و در یک بشر ۴۰۰ میلی لیتری حاوی حدود ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر بریزید. بشر را با یک شیشه ساعت بپوشانید و با دقت ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۲ (۱+۲) (۴-۲-۴) به آن اضافه کنید. با میله شیشه‌ای به هم بزنید و مطمئن شوید که کامل حل شده، آن را جوشانده تا کربن دی اکسید حل نشده، خارج شود. سپس آن را تا دمای اطاق سرد و به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کنید، و با آب به حجم برسانید و بعد بشر با شیشه ساعت را با احتیاط بشویید.

۴-۲-۶۶ محلول EDTA، حدود ۰/۰۳ مول بر لیتر

۴-۲-۶۶-۱ نمک دی سدیم دو آب اتیلین دی آمین تترا استیک اسید (EDTA)

۴-۲-۶۶-۲ طرز تهیه

(۰/۰۱ ± ۱۱/۱۷) گرم EDTA را در آب حل کرده و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید. در یک ظرف پلی-اتیلنی نگهداری کنید.

۴-۲-۶۶-۳ استاندارد سازی

۵۰ میلی لیتر محلول استاندارد یون کلسیم (۴-۲-۶۵) را با پیپت بردارید و در داخل بشر مناسب بریزید (۴-۳-۱۲). سپس آن را با آب مقطر رقیق نموده.

به کمک یک pH متر (۴-۳-۱۸-۱)، pH محلول را با استفاده از محلول سدیم هیدروکسید یا محلول‌های بند ۴-۲-۳۱ یا ۴-۲-۳۲، روی (۰/۲ ± ۱۲/۱۵) تنظیم کنید.

نقطه پایانی با استفاده یکی از دو روش زیر تعیین کنید:

الف- اندازه گیری فتومتریک در نقطه پایانی (روش مرجع)

بدون توزین حدود ۰/۱ گرم معرف مورکسید (۴-۲-۷۰) یا مخلوط کلسین و متیل تیمول بلو (۴-۲-۷۶) اضافه کنید. بشر را در دستگاه (۴-۳-۱۲) قرار داده و طول موج را هنگامی که از مورکسید استفاده کرده‌اید در ۶۲۰ نانومتر و هنگام استفاده از شناساگر مخلوط در ۵۲۰ نانومتر قرار دهید. در حالی که محلول به طور مداوم هم زده می‌شود، با محلول EDTA ۰/۰۳ مول بر لیتر، تیترا کنید در نقطه پایانی شناساگر تغییر رنگ می‌دهد. منحنی مقدار جذب را بر حسب حجم EDTA افزوده شده رسم کنید. حجم استفاده شده V_3 از تقاطع بیشترین شیب

خط نزدیک تغییر رنگ و خط جذب ثابت بعد از تغییر رنگ حاصل می شود. فاکتور f_D محلول EDTA از رابطه زیر محاسبه می شود:

$$f_D = \frac{50 \times m_4}{100.09 \times 0.03 \times V_3} = 16.652 \times \frac{m_4}{V_3} \quad (5)$$

که در آن:

m_4 وزن کلسیم کربنات استفاده شده برای تهیه محلول استاندارد یون کلسیم بر حسب گرم (۴-۲-۶۵)؛
 V_3 حجم مصرفی محلول EDTA برای تیتراسیون بر حسب میلی لیتر.

ب- اندازه گیری چشمی در نقطه پایانی (روش جایگزین)

بدون توزین، حدود ۰/۱ گرم شناساگر کالکن (۴-۲-۷۲) یا شناساگر پاتن و ریدرز (۴-۲-۷۷) را اضافه کنید. آن را هم زده و توسط محلول EDTA (۴-۲-۶۶) تیترا کنید تا رنگ محلول از صورتی به آبی (کالکن) یا ارغوانی به آبی (پاتن و ریدرز) تغییر کند، حجم، V_3 ، و با افزودن یک قطره اضافی شدت رنگ آبی تغییری پیدا نکند. فاکتور f_D ، EDTA را با استفاده از رابطه ۵ محاسبه کنید.

۴۴-۲-۶۷ محلول کمپلکس مس

۲۵ میلی لیتر محلول مس (II) سولفات (۴-۲-۵۶) را با پیپت در بشر ۴۰۰ میلی لیتری بریزید و از بورت به آن معادل حجم V_5 EDTA، حدوداً ۰/۰۳ مول بر لیتر اضافه کنید (۴-۲-۶۶). حجم مورد نیاز EDTA را از طریق زیر تعیین کنید.

۱۰ میلی لیتر از محلول مس سولفات (۴-۲-۵۶) را با پیپت، به یک بشر ۶۰۰ میلی لیتری منتقل و تا حدود ۲۰۰ میلی لیتر رقیق کنید و ۱۰ میلی لیتر آمونیم هیدروکسید غلیظ (۴-۲-۲۶) و ۰/۱۰ گرم شناساگر مورکسید بدون توزین (۴-۲-۷۰) به آن اضافه کنید. با محلول EDTA، حدود ۰/۰۳ مول بر لیتر تا تغییر رنگ از صورتی به بنفش تیترا کنید (V_4).

حجم (V_5) محلول EDTA حدود ۰/۰۳ مول بر لیتر مصرفی، که از حجم لازم برای افزودن به ۲۵ میلی لیتر محلول مس سولفات برای تهیه محلول کمپلکس مس به دست می آید، از رابطه (۶) محاسبه کنید:

$$V_5 = 2.5 \times V_4 \quad (6)$$

که در آن:

V_4 حجم محلول EDTA حدود ۰/۰۳ مول بر لیتر برای تیتراسیون، بر حسب میلی لیتر.

۴-۲-۶۸ محلول EGTA، تقریباً ۰/۰۳ مول بر لیتر
 ۴-۲-۶۸-۱ اتیلن گلیکول بیس (آمینو اتیل اتر) تترا استیک اسید (EGTA)
 ۴-۲-۶۸-۲ آماده سازی

(۰/۰۱ ± ۱۱/۴) گرم EGTA را در ۴۰۰ میلی لیتر آب و ۳۰ میلی لیتر محلول سدیم هیدروکسید در یک بشر ۶۰۰ میلی لیتری حل کرده (بند ۴-۲-۳۲ را ببینید) مخلوط را تا وقتی که EGTA به طور کامل حل شود حرارت می دهیم. اجازه دهید تا دمای اتاق سرد شود. با استفاده از pH متر، pH محلول را روی (۰/۵ ± ۷/۰) توسط اضافه کردن، قطره قطره هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۲ (۱+۲) تنظیم کنید. محلول را به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل و با آب به حجم برسانید. محلول را در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.

۴-۲-۶۸-۳ استاندارد سازی

۵۰ میلی لیتر محلول یون کلسیم استاندارد (۴-۲-۶۵) را توسط پیپت به بشر مناسب برای دستگاه اندازه گیری (۴-۲-۱۳) منتقل نموده. سپس توسط آب به میزان مناسب برای استفاده صحیح از دستگاه رقیق کنید و ۲۵ میلی لیتر از محلول تری اتانول آمین با نسبت ۱ به ۴ (۱+۴) به آن اضافه کنید. با استفاده از هر کدام یک از محلول های سدیم هیدروکسید (طبق بند ۴-۲-۳۱ یا ۴-۲-۳۲)، توسط دستگاه pH متر (۴-۲-۱۸-۱) pH محلول را روی (۰/۲ ± ۱۲/۵) تنظیم کنید. بدون توزین ۰/۱ گرم معرف مورکسید (۴-۲-۷۰) یا معرف کالکن (۴-۲-۷۱) به آن اضافه کنید. بشر را در دستگاه (۴-۲-۱۲) قرار دهید، و دستگاه را در هنگام استفاده از مورکسید در طول موج ۶۲۰ نانومتر و یا برای کالکن در ۵۲۰ نانومتر تنظیم کنید و بشر را بطور مستمر تکان داده و با محلول EGTA حدود ۰/۰۳ مول بر لیتر آن را تیتیر کنید. در هنگام تغییر رنگ معرف، حجم مشاهده شده را که مطابق با EGTA مصرف شده می-باشد را یادداشت و منحنی جذب در مقابل تیتیر را رسم کنید. حجم V_6 استفاده شده از تقاطع خط بیشترین شیب در ناحیه تغییر رنگ و خط جذب ثابت بعد از تغییر رنگ تعیین کنید. فاکتور f_G محلول EGTA از رابطه (۷) محاسبه کنید:

$$f_G = \frac{50 \times m_5}{100.09 \times 0.03 \times V_6} = 16.652 \times \frac{m_5}{V_6} \quad (7)$$

که در آن:

m_5 جرم کلسیم کربنات که برای آماده سازی محلول یون کلسیم استاندارد استفاده شده بر حسب گرم؛
 V_6 حجم محلول EGTA استفاده شده برای تیتراسیون بر حسب میلی لیتر.

۴-۲-۶۹ محلول DCTA، تقریباً ۰/۰۱ مول بر لیتر

۴-۲-۶۹-۱ ۱-۲ دی آمینو سیکلو هگزان تترا استیک (DCTA)

۴-۲-۶۹-۲ آماده سازی

(۰/۰۱ ± ۳/۶۴) گرم DCTA را در ۴۰۰ میلی لیتر آب و ۳۰ میلی لیتر محلول سدیم هیدروکسید در یک بشر ۶۰۰ میلی لیتری حل کرده (بند ۴-۲-۳۲ را ببینید) مخلوط را تا وقتی که DCTA به طور کامل حل شود حرارت می دهیم. اجازه دهید تا دمای اتاق سرد شود. با استفاده از pH متر، pH محلول را روی (۰/۵ ± ۷/۰) توسط اضافه کردن قطره قطره هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۲ (۲+۱) تنظیم کنید. محلول را به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل و با آب به حجم برسانید. محلول را در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.

۴-۲-۶۹-۳ استاندارد سازی

۵۰ میلی لیتر محلول یون کلسیم استاندارد (۴-۲-۶۵) را توسط پیپت به بشر مناسب برای دستگاه اندازه گیری (۴-۲-۱۳) منتقل نموده. سپس توسط آب به میزان مناسب برای استفاده صحیح از دستگاه رقیق کنید و ۲۵ میلی لیتر از محلول تری اتانول آمین با نسبت ۱ به ۴ (۴+۱) به آن اضافه کنید. با استفاده از آمونیوم هیدروکسید غلیظ (۴-۲-۲۶) توسط دستگاه pH متر (۴-۳-۱۸-۱) محلول را روی (۰/۲ ± ۱۰/۵) تنظیم کنید.

بدون توزین ۰/۱ گرم معرف مورکسید (۴-۲-۷۰) یا معرف کالکن (۴-۲-۷۱) به آن اضافه کنید. بشر را در دستگاه (۴-۲-۱۲) قرار دهید، و دستگاه را در هنگام استفاده از مورکسید در طول موج ۶۲۰ نانومتر و یا برای کالکن در ۵۲۰ نانومتر تنظیم کنید و بشر را بطور مستمر تکان داده و با محلول DCTA حدود ۰/۰۱ مول بر لیتر آن را تیتیر کنید. در هنگام تغییر رنگ معرف، حجم مشاهده شده را که مطابق با DCTA مصرف شده می-باشد را یادداشت و منحنی جذب در مقابل تیتیر را رسم کنید. حجم V_7 استفاده شده از تقاطع خط بیشترین شیب در ناحیه تغییر رنگ و خط جذب ثابت بعد از تغییر رنگ تعیین کنید. فاکتور f_c محلول DCTA از رابطه (۸) محاسبه کنید:

$$f_c = \frac{50 \times m_6}{100.09 \times 0.01 \times V_7} = 49.955 \times \frac{m_6}{V_7} \quad (8)$$

که در آن:

m_6 جرم کلسیم کربنات که برای آماده سازی محلول یون کلسیم استاندارد استفاده شده بر حسب گرم؛
 V_7 حجم محلول DCTA استفاده شده برای تیتراسیون بر حسب میلی لیتر.

۷۰-۲-۴ شناساگر مورکسید

($1/00 \pm 0/1$) گرم مورکسید (آمونیم پرپیورات، $C_8H_4N_5O_6.NH_4$) را با ۱۰۰ گرم سدیم کلرید (NaCl) آسیاب کنید.

۷۱-۲-۴ شناساگر کلسین

($1/00 \pm 0/1$) گرم کلسین^۱ را با (100 ± 1) گرم پتاسیم نترات (KNO_3) آسیاب کنید.

۷۲-۲-۴ شناساگر کالکن

($1/00 \pm 0/1$) گرم کالکن^۲ را با (100 ± 1) گرم سدیم سولفات بدون آب (Na_2SO_4) آسیاب کنید.

۷۳-۲-۴ شناساگر سولفو سالیسیلیک اسید (۵- سولفو سالیسیلیک اسید بدون آب)

۷۴-۲-۴ شناساگر پان

($0/10 \pm 0/1$) گرم معرف پان^۳ را در (100 ± 1) میلی لیتر اتانول (C_2H_5OH) با دانسیته ۰/۷۹ حل کنید.

۷۵-۲-۴ شناساگر متیل تیمول بلو

($1/0 \pm 0/1$) گرم متیل تیمول بلو^۴ را با (100 ± 1) گرم نترات پتاسیم (KNO_3) آسیاب کنید.

۷۶-۲-۴ شناساگر مخلوط کلسین و متیل تیمول بلو

($0/20 \pm 0/1$) گرم کلسین (بند ۷۱-۲-۴ رابینید) را با ($0/10 \pm 0/1$) گرم متیل تیمول بلو (بند ۷۵-۲-۴ رابینید) و (100 ± 1) گرم پتاسیم نترات (KNO_3) توسط آسیاب کردن، آماده کنید.

۷۷-۲-۴ شناساگر پاتن و ریدرز

($1/0 \pm 0/1$) گرم، ۲- هیدروکسی- ۱- (2 - هیدروکسی- ۴- سولفو- ۱- نفتیل آزو)- ۳- نفتویک اسید ($C_{21}H_{14}N_2O_7S$) را با (100 ± 1) گرم سولفات سدیم بدون آب (Na_2SO_4) مخلوط کنید.

۷۸-۲-۴ شناساگر مخلوط

($0/10 \pm 0/1$) گرم کمپلکس اورتوکروزوفتالین^۵ را با ($0/20 \pm 0/1$) گرم شناساگر متیل رد^۶ و ($0/001 \pm 0/001$) گرم نفتول سبز B ($C_{30}H_{15}FeN_3Na_3O_{15}S_3$) و ($10/0 \pm 0/1$) گرم سدیم کلراید (۳۸-۲-۴) مخلوط کنید.

1- [(bis (carboxymethyl)-amino-methyl)] -2', 7'-fluorescein, Fluoresceindi-(methylimino diacetic acid) sodium salt

2- (sodium 2-hydroxy-4-(2-hydroxy-1-naphthylazo) naphthalene-1- sulfonate, EriochromeBlue-Black R)

3-(1-(2-pyridylazo)-2-naphthol, $C_{15}H_{11}N_3O$)

4-sodium salt of 3', 3''-bis- [bis (carboxy-methyl)- aminomethyl]-thymolsulfophthalein, $C_{37}H_{41}N_2O_{13}SNa_3$

5- o-cresolphthaleindi-(methyliminodi-aceti acid), $C_{32}H_{32}N_2O_{12}$

6- o-carboxybenzene-azodimethyl-aniline, $C_{15}H_{14}N_3NaO_2$

۷۹-۲-۴ آمونیوم تیوسیانات (NH_4SCN)

۸۰-۲-۴ محلول آمونیوم تیوسیانات، حدود ۰/۰۵ مول بر لیتر
(۳/۸ ± ۰/۱) گرم آمونیوم تیوسیانات (۷۹-۲-۴) را در ۱۰۰۰ میلی لیتر آب حل کنید.

۸۱-۲-۴ آمونیوم آهن (III) سولفات ($\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)

۸۲-۲-۴ محلول شناساگر

۱۰ میلی لیتر نیتریک اسید با نسبت ۱ به ۲ (۲+۱) (۷۹-۲-۴) را به ۱۰۰ میلی لیتر محلول آبی اشباع آمونیوم آهن (III) سولفات (۸۱-۲-۴) سرد اضافه کنید.

۸۳-۲-۴ مس (II) سولفات ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

۸۴-۲-۴ محلول آبی اشباع مس (II) سولفات

۸۵-۲-۴ جاذب برای هیدروژن سولفید

مقدار وزن شده‌ای از سنگ پومیس خشک شده با اندازه دانه ۱/۲ میلی متر تا ۲/۴ میلی متر را در ظرف مسطحی قرار داده و با مقداری محلول اشباع مس (II) سولفات (۸۴-۲-۴) بپوشانید به طوری که جرم محلول مس سولفات در حدود نیمی از وزن سنگ متخلخل باشد. مخلوط را حرارت داده تا خشک شود و با میله شیشه ای مرتباً به هم بزنید. محتویات ظرف را به مدت کم‌تر از ۵ ساعت در گرمخانه‌ای با حرارت (۱۵۰ ± ۵) درجه سلسیوس قرار داده تا خشک شود. اجازه دهید مخلوط جامد در خشکانه خنک شده و سپس آن را در یک بطری که هوا به آن نفوذ نکند نگه‌داری کنید.

۸۶-۲-۴ جاذب برای آب

منیزیم پر کلرات بدون آب ($\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$) با اندازه دانه بین ۰/۶ میلی متر تا ۱/۲ میلی متر.

۸۷-۲-۴ جاذب دی اکسید کربن

سیلیکات‌های مصنوعی با اندازه ذرات بین ۰/۶ میلی متر تا ۱/۲ میلی متر، اشباع شده با سدیم هیدروکسید (NaOH) (۳۰-۲-۴).
یادآوری - این جاذب به صورت آماده برای مصرف، در دسترس می باشد.

۸۸-۲-۴ جیوه (II) کلرید (HgCl_2)

۸۹-۲-۴ محلول استوک قلیایی

(۰/۵۶۶ ± ۰/۰۰۵) گرم سدیم کلرید (۳۸-۲-۴) و (۰/۴۷۵ ± ۰/۰۰۰۵) گرم پتاسیم کلرید (۴-۲-۳۹) را توزین نموده و در یک بشر ۶۰۰ میلی لیتری قرار دهید. در حدود ۱۵۰ میلی لیتر آب به آن اضافه تا نمک‌ها حل شوند.

محلول را به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل نموده و بشر را با آب شستشو دهید و بالن را با آب به حجم برسانید و به خوبی تکان دهید. این محلول محتوی ۰/۳ گرم سدیم اکسید (Na_2O) و پتاسیم اکسید (K_2O) می باشد.

۹۰-۲-۴ محلول استوک اسید ($\text{HCl}/\text{H}_3\text{PO}_4$)

حدود ۵۰۰ میلی لیتر آب را به یک فلاسک حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده، ۵۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۲-۲-۴) و ۵۰ میلی لیتر فسفریک اسید غلیظ (۲۰-۲-۴) به آن اضافه کنید. اجازه دهید محلول سرد شده و با آب به حجم برسانید و به خوبی تکان دهید.

۹۱-۲-۴ محلول استوک کلسیم

(۰/۰۱ ± ۱۱/۲۵) گرم کربنات کلسیم (۵۴-۲-۴) را توزین نموده در یک بشر ۶۰۰ میلی لیتری قرار دهید. ۱۰۰ میلی لیتر آب به آن اضافه کرده و حل کنید. سپس با احتیاط ۲۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۲-۲-۴) به آن اضافه کنید. بعد از این که واکنش کامل گردید، به آهستگی آن را به جوش آورده تا کربن دی اکسید حل نشده آن خارج شده و خنک شود. محلول را به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کرده، بشر را با آب شستشو داده و بالن را به حجم برسانید و به خوبی مخلوط کنید.

۹۲-۲-۴ محلول استوک قلیایی (روش جایگزین)

(۰/۰۰۰۵ ± ۰/۲۵۴۲) گرم سدیم کلرید (۳۸-۲-۴) و (۰/۰۰۰۵ ± ۰/۱۹۰۷) گرم پتاسیم کلرید (۳۹-۲-۴) را در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری ریخته با آب حل کنید و آن را به حجم برسانید.

۹۳-۲-۴ سزیم کلرید (CsCl)

۹۴-۲-۴ آلومینیوم نیترات ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)

۹۵-۲-۴ محلول بافر

۵۰ گرم سزیم کلرید (۹۳-۲-۴) و ۲۵۰ گرم آلومینیوم نیترات (۹۴-۲-۴) را به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل نموده در آب حل کرده و به حجم برسانید (یادآوری را ببینید). یادآوری - این محلول به صورت آماده برای مصرف، در دسترس می باشد.

۳-۴ وسایل

۱-۳-۴ ترازو(ها)، قابلیت توزین با درستی ± 0.0005 گرم.

۲-۳-۴ بوتله ها

۱-۲-۳-۴ بوتله های چینی و یا پلاتینی، با ظرفیت ۲۰ تا ۲۵ میلی لیتر.

در روش‌هایی که به بوته پلاتینی اشاره شده است، باید بوته پلاتینی استفاده شود، اما در جایی که به جنس بوته اشاره نشده است می‌توان از بوته چینی استفاده کرد.

۴-۳-۲ درپوش‌ها، درپوش‌هایی مناسب است که بر روی بوته‌ها ثابت شود (۴-۳-۲-۱).

۴-۳-۳ محافظ(های) سرامیکی ضد حریق

برای جلوگیری از گرم شدن بیش از حد بوته‌ها، جهت برقراری تعادل گرمایی باید در این محافظ‌ها قرار گیرد.

۴-۳-۴ ظرف تبخیر سرامیکی، با حجم ۲۰۰ میلی‌لیتر

۴-۳-۵ کوره(های) الکتریکی، قابلیت تنظیم دردماهای: (500 ± 10) درجه سلسیوس، (950 ± 25) درجه سلسیوس و (1175 ± 25) درجه سلسیوس.

۴-۳-۶ گرمخانه(های) آزمایشگاهی، با قابلیت تنظیم دردماهای: (110 ± 5) درجه سلسیوس، (120 ± 5)

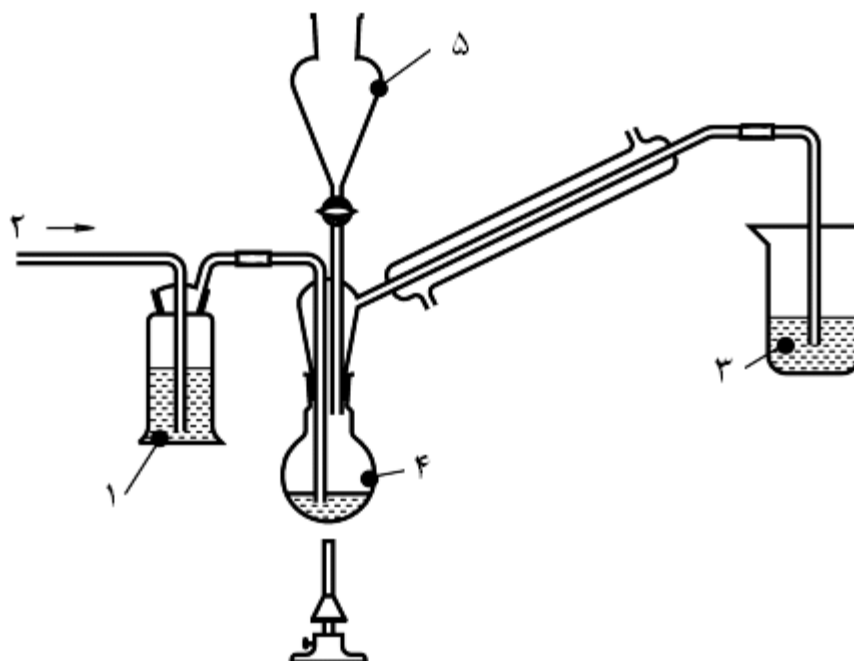
درجه سلسیوس، (150 ± 5) درجه سلسیوس، (200 ± 10) درجه سلسیوس و (250 ± 10) درجه سلسیوس.

۴-۳-۷ خشکانه(ها)¹، حاوی منیزیم پرکلرات $(Mg(ClO_4)_2)$ بدون آب یا سیلکاژل.

۴-۳-۸ کندانسور حبابی

۴-۳-۹ تجهیزات اندازه‌گیری سولفید

یک نوع دستگاه به‌این منظور در شکل ۱ نشان داده شده است. یک بطری ولف، ممکن است برای کنترل جریان گاز اضافه شود. جنس لوله‌های رابط باید عاری از سولفور باشد (پلی وینیل کلراید، پلی اتیلن و ...)



راهنما:

- ۱ محلول استات سرب (۹-۲-۴)
- ۲ هوا، نیتروژن یا آرگون
- ۳ محلول آمونیاکی سولفات روی (۴۸-۲-۴)
- ۴ ظرف واکنش
- ۵ بطری ولف

شکل ۱ - دستگاه مورد استفاده در اندازه گیری سولفیدها

۴-۳-۱۰ فتومتر (ها)، برای اندازه گیری جذب محلول در طول موج های ۵۲۵ نانومتر و ۸۱۵ نانومتر.

۴-۳-۱۱ سل ها، برای فتومتر

۴-۳-۱۲ تجهیزات اندازه گیری جذب، در ۵۲۰ نانومتر و ۶۲۰ نانومتر محلول موجود در بشر تیتراسیون در حال هم خوردن.

۴-۳-۱۳ همزن، نظیر همزن مغناطیسی با میله همزن خنثی، مثل میله با روکش PTFE

۴-۳-۱۴ وسایل تبخیر، با قابلیت کنترل در دمای (10.5 ± 5) درجه سلسیوس نظیر حمام بخار یا هات پلیت.

۴-۳-۱۵ حمام شنی یا هات پلیت، با قابلیت کنترل در دمای حدود ۴۰۰ درجه سلسیوس

۴-۳-۱۶ کاغذهای صافی بدون خاکستر

یادآوری- کاغذ صافی با سوراخ هایی با میانگین قطر حدود ۲ میکرومتر کاغذ صافی بافت ریز است، کاغذ صافی با سوراخ هایی با میانگین قطر حدود ۷ میکرومتر کاغذ صافی بافت متوسط است و کاغذ صافی با سوراخ هایی با میانگین قطر حدود ۲۰ میکرومتر کاغذ صافی بافت درشت است.

۴-۳-۱۷ ظروف شیشه ای حجمی

ظروف شیشه‌ای حجمی باید با دقت تجزیه‌ای از نوع کلاس A و مطابق با استانداردهای ISO 385-1 و ISO 835-1 باشند.

۴-۳-۱۸ تجهیزات اندازه‌گیری pH

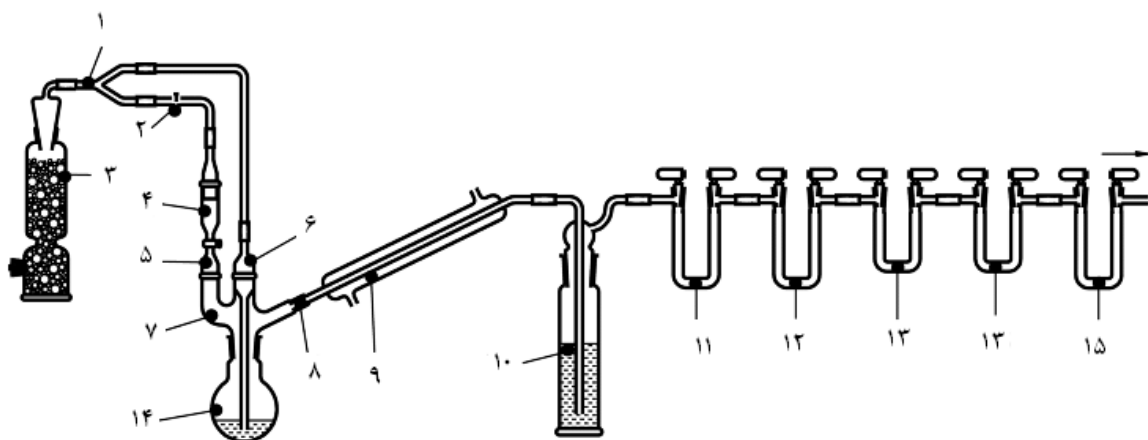
۴-۳-۱۸-۱ pH متر، با قابلیت اندازه‌گیری با درستی ± 0.05

۴-۳-۱۸-۲ کاغذ(های) شناسایی pH، با قابلیت اندازه‌گیری pH در محدوده صفر تا چهارده.

۴-۳-۱۹ تجهیزات اندازه‌گیری کربن دی اکسید (روش مرجع)

شکل ۲ نمونه‌ای از دستگاه را نشان می‌دهد که می‌تواند به یک محفظه فشار استوانه‌ای، یک کمپرسور الکتریکی کوچک یا یک پمپ مکش مناسب برای اطمینان از جریان یکنواخت گاز یا هوا وصل شود. گازی (هوا یا نیتروژن) که وارد دستگاه می‌شود باید قبلاً کربن دی اکسید آن ابتدا با عبور از درون جاذب (۴-۲-۸۷) گرفته شود. دستگاه شامل یک ظرف تقطیر ۱۰۰ میلی‌لیتری (۱۴) است که به یک قطعه (تبدیل) سه راهی وصل است. دهانه (۵) به قیف شیردار (۴) وصل می‌شود، دهانه (۶) به لوله رابط و دهانه (۸) به مبرد آب سرد وصل می‌شود. قیف بالای دهانه (۵) و لوله رابط بالا (۶) به وسیله یک قطعه Y شکل (۱) به هم متصل می‌شوند، تا این که هوای فاقد کربن دی اکسید بتواند از لوله رابط یا قیف، جریان یابد که می‌توان آن را با یک گیره مور (۲) کنترل نمود. بعد از مبرد (۹)، گاز از سولفوریک اسید غلیظ (۴-۲-۱۶) (۱۰) و لوله‌های جاذب حاوی (جاذب هیدروژن سولفید (۴-۲-۸۵) (۱۱) و جاذب آب (۴-۲-۸۶) (۱۲)) و بالاخره از دو لوله جاذب (۱۳) عبور می‌کند که دو لوله اخیر می‌توانند توزین شده و سه چهارم با جاذب کربن دی اکسید (۴-۲-۸۷) و تا یک چهارم با جاذب آب (۴-۲-۸۶) پر شده‌اند. جاذب کربن دی اکسید بند (۴-۲-۸۷) با توجه به جریان گاز، در بالای لایه جاذب آب (۴-۲-۸۶) قرار داده می‌شود.

بعد از لوله جاذب (۱۳) لوله جاذب قوی‌تر (۱۵) قرار دارد که آن نیز حاوی جاذب کربن دی اکسید و آب است. که برای جلوگیری از ورود کربن دی اکسید، آب و هوا به لوله جاذب (۱۳) به کار می‌رود.



راهنما:

- | | | | |
|---|---|----|---|
| ۱ | قطعه Y شکل | ۹ | مبرد |
| ۲ | گیره مور | ۱۰ | بطری شستشوی حاوی سولفوریک اسید غلیظ (۴-۲-۱۶) |
| ۳ | برج جاذب حاوی جاذب کربن دی اکسید (۴-۲-۸۷) | ۱۱ | لوله جاذب حاوی جاذب هیدروژن سولفید (۴-۲-۸۵) |
| ۴ | قیف شیردار | ۱۲ | لوله جاذب حاوی منیزیم پرکلرات برای جذب آب (۴-۲-۸۶) |
| ۵ | اتصال قیف شیردار | ۱۳ | لوله های جاذب کربن دی اکسید (۴-۲-۸۷) و جاذب آب (۴-۲-۸۶) |
| ۶ | اتصال لوله رابط | ۱۴ | فلاسک تقطیر ۱۰۰ میلی لیتری |
| ۷ | در سه بازویی ثابت (تبدیل) | ۱۵ | لوله های جاذب کربن دی اکسید (۴-۲-۸۷) و جاذب آب (۴-۲-۸۶) |
| ۸ | اتصال مبرد | | |

شکل ۲- دستگاه تعیین مقدار کربن دی اکسید (روش مرجع)

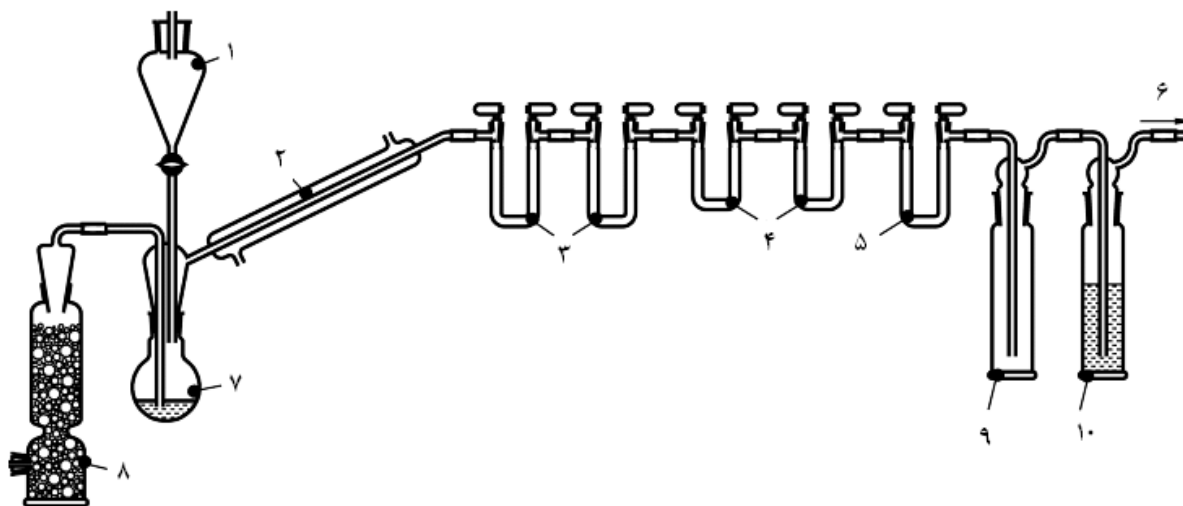
لوله های جاذب (۱۳) که باید توزین شوند برای مثال می توانند اندازه های زیر را داشته باشند.

- | | |
|---|---------------|
| فاصله بیرونی بین شاخه ها | ۴۵ میلی متر |
| قطر داخلی | ۲۰ میلی متر |
| فاصله بین قسمت پایینی لوله و قسمت بخش مسطح بالایی | ۷۵ میلی متر |
| ضخامت دیواره لوله | ۱/۵ میلی لیتر |

۴-۳-۲۰ تجهیزات اندازه گیری کربن دی اکسید (روش جایگزین)

دستگاه نشان داده شده در شکل ۳، یک پمپ مکش کوچک است که برای ایجاد کاهش فشار در دستگاه ها استفاده می شود.

در صورتی که از این بطری فقط به عنوان شمارنده حباب استفاده شود، ممکن است از پارافین به جای اسید سولفوریک در بطری شستشوی انتهایی استفاده شود.



راهنما:

- ۱ قیف شیردار سولفوریک اسید
- ۲ مبرد
- ۳ لوله جاذب حاوی جاذب برای جذب آب (۸۶-۲-۴)
- ۴ لوله‌های جاذب کربن دی اکسید (۸۷-۲-۴) و جاذب آب (۸۶-۲-۴)
- ۵ لوله‌های جاذب کربن دی اکسید (۸۷-۲-۴) و جاذب آب (۸۶-۲-۴)
- ۶ اتصال به پمپ مکش
- ۷ فلاسک تقطیر ۱۰۰ میلی‌لیتری
- ۸ لوله‌های جاذب کربن دی اکسید (۸۷-۲-۴)
- ۹ بطری شستشو (خالی)
- ۱۰ بطری شستشوی حاوی سولفوریک اسید غلیظ (۱۶-۲-۴) یا پارافین

شکل ۳- دستگاه تعیین مقدار کربن دی اکسید (روش جایگزین)

۲۱-۳-۴ فلیم فتومتر

با پایداری کافی و قابلیت اندازه‌گیری شدت‌های خط سدیم در ۵۸۹ نانومتر و خط پتاسیم در ۷۶۸ نانومتر، به منظور جلوگیری از هر گونه تداخل با قلیائی‌های خاکی از دستگاه فلیم فتومتر باید در دمای پایین و شعله با سوخت پروپان- هوا یا بوتان - هوا استفاده شود.

۲۲-۳-۴ ظرف پلاتینی

۲۳-۳-۴ کاغذ صافی، کاغذ صافی باند متوسط (۱۶-۳-۴) که قبلاً با آب گرم شستشو داده شده است.

۲۴-۳-۴ همزن، مقاوم در برابر هیدرو فلوئوریک اسید مانند پلاتین.

۲۵-۳-۴ لامپ گرم کننده، با قابلیت تبخیر محلول‌های آبی تا زمانی که آن‌ها خشک شوند.

۴-۴ روش تجزیه

۱-۴-۴ تعیین افت وزنی در اثر حرارت

۱-۴-۴ اصول

افت وزنی حرارتی در یک محیط اکسید کننده تعیین می‌شود. در این روش نمونه سیمان در کوره ای با دمای (950 ± 25) درجه سلسیوس حرارت داده می‌شود. افت وزنی به دست آمده، بیانگر کل رطوبت و کربن دی اکسید موجود در سیمان می باشد. یک تصحیح برای نشان دادن تاثیر این اکسیداسیون بر روی افت حرارتی توضیح داده شده است. خطای منتج از اکسایش آهن فلزی، آهن دو ظرفیتی یا منگنز دو ظرفیتی معمولاً ناچیز در نظر گرفته می‌شود و تنها تصحیح برای مقادیر اکسایش سولفیدها بکار برده می‌شود (بند ۴-۱-۴-۴ را ببینید).

۲-۱-۴-۴ روش انجام آزمون

(1.00 ± 0.05) گرم سیمان (m_7) را با ترازویی با درستی ± 0.0005 گرم توزین و در یک بوته ریخته در آن را گذاشته و در درون کوره با دمای (950 ± 25) درجه سلسیوس قرار دهید. بعد از مدت ۵ دقیقه و درب بوته را بردارید و بوته را دوباره در کوره گذاشته و حداقل به مدت ۱۰ دقیقه دیگر در دمای (950 ± 25) درجه سلسیوس قرار دهید. سپس اجازه دهید بوته تا رسیدن به دمای اتاق در داخل خشکانه سرد شود. جرم ثابت m_8 را طبق بند ۲-۱-۴-۴ تعیین کنید.

یادآوری- برای سیمان‌های حاوی سولفیدها، توسط اندازه‌گیری مقدار سولفات قبل و بعد از افت وزنی، دقت بیشتری برای تعیین افت وزنی به دست آورد. اصلاحیه اجرایی این سیمان‌ها در بند ۴-۱-۴-۴ ارائه شده است.

۳-۱-۴-۴ روش محاسبه و بیان نتایج

افت وزنی در اثر حرارت، L ، بر حسب درصد وزنی، از رابطه (۹) محاسبه کنید:

$$L = \frac{m_7 \times m_8}{m_7} \times 100 \quad (9)$$

که در آن:

m_7 وزن نمونه سیمان، بر حسب گرم؛

m_8 وزن نمونه سیمان پس از خروج از کوره، بر حسب گرم؛

۴-۱-۴-۴ تصحیح برای اکسایش سولفیدها

تصحیح برای مقدار اکسایش سولفید که در طول اندازه‌گیری افت حرارتی رخ می‌دهد به وسیله اندازه‌گیری مقدار سولفات قبل از ورود به کوره، SO_3 (اولیه) و پس از خروج از کوره، SO_3 (نهایی) از روابط زیر محاسبه می‌شود.

الف- SO_3 (اولیه) - SO_3 (نهایی) = SO_3 حاصل از اکسیداسیون سولفیدها

ب- تصحیح = $0.8 \times (SO_3 \text{ حاصل از اکسیداسیون سولفید}) =$ اکسیژن جذب شده

پ- اکسیژن جذب شده + افت حرارتی حاصله (L) = افت حرارتی تصحیح شده
مبنای همه مقادیر الف، ب و پ که برحسب درصد بیان می‌شوند، آن بخشی از نمونه قبل از سرخ شدن است.
همه اصلاحیه‌های اعمال شده باید در گزارش آزمون مشخص گردند.

۵-۱-۴-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۰۴ درصد است.
انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۰۸ درصد است.

۲-۴-۴ تعیین سولفات

۱-۲-۴-۴ اصول

یون‌های سولفات که از تجزیه سیمان با هیدروکلریک اسید تولید شده‌اند، توسط محلول باریم کلرید در PH بین (۱ تا ۱/۵) رسوب داده می‌شود. رسوب باریم سولفات در نقطه جوش به‌دست می‌آید.
سپس این اندازه‌گیری با وزن سنجی تکمیل شده و نتیجه سولفات به‌صورت SO_3 بیان می‌شود.

۲-۲-۴-۴ روش انجام آزمون

(۰/۰۵ ± ۱/۰۰) گرم سیمان (m_0) با ترازویی با دقت ± 0.005 گرم توزین و در بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری ریخته سپس مقدار ۹۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید. در هنگام بهم زدن مخلوط، ۱۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۲-۲-۴) به آن اضافه کنید. محلول را به آرامی حرارت دهید و نمونه را با انتهای میله شیشه‌ای برای اطمینان از تجزیه (انحلال) کامل سیمان خرد کنید و اجازه دهید محلول به مدت ۱۵ دقیقه تا حل شدن^۱، روی حمام، زیر دمای نقطه جوش قرار گیرد.
سپس آن را با کاغذ صافی بافت متوسط (۴-۳-۱۶)، داخل بشر ۴۰۰ میلی‌لیتری صاف کنید. رسوب را کاملاً با آب تقریباً جوش شستشو دهید، تا عاری از یون کلر شود و برای تایید آن از آزمون نیترات نقره استفاده کنید (۴-۳-۱).

حجم محلول را حدود ۲۵۰ میلی‌لیتر تنظیم کنید، اگر لازم بود، pH محلول را توسط هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۱۱ (۱۱+۱) (۴-۲-۷) یا آمونیم هیدروکسید با نسبت ۱ به ۱۶ (۱۶+۱) (۴-۲-۲۹)، بین (۱/۰ تا ۱/۵)، تنظیم کنید.

محلول را به مدت ۵ دقیقه بجوشانید. بررسی کنید که محلول شفاف باشد، در غیر این صورت آزمون را با یک بخش جدید از نمونه، مجدداً تکرار کنید. در حین هم‌خوردن، محلول را در نقطه جوش نگه دارید و ۱۰ میلی‌لیتر باریم کلرید را قطره قطره به آن اضافه کرده، حرارت داده تا زیر نقطه جوش (۴-۲-۴۲)، نگه دارید. محلول را

زیر نقطه جوش برای حداقل ۳۰ دقیقه نگه دارید و مطمئن شوید حجم آن بین (۲۲۵ تا ۲۵۰) میلی لیتر باشد و سپس بشر را بیوشانید و در دمای اطلاق به مدت (۱۲ تا ۲۴) ساعت قبل از صاف کردن، نگه دارید. رسوب را با کاغذ صافی بافت ریز (۴-۳-۱۶) صاف کنید، با آب داغ شستشو دهید تا عاری از یون کلر گردد و برای محلول زیر صافی، آزمون نیترات نقره (۴-۱-۳) را انجام دهید. کاغذ صافی محتوی رسوب را در دمای (95.0 ± 2.5) درجه سلسیوس (۴-۱-۱) تا رسیدن به وزن ثابت (m_{10}) (۴-۱-۲) بسوزانید. یادآوری - به طور کلی برای رسیدن به وزن ثابت، زمان ۱۵ دقیقه کافی می باشد.

۴-۲-۴-۳ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار سولفات که به صورت SO_3 برحسب درصد از رابطه (۱۰) محاسبه کنید:

$$SO_3 = \frac{m_{10} \times 0.343 \times 100}{m_9} = 34.3 \times \frac{m_{10}}{m_9} \quad (10)$$

که در آن:

m_9 وزن نمونه بر حسب گرم؛

m_{10} مقدار باریم سولفات بر حسب گرم.

۴-۲-۴-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۰۷ درصد است.

انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۰۸ درصد است.

۴-۴-۳ تعیین باقی مانده نامحلول در هیدروکلریک اسید و سدیم کربنات

۴-۴-۳-۱ اصول

این روش برای اندازه گیری باقی مانده نامحلول سیمان حل شده در هیدروکلریک اسید رقیق، جهت به حداقل رساندن میزان رسوب شدن سیلیکا محلول به کار می رود. رسوب باقی مانده حاصله را به منظور انحلال مقادیر کم سیلیکا که ممکن است رسوب کرده باشد با محلول جوشان سدیم کربنات واکنش دهید. بعد از سوزاندن، باقی مانده را به روش وزن سنجی تعیین کنید.

۴-۳-۴-۲ روش انجام آزمون

(0.100 ± 0.005) گرم سیمان (m_{11}) را با ترازویی با درستی ± 0.0005 گرم توزین و در بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری ریخته، سپس ۹۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید. هنگامی که مخلوط روی همزن بهم می‌خورد ۱۰ میلی‌لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ (۲-۲-۴) به آن اضافه کنید. محلول را به آرامی حرارت دهید و با انتهای میله شیشه‌ای برای اطمینان از تجزیه (انحلال) کامل، نمونه را خرد نموده و اجازه دهید محلول مدت ۱۵ دقیقه روی حمام زیر نقطه جوش قرار گیرد. باقی‌مانده را روی کاغذ صافی باند متوسط (۴-۳-۱۶) صاف کنید و باقی‌مانده آن را با آب تقریباً جوش بشوید. کاغذ صافی و رسوب را به بشر منتقل نموده و ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول داغ سدیم کربنات به آن اضافه کنید (۴-۲-۲۶). مدت تقریباً ۳۰ دقیقه بجوشانید. باقی‌مانده را روی کاغذ صافی باند متوسط صاف کنید و با آب تقریباً جوش شستشو دهید، سپس چهار مرتبه با هیدروکلریدریک اسید با نسبت ۱ به ۱۹ (۱۹ + ۱) (۴-۲-۸) شستشو داده تا pH آن توسط کاغذ شناساگر (۱۸-۵-۲) کم‌تر از ۲ تعیین می‌شود، برسد. و همچنین با آب تقریباً جوش شستشو دهید تا عاری از یون کلر گردد و برای محلول زیر صافی آزمون نقره نترات (۴-۱-۳) را انجام دهید. کاغذ صافی محتوی رسوب را در دمای (25 ± 950) درجه سلسیوس (۴-۱-۱) تا رسیدن به وزن ثابت (m_{12}) (۴-۱-۲) بسوزانید.

یادآوری - به‌طور کلی برای رسیدن به وزن ثابت، زمان ۳۰ دقیقه کافی می‌باشد.

اگر محلول صاف شده، کدر بود مجدداً توسط کاغذ صافی باند ریز صاف نموده، با آب داغ بشوید و هر دو کاغذ صافی باقیمانده را با یکدیگر بسوزانید. اگر باز هم با انجام این اعمال محلول زیر صافی کدر بود باید از اثر این باقیمانده نامحلول صرف نظر کرد.

۴-۳-۴-۳ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار باقی‌مانده نامحلول را، برحسب درصد از رابطه (۱۱) محاسبه کنید:

$$IR = \frac{m_{12}}{m_{11}} \times 100 \quad (11)$$

که در آن:

m_{11} وزن نمونه سیمان بر حسب گرم؛

m_{12} وزن نمونه باقیمانده پس از قرار گرفتن در کوره بر حسب گرم.

۴-۳-۴-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۰۴ درصد است.

انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۰۶ درصد است.

۴-۴-۴ تعیین باقی مانده نامحلول در هیدروکلریک اسید و پتاسیم هیدروکسید

۴-۴-۴-۱ اصول

در این روش ابتدا باقی مانده نامحلول سیمان حل شده در هیدروکلریک اسید به دست آمده و سپس رسوب حاصله را با محلول در حال جوش پتاسیم هیدروکسید واکنش می دهیم. بعد از سوزاندن، رسوب باقی مانده به روش وزن سنجی، تعیین می شود.

۴-۴-۴-۲ روش انجام آزمون

(۰/۰۵ ± ۱/۰۰) گرم سیمان (m_{13}) را با ترازویی با درستی ± 0.0005 گرم توزین و در یک ظرف سرامیکی ریخته، ۲۵ میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید و با یک میله شیشه ای آن را پخش کنید. ۴۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۲-۲-۴) به آن اضافه کنید. محلول را به آرامی حرارت دهید و با انتهای میله شیشه ای برای اطمینان از تجزیه (انحلال) کامل نمونه را خرد کنید. اجازه دهید بر روی حمام بخار آب خشک گردد (۴-۳-۱۴). این عملیات را مجدداً با ۲۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ تکرار کنید (۲-۲-۴). باقی مانده سومین مرحله تبخیر را با ۱۰۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۳ (۳+۱) واکنش دهید (۴-۲-۵). مجدداً محلول را گرم نموده و توسط کاغذ صافی باند متوسط (۴-۳-۱۶) صاف کرده و با آب تقریباً جوش تا آزاد سازی کامل یون کلر، شستشو دهید، آزمون نیترات نقره (۴-۱-۳) را انجام دهید. کاغذ صافی را به همراه محتویاتش به یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری که با کندانسور حبابی (۴-۳-۸) به خوبی وصل شده، منتقل کنید و ۱۰۰ میلی لیتر محلول هیدروکسید پتاسیم (۴-۲-۲۷) را به آن اضافه کنید. به مدت ۱۶ ساعت محلول را در دمای اتاق نگه دارید سپس به مدت ۴ ساعت در زیر رفلاکس^۱ بجوشانید. محلول را روی کاغذ صافی متوسط (۴-۳-۱۶) صاف نموده و با آب و سپس با ۱۰۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۹ (۹+۱) (۴-۲-۶) و نهایتاً با آب تقریباً جوش شستشو دهید تا عاری از یون کلر گردد، و برای محلول زیر صافی آزمون نیترات نقره (۴-۱-۳) را انجام دهید. کاغذ صافی محتوی رسوب را در دمای (۲۵ ± ۹۵۰) درجه سلسیوس (۴-۱-۱) تا رسیدن به وزن ثابت (m_{14}) (۴-۱-۲) بسوزانید. یادآوری - به طور کلی برای رسیدن به وزن ثابت زمان، ۳۰ دقیقه کافی می باشد.

۴-۴-۴-۳ روش محاسبه و بیان نتایج

1- reflux

مقدار باقی مانده نامحلول را، بر حسب درصد از رابطه (۱۲) محاسبه کنید:

$$IR = \frac{m_{14}}{m_{13}} \times 100 \quad (12)$$

که در آن:

m_{13} وزن نمونه سیمان بر حسب گرم؛

m_{14} وزن نمونه باقیمانده پس از قرار گرفتن در کوره بر حسب گرم.

۴-۴-۴-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۱۵ درصد است.

انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۱۸ درصد است.

۴-۴-۵ تعیین سولفید

۴-۴-۵-۱ اصول

در این روش سیمان تحت شرایط کاهشی (احیایی) و توسط هیدروکلریک اسید تجزیه می شود. سولفید موجود در آن تبدیل به هیدروژن سولفید می شود. هیدروژن سولفید تشکیل شده به وسیله جریان گاز وارد محلول آمونیاکی سولفات روی می گردد. مقدار رسوب روی سولفید توسط یدومتری تعیین می شود.

۴-۴-۵-۲ روش انجام آزمون

از دستگاه توضیح داده شده در بند ۴-۳-۹ استفاده کنید. (1.00 ± 0.05) گرم سیمان (m_{15}) را با ترازویی با درستی ± 0.0005 گرم توزین (یادآوری ۱ را ببینید) و در یک بالن ته گرد ۲۵۰ میلی لیتری با اتصال شیشه ای گرد بریزید. در حدود ۲/۵ گرم قلع (II) کلرید (۴-۲-۳۴) و ۰/۱ گرم کروم (۴-۲-۲۵) به آن اضافه کنید (یادآوری ۲ را ببینید). در ۵۰ میلی لیتر آب آن را پخش کنید. بالن را به قیف و حباب وصل کنید. لوله خروجی شیشه ای را در محلول که شامل ۱۵ میلی لیتر روی سولفات آمونیاکی (۴-۲-۴۸) و ۲۸۵ میلی لیتر آب است قرار دهید. به منبع گاز (هوا، نیتروژن یا آرگون) وصل کنید، جریان گاز را روی ۱۰ میلی لیتر بر دقیقه تنظیم کنید. جریان گاز را قطع کنید. ۵۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۱ (۱+۱) (۴-۲-۳) به وسیله قیف به آن اضافه کنید. مجدداً جریان گاز را برقرار کنید محتویات فلاسک را گرم کنید تا برای ۱۰ دقیقه بجوشد. لوله خروجی را جدا کنید و بگذارید در محلول به عنوان یک همزن در طول تیتراسیون بماند.

محلول را تا دمای اتاق سرد کنید و ۱۰ میلی لیتر پتاسیم یدات تقریباً ۰/۱۶۶ مول بر لیتر (۴-۲-۶۱) توسط پیپت و ۲۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۴-۲-۲) به آن اضافه کنید. با محلول سدیم تیوسولفات (۴-۲-۲)

۶۲) تا ظهور زرد کمرنگ تیترا کنید. سپس ۲ میلی لیتر محلول نشاسته (۴-۲-۵۰) به آن اضافه کرده و تا زمانی که رنگ از آبی به بی رنگ تغییر کند، تیتراسیون را ادامه دهید.

یادآوری ۱- اگر مقدار سولفید کم تر از ۰/۰۱ درصد باشد مقدار نمونه باید افزایش یابد.

یادآوری ۲- کروم به تجزیه پیریت (FeS_2) در نمونه سیمان کمک می کند.

۴-۴-۵-۳ روش محاسبه و بیان نتایج

$$S^{2-} = \frac{[(V_8 \times F) - (V_9 \times f)] \times 1.603 \times 100}{1000 \times m_{15}} = 0.1603 \times \frac{[(V_8 \times F) - (V_9 \times f)]}{m_{15}} \quad (13)$$

که در آن:

V_8 حجم محلول پتاسیم یدات بر حسب میلی لیتر؛

F فاکتور محلول پتاسیم یدات؛

V_9 حجم محلول سدیم تیو سولفات مصرفی برای تیتراسیون بر حسب میلی لیتر؛

f فاکتور محلول سدیم تیو سولفات؛

m_{15} جرم نمونه سیمان بر حسب گرم.

۴-۴-۵-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۰۲ درصد است.

انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۰۴ درصد است.

۴-۴-۶ اندازه گیری منگنز

۴-۴-۶-۱ اصول روش

منگنز موجود در نمونه توسط پتاسیم پریدات به پرمنگنات (MnO_4^-) اکسید می شود. جذب این محلول بنفش رنگ در ۵۲۵ نانومتر اندازه گیری می شود. یون های فریک Fe^{3+} با فسفریک اسید کمپلکس می دهد که به تشکیل یون پرمنگنات MnO_4^- و تثبیت رنگ محلول، کمک می کنند.

۴-۴-۶-۲ انجام آزمون

(۰/۰۵ ± ۰/۰۰۵) گرم سیمان (m_{16}) را با ترازویی با دقت ± 0.0005 گرم توزین و در بشر ۲۵۰ میلی لیتری بریزید. در ۷۵ میلی لیتر آب آن را پخش کنید. با احتیاط ۱۵ میلی لیتر نیتریک اسید (۴-۲-۱۳) اضافه کنید و مخلوط را جوشانده تا زمانی که به طور کامل عاری از هیدروژن سولفید (H_2S) شده و تا به طور کامل حل شود. (یادآوری ۲).

یادآوری ۱- برای مقادیر منگنز ۰/۰۱ درصد باید مقدار نمونه نزدیک یک گرم باشد و تغییرات احتمالی در مقدار غلظت منگنز باید در نظر گرفته شود.

یادآوری ۲- برای سیمان‌هایی که دارای مقدار نامحلول بالایی هستند، ذوب قلیایی نمونه به منظور حصول محلول کامل ضروری می‌باشد. این عملیات توسط ذوب با سدیم پراکسید و اندازه‌گیری عناصر اصلی انجام می‌شود (بند ۴-۵-۲ را ببینید). محلول را با استفاده از کاغذ صافی بافت متوسط در یک بشر ۴۰۰ میلی‌لیتری صاف کرده و با آب گرم شستشو داده تا حجم آن ۱۲۰ میلی‌لیتر برسد. به این محلول ۱۰ میلی‌لیتر فسفریک اسید (۴-۲-۲۰) اضافه کرده، به هم بزنید و سپس ۱/۵ گرم پتاسیم پریدات (۴-۲-۳۶) اضافه کنید. محلول را حرارت داده تا بجوشد و به رنگ صورتی واضحی از پرمنگنات ظاهر شود. اگر این رنگ ظاهر نشد، اسیدیته محلول را با افزودن چند قطره هیدروکسید آمونیوم غلیظ کاهش دهید (۴-۲-۲۶). هنگامی که رنگ موردنظر ظاهر شد جوشاندن را به مدت ۳۰ دقیقه ادامه دهید. محلول را پس از سرد شدن به یک بالن حجمی ۲۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید و توسط آب مقطر به حجم برسانید.

توسط دستگاه فتومتر (۴-۳-۱۰ و ۴-۳-۱۱) جذب محلول را در مقابل آب و در طول موج ۵۲۵ نانومتر اندازه‌گیری کنید. جذب را تا سه رقم اعشار یادداشت کنید. جذب خوانده شده از منحنی واسنجی (۴-۲-۶۳-۳) به سل استفاده شده بستگی دارد. C، غلظت منگنز بر حسب میلی‌گرم منگنز بر ۲۰۰ میلی‌لیتر می‌باشد. غلظت منگنز، C، را تا سه رقم اعشار یادداشت کنید.

۴-۴-۶-۳ روش محاسبه نتایج

مقدار منگنز Mn را بر حسب درصد از رابطه (۱۴) محاسبه کنید:

$$Mn = \frac{C \times 100}{1000 \times m_{16}} = 0.1 \times \frac{C}{m_{16}} \quad (14)$$

که در آن:

C غلظت منگنز محلول بر حسب میلی‌گرم بر ۲۰۰ میلی‌لیتر؛
m₁₅ مقدار نمونه آزمون بر حسب گرم.

۴-۴-۶-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۰۰۳ درصد است.
انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۰۳ درصد است.

۴-۴-۶-۵ بیان نتایج

مقدار منگنز به‌طور معمول به صورت MnO یا Mn₂O₃ بیان می‌شود. روابط (۱۵) و (۱۶) برای محاسبه آن‌ها استفاده می‌شود:

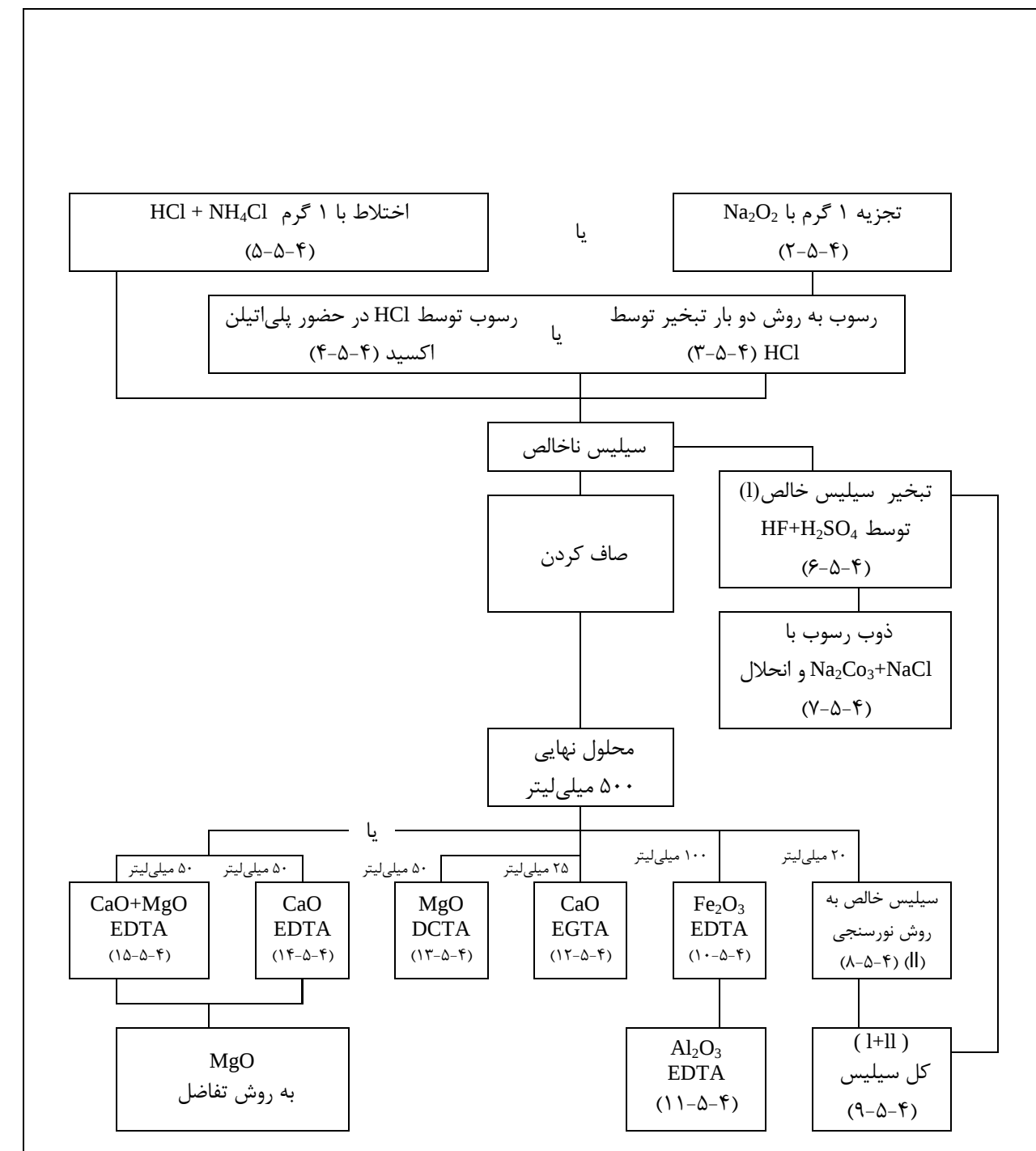
$$\text{MnO} = 1.29 \times \text{Mn} \quad (15)$$

$$\text{Mn}_2\text{O}_3 = 1.44 \times \text{Mn} \quad (16)$$

۴-۵ اندازه‌گیری عناصر اصلی

۴-۵-۱ اساس روش

تجزیه‌ها پس از انحلال کامل سیمان انجام می‌شود. تجزیه با هیدروکلریک اسید و آمونیم کلرید (روش جایگزین) می‌تواند برای سیمان‌هایی با باقی‌مانده (اندازه‌گیری طبق بند ۴-۴-۳) نامحلول کم‌تر از ۱/۵ درصد انجام شود. سیمان به روش درهم جوشی^۱ با سدیم پراکسید یا توسط واکنش با هیدرو کلریک اسید در حضور آمونیم کلرید تجزیه می‌شود در مرحله اول پس از حل شدن نمونه جامد زینتر شده در هیدرو کلریک اسید قسمت اعظم سیلیس هم توسط تبخیر مجدد و یا توسط هیدروکلریدریک اسید با منعقد شدن توسط پلی اتیلن اکسید رسوب می‌کند، در مرحله دوم قسمت اعظم سیلیس توسط واکنش جدا می‌شود. سیلیس ناخالص ته نشین شده با هیدرو فلوئوریک اسید و سولفوریک اسید واکنش می‌دهد تا سیلیس تبخیر شود. باقی‌مانده با مخلوط سدیم کربنات و سدیم کلرید واکنش داده در هیدرو کلریک اسید حل می‌شود و به سیلیس صاف شده اضافه می‌گردد. در مورد واکنش با هیدرو کلریک اسید در حضور آمونیوم کلرید، اگر باقی‌مانده حاصل شده پس از تبخیر سیلیس ناخالص توسط فلوئوریدریک اسید و سولفوریک اسید بیش از ۰/۵ درصد باشد این روش کارآیی ندارد. در این حالت لازم است که تجزیه سیمان توسط سدیم پراکسید صورت گیرد. در محلول نهایی، سیلیس محلول توسط روش فتومتری تعیین می‌گردد و آهن (III) اکسید، آلومینیم اکسید، کلسیم اکسید و منیزیم اکسید توسط روش‌های کمپلکسومتری تعیین می‌گردند. نمایی از نمودار تجزیه شیمیایی در شکل ۴ نشان داده شده است. مقادیر نسبی سیلیس ناخالص، خالص و محلول به مقدار زیادی به روش به کار برده شده بستگی دارد اما نتایج یکسانی برای سیلیس کل توسط هر کدام از روش‌های انتخابی در شکل ۴ باید حاصل شود. اگر مقادیر نامحلول در هیدرو کلریدریک اسید و کربنات سدیم (بند ۴-۴-۳ را ببینید)، بزرگ‌تر از ۱/۵ درصد بود، لازم است روش تجزیه توسط سدیم پرکسید انجام شود. هنگامی که روش آمونیوم کلرید استفاده می‌شود، اگر باقی‌مانده بعد از تبخیر با هیدروفلوریک اسید و هیدرو کلریدریک اسید بیش‌تر از ۰/۵ درصد است، لازم است تجزیه توسط انحلال در سدیم پر اکسید انجام شود.



شکل ۴ - نمایی از دیاگرام برای تجزیه عناصر اصلی

۲-۵-۴ تجزیه با سدیم پرکسید

(0.105 ± 0.005) گرم سیمان (m_{17}) را با ترازویی با دقت ± 0.0005 گرم توزین و با حدود ۲ گرم سدیم پرکسید (۳۷-۲-۴) در یک بوته پلاتینی (۱-۲-۳-۴) قرار دهید و با یک همزن به خوبی مخلوط کنید. توسط یک برس

همزن را تمیز کرده به طوری که هیچ ذره‌ای به هم‌زن نچسبیده باشد. مخلوط را با حدود یک گرم سدیم پرکسید بیوشانید. با دقت بوتله که با درب محکم پوشیده شده را (۲-۲-۳-۴) به مدت دو دقیقه در کوره در باز (۳-۴-۵) پیش گرم کنید سپس بوتله را در کوره با دمای (10 ± 50) درجه سلسیوس قرار دهید.

بعد از ۳۰ دقیقه بوتله را از کوره خارج کنید و اجازه دهید بوتله در دمای اتاق خنک شود. جسم جامد درهم جوش شده نباید به اطراف بوتله چسبیده باشد. اگر این طور بود، تجزیه باید در دمایی ۱۰ درجه سلسیوس پایین‌تر از آن‌چه در ابتدا استفاده شد تکرار گردد.

جسم جامد درهم جوش شده را به یک بشر ۴۰۰ میلی‌لیتری منتقل نموده و بوتله را با ۱۵۰ میلی‌لیتر آب سرد شستشو دهید.

درب بشر را با یک شیشه ساعت بیوشانید و حرارت دهید تا جسم جامد به طور کامل از هم جدا شوند. سپس با احتیاط ۵۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۲-۲-۴) به آن اضافه کنید. محلول به دست آمده باید کاملاً شفاف باشد. اگر این طور نبود آن را برگردانیده و تجزیه شدن را توسط پرکسید در دمای افزایش یافته تا ۱۰ درجه سلسیوس یا برای مرتبه دوم در کوره تکرار کنید. به محلول یک میلی‌لیتر سولفوریک اسید با نسبت ۱ به ۱ (۱+۱) اضافه کنید (۲-۴-۱۷). اجازه دهید محلول به مدت ۳۰ دقیقه بجوشد. این محلول برای رسوب‌گیری سیلیس، مطابق بندهای ۴-۵-۳ و ۴-۵-۴ آماده می‌باشد.

۴-۵-۳ رسوب و اندازه‌گیری سیلیس - روش دو بار تبخیر (روش مرجع)

۴-۵-۳-۱ روش انجام آزمون

محلول تهیه شده در بند ۴-۵-۲ را تا خشک شدن توسط هیتتری که دمای آن (5 ± 105) درجه سلسیوس (۴-۱۴) است تبخیر کنید. با چند قطره هیدروکلریک اسید غلیظ (۲-۲-۴) مرطوب کنید. به مدت یک ساعت اجازه دهید در همین دما بماند.

پس از سرد شدن به باقی‌مانده ۱۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۲-۲-۴) اضافه کنید. پس از گذشت چند دقیقه با ۵۰ میلی‌لیتر آب آن را رقیق کنید، محلول را به نقطه جوش برسانید و آن را توسط کاغذ صافی متوسط (۴-۳-۱۶) در یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری صاف کنید. کاغذ صافی محتوی رسوب را با آب گرم سه مرتبه بشوئید. مایع زیر صافی را تبخیر کنید و به روش یکسانی شستشو دهید، سپس ۱۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۲-۲-۴) به آن اضافه کرده و با ۵۰ میلی‌لیتر آب رقیق کنید. محلول را بجوشانید و سپس توسط کاغذ صافی متوسط در یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری صاف کنید. اگر صاف کردن مشکل شد، یک کاغذ صافی دیگر استفاده کنید بقیه محلول را صاف کنید و هر دو کاغذ را برای تعیین باقی‌مانده رسوب، استفاده کنید.

کاغذ صافی و باقی‌مانده را با آب داغ شستشو دهید تا عاری از یون‌های کلرید شود، و آزمون نقره نیترات را انجام دهید (۴-۱-۳). ماحصل شستشو را در همان بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری جمع‌آوری کنید.

کاغذ صافی و باقی مانده را در بوته پلاتینی گذاشته و در دمای (1175 ± 25) درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت $(2-1-4)$ (m_{18}) بسوزانید $(1-1-4)$.

یادآوری - به طور کلی برای رسیدن به وزن ثابت، سوزاندن به مدت ۶۰ دقیقه کافی می باشد.

باقی مانده حاصل از سوزاندن را همانطور که در بند ۴-۵-۶ توضیح داده شده، تبخیر کنید. محلول باقی مانده حاصل از تبخیر $(4-5-7)$ را به محلول زیر صافی اضافه کنید و در یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری بریزید محلول های ترکیب شده برای تعیین رنگ سنجی سیلیس محلول (سیلیس باقیمانده در محلول) $(4-5-8)$ و هم-چنین برای تعیین کمپلکسومتری آهن (III) اکسید $(4-5-10)$ ، آلومینیم اکسید $(4-5-11)$ ، کلسیم اکسید $(4-5-11)$ یا $(4-5-14)$ و منیزیم اکسید $(4-5-13)$ یا $(4-5-15)$ استفاده می شود.

۴-۳-۵-۴ محاسبات و بیان نتایج

مقدار سیلیس ناخالص را بر حسب درصد از رابطه (17) محاسبه کنید:

$$\text{SiO}_2 \text{ ناخالص} = \frac{m_{18}}{m_{17}} \times 100 \quad (17)$$

که در آن:

m_{17} جرم نمونه استفاده شده در بند ۴-۵-۲ بر حسب گرم؛

m_{18} جرم تعیین شده طبق بند ۴-۵-۳-۱ بر حسب گرم.

۴-۵-۴ رسوب و تعیین سیلیس - روش پلی اتیلن اکسید (روش جایگزین)

۴-۵-۴-۱ روش انجام آزمون

محلول تهیه شده در بند ۴-۵-۲ را تا خشک شدن، تبخیر کنید. اجازه دهید بشر سرد شود. به باقیمانده، ۵ میلی لیتر آب و ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ $(4-2-2)$ اضافه کنید. در حین هم زدن تعدادی کاغذ صافی بدون خاکستر را که به صورت قطعه قطعه درآورده اید به مخلوط اضافه کنید و ۵ میلی لیتر محلول پلی-اتیلن اکسید $(4-2-51)$ به آن اضافه کنید و مطمئن شوید که رسوب و پلی اتیلن اکسید به خوبی مخلوط شده به ویژه رسوبی به اطراف بشر نچسبیده باشد. مخلوط را به خوبی به هم زده و ۱۰ میلی لیتر آب به آن اضافه کنید و اجازه دهید به مدت ۵ دقیقه در این حالت باقی بماند.

سپس رسوب را توسط کاغذ صافی متوسط $(4-3-15)$ در یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری صاف نموده و با هیدروکلریک اسید گرم با نسبت ۱ به ۱۹ $(19+1)$ $(4-2-8)$ شستشو دهید. کلیه رسوب های چسبیده به اطراف بشر را با استفاده از یک تکه کاغذ تمیز کنید. کاغذ و رسوب را کم تر از ۵ مرتبه با هیدروکلریک اسید گرم با نسبت ۱ به ۱۹ $(19+1)$ شسته سپس با آب گرم شستشو دهید مطمئن شوید که رسوب روی کاغذ به خوبی شسته شده و عاری از یون کلر باشد، آزمون نقره نیترات را انجام دهید. ماحصل شستشو را در همان بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری جمع کنید.

کاغذ صافی و باقی مانده را در بوته پلاتینی گذاشته و در دمای (1175 ± 25) درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت $(2-1-4)$ (m_{19}) بسوزانید $(1-1-4)$.

یادآوری - به طور کلی برای رسیدن به وزن ثابت، سوزاندن به مدت ۶۰ دقیقه کافی می باشد.

باقی مانده حاصل از سوزاندن را همان طور که در بند ۴-۵-۶ توضیح داده شده، تبخیر کنید. محلول باقی مانده تبخیر $(4-5-7)$ را به محلول زیر صافی اضافه کنید و در یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری بریزید محلول های ترکیب شده برای تعیین رنگ سنجی سیلیس محلول (سیلیس باقیمانده در محلول) $(4-5-8)$ و همچنین برای تعیین کمپلکسومتری اکسید آهن (III) $(4-5-10)$ ، اکسید آلومینیم $(4-5-11)$ ، اکسید کلسیم $(4-5-11)$ یا $(4-5-11)$ و اکسید منیزیم $(4-5-13)$ یا $(4-5-15)$ استفاده می شود.

۴-۵-۲ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار سیلیس ناخالص را بر حسب درصد از رابطه (۱۸) محاسبه کنید:

$$SiO_2 \text{ ناخالص} = \frac{m_{19}}{m_{17}} \times 100 \quad (18)$$

که در آن:

m_{17} جرم آزمون استفاده شده در بند ۴-۵-۲ بر حسب گرم؛

m_{19} جرم تعیین شده طبق بند ۴-۵-۱ بر حسب گرم.

۴-۵-۵ تجزیه با هیدرو کلریک اسید و آمونیم کلرید و رسوب سیلیس (روش جایگزین)

۴-۵-۵-۱ کلیات

این روش فقط زمانی استفاده می شود که باقی مانده نامحلول تعیین شده طبق بند ۴-۴-۳، بیش از ۱/۵ درصد نباشد.

۴-۵-۵-۲ روش انجام آزمون

(0.100 ± 0.005) گرم سیمان (m_{20}) را با ترازویی با درستی ± 0.0005 گرم توزین در یک بشر ۱۰۰ میلی لیتری قرار دهید. حدود یک گرم آمونیم کلرید $(4-2-32)$ به آن اضافه کنید و با یک میله شیشه ای به طور کامل مخلوط کنید. سپس با یک شیشه ساعت روی بشر را بپوشانید و با احتیاط ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ $(4-2-2)$ به آن اضافه کنید و بگذارید تا بخار اسید از لبه بشر پوشیده شده پائین رود. بعد از کامل شدن واکنش شیمیایی درپوش را برداشته به آن ۱۰ قطره نیتریک اسید $(4-2-13)$ اضافه و با یک میله شیشه ای آن را هم زده و کلوخه ها را نیز خرد کنید.

بشر را به مدت ۳۰ دقیقه روی یک حمام بخار قرار دهید. محتویات بشر را با مقداری آب گرم رقیق کرده و کاغذ صافی بافت متوسط $(4-3-16)$ را درون قیف گذاشته و در یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری قرار داده رسوب

ژلاتینی که ممکن است رقیق نباشد را به‌طور کامل روی کاغذ صافی انتقال دهید و اجازه دهید محلول از کاغذ صافی عبور کند. همه باقی‌مانده رسوب چسبیده به بشر را با یک خراشنده پلاستیکی یا لاستیکی جدا کنید. بشر و باقیمانده را با هیدروکلریک اسید رقیق داغ با نسبت ۱ به ۹۹ (۱+۹۹) (۸-۴) شستشو دهید. باقی‌مانده را با آب داغ شستشو دهید تا عاری از یون‌های کلرید شود، و آزمون نقره نیترات را انجام دهید (۴-۱-۳). باقی‌مانده شستشو را در همان بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری جمع کنید.

این محلول به همراه رسوب تبخیر شده که در بند ۴-۵-۷ شرح داده شد برای تعیین فتومتریک سیلیکای محلول (به‌عنوان مثال رسوب سیلیکا در محلول) طبق بند ۴-۵-۸ استفاده می‌شود.

کاغذ صافی و باقی‌مانده را در بوته پلاتینی گذاشته و در دمای (1175 ± 25) درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت (۴-۱-۲) (m_{21}) بسوزانید (۴-۱-۱).

یادآوری- به‌طور کلی برای رسیدن به وزن ثابت، سوزاندن به مدت ۶۰ دقیقه کافی می‌باشد. باقی‌مانده حاصل از سوزاندن را همان‌طور که در بند ۴-۵-۶ توضیح داده شده، تبخیر کنید.

۴-۵-۵-۳ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار سیلیس ناخالص را برحسب درصد از رابطه (۱۹) محاسبه کنید:

$$\text{SiO}_2 \text{ ناخالص} = \frac{m_{21}}{m_{20}} \times 100 \quad (19)$$

که در آن:

m_{20} جرم آزمون استفاده شده در بند ۴-۵-۲ بر حسب گرم؛

m_{21} جرم تعیین شده طبق بند ۴-۵-۲ بر حسب گرم.

۴-۵-۶ اندازه‌گیری سیلیس خالص

۴-۵-۶-۱ روش انجام آزمون

رسوب به‌دست آمده از بندهای ۴-۵-۳-۱ (m_{18}) یا ۴-۵-۴-۱ (m_{19}) یا ۴-۵-۵-۲ (m_{21}) را با حدود ۰/۵ تا ۱ میلی‌لیتر آب مرطوب کرده و تقریباً ۱۰ میلی‌لیتر هیدروفلوئوریک اسید (۴-۲-۱۱) و ۲ قطره سولفوریک اسید (۴-۲-۱۶) به آن اضافه کنید. محلول را در زیر هود بر روی حمام شنی یا هات پلیت (۴-۳-۱۵) تا جایی که بخارات سفید سولفوریک اسید تمام شوند، تبخیر کنید.

رسوب حاصل از تبخیر را داخل بوته و در یک کوره الکتریکی (۴-۳-۵) در دمای (1175 ± 25) درجه سلسیوس برای ۱۰ دقیقه بسوزانید، سپس تا رسیدن به دمای اتاق در داخل خشکانه سرد و بعد وزن کنید (m_{22}).

رسوب حاصل از تبخیر را طبق بند ۴-۵-۷ تجزیه کنید. اگر رسوب به‌دست آمده توسط این روش بیش از ۰/۵ درصد باشد تجزیه را مجدداً توسط سدیم پراکسید (۴-۵-۲) انجام دهید.

۴-۵-۶ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار سیلیس خالص را برحسب درصد از رابطه (۲۰) محاسبه کنید:

$$SiO_2 \text{ خالص} = \frac{m_{24} - m_{22}}{m_{23}} \times 100 \quad (20)$$

که در آن:

m_{22} جرم تعیین شده طبق بند ۴-۵-۶ بر حسب گرم؛

m_{23} جرم نمونه استفاده شده در بند ۴-۵-۶ (m_{17}) یا در بند ۴-۵-۶-۲ (m_{20}) بر حسب گرم؛

m_{24} جرم تعیین شده طبق بند ۴-۵-۶-۱ (m_{18})، ۴-۵-۶-۱ (m_{19}) یا ۴-۵-۶-۲ (m_{21}) بر حسب گرم.

۴-۵-۷ تجزیه رسوب تبخیر شده

به رسوب تبخیر شده به دست آمده از بند ۴-۵-۶-۱، حدود دو گرم مخلوط سدیم کربنات و سدیم کلرید به آن اضافه کنید (۴-۲-۴۱) و با یک شعله گازی مثل مشعل آن را ذوب می‌کنیم. مایع ذوب شده را مرتباً داخل بوتله بچرخانید تا باقی‌مانده آن کاملاً حل گردد.

با چشم کنترل کنید که هیچ رسوبی در ته بوتله باقی‌نمانده باشد. اجازه دهید بوتله و محتویاتش سرد شود آن را به یک بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری منتقل نموده و حدود ۱۰۰ میلی‌لیتر آب به آن افزوده و با چند میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (۴-۲-۲) آن را اسیدی کنید. وقتی رسوب به‌طور کامل حل شد، بوتله را از مخلوط خارج کرده و با آب شستشو دهید.

شفاف بودن محلول را کنترل کنید اگر محلول شفاف نبود با کاغذ صافی متوسط (۴-۳-۱۶) مجدداً صاف کرده و شستشو دهید، بسوزانید و تجزیه را مطابق با روش بالا تکرار کنید. محلول بدست آمده را به بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری را که محتوی محلول زیر صافی از رسوب سیلیس توضیح داده شده در بندهای ۴-۵-۶-۱ یا ۴-۵-۶-۲ است منتقل کنید و با آب به حجم برسانید.

پس از این‌که بالن را به شدت تکان دادید این محلول برای تعیین فتومتریک، سیلیس محلول (۴-۵-۸) و همچنین برای تعیین کمپلکسومتری اکسید آهن (III) (۴-۵-۱۰)، اکسید آلومینیم (۴-۵-۱۱)، اکسید کلسیم (۴-۵-۱۲) یا (۴-۵-۱۴) و اکسید منیزیم (۴-۵-۱۳ یا ۴-۵-۱۵) استفاده می‌شود.

۴-۵-۸ تعیین سیلیس محلول

۴-۵-۸-۱ روش انجام آزمون

توسط پیپت، ۲۰ میلی‌لیتر از محلول تهیه شده طبق بند ۴-۵-۷ را از بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری به یک بشر پلی اتیلنی که حاوی یک همزن مغناطیسی (۴-۳-۱۳) است ریخته و ۲۰ میلی‌لیتر آب به آن اضافه کنید. در

حین هم خوردن مخلول با همزن مغناطیسی (۴-۳-۱۳)، ۱۵ قطره معادل (۰/۰۵ ± ۱/۶) میلی‌لیتر به‌صورت قطره قطره، سدیم هیدروکسید (۴-۲-۳۱) یا هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۲ (۲+۱) (۴-۲-۴)، هیدروفلوئوریک اسید با نسبت ۱ به ۳ (۳+۱) (۴-۲-۱۲) به آن مخلول اضافه کنید، مجدداً اجازه دهید برای کم‌تر از یک دقیقه به‌هم بخورد سپس توسط پی پت ۱۵ میلی‌لیتر مخلول بوریکی اسید (۴-۲-۵۲) به آن اضافه کنید. توسط پی پت ۵ میلی‌لیتری مخلول آمونیوم مولیبدات (۴-۲-۵۵) به مخلول اضافه کنید. pH مخلول توسط یک pH متر (۴-۳-۱۸-۱) که با مخلول بافر مشابه با pH مخلول موردنظر واسنجی شده است تنظیم کنید (۴۰-۱/۴۰). ببینید (۴-۲-۶۰).

مخلول را به یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و بشر را با هیدروکلریک اسید با pH=۱/۶ (۴-۲-۲) شستشو دهید. پس از ۲۰ دقیقه، ۵ میلی‌لیتر مخلول سیتریک اسید (۴-۲-۵۳) به آن اضافه کنید، بهم بزنید و بگذارید ۵ دقیقه در این حالت بماند. سپس ۲ میلی‌لیتر مخلول کاهنده (۴-۲-۵۹) به آن اضافه کنید (در زمان صفر).

حجمی از هیدروکلریک اسید رقیق با pH=۱/۶ (۴-۲-۱۰) ساخته و مخلوط کنید. در زمان (۳۰+۰) دقیقه جذب را با دستگاه فتومتر (۴-۳-۱۰) در مقابل یک مخلول شاهد که به روش مشابه تهیه شده (۴-۶۳-۵) با همان طول موج و سل (۴-۳-۱۱) با باریکه نوری مشابه که برای رسم منحنی واسنجی استفاده شده است، اندازه‌گیری کنید (۴-۲-۶۴-۵). غلظت سیلیس (m_{25}) بر حسب میلی‌گرم سیلیس بر ۱۰۰ میلی‌لیتر را از روی منحنی واسنجی بخوانید.

۴-۸-۵-۲ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار سیلیس مخلول را برحسب درصد از رابطه (۲۱) محاسبه کنید:

$$\text{مخلول } \text{SiO}_2 = \frac{500 \times m_{25} \times 100}{20 \times 1000 \times m_{23}} = 2.5 \times \frac{m_{25}}{m_{23}} \quad (21)$$

که در آن:

m_{23} جرم استفاده شده در بند ۴-۵-۲ (m_{17}) یا بند ۴-۵-۵ (m_{20}) بر حسب گرم؛
 m_{25} غلظت سیلیکای مخلول به‌دست آمده طبق بند ۴-۵-۸-۱ بر حسب میلی‌گرم سیلیس در ۱۰۰ میلی‌لیتر.

۴-۵-۹ تعیین مجموع سیلیس

۴-۵-۹-۱ محاسبه و بیان نتایج

کل سیلیس برحسب درصد، مجموع سیلیس خالص (۴-۵-۶) و سیلیس مخلول (۴-۵-۸) می‌باشد.

۴-۵-۹-۲ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۱۰ درصد است.

انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۲۵ درصد است.

۴-۵-۱۰ تعیین مقدار آهن (III) اکسید

۴-۵-۱۰-۱ کلیات

حضور تیتانیم بر روی سرعت سنجش آهن توسط EDTA تاثیر می‌گذارد. که این خطا را می‌توان با آهسته کار کردن برای مثال با بورت اتوماتیک، بر طرف نمود. ممکن است به وسیله پوشاندن تیتانیم با دو میلی سولفوریک اسید با نسبت ۱ به ۱ (۱+۱) (۴-۲-۱۷) که قبل از سنجش به محلول اضافه می‌شود، این مزاحمت را از بین برد. در این روش از تعیین فتومتریک در نقطه پایانی استفاده می‌شود. همچنین می‌توان از روش تیتراسیون با دقت کم‌تر استفاده نمود. سولفوسالسیلیک اسید (۴-۲-۷۳) شناساگر مناسبی می‌باشد (تغییر رنگ از بنفش به زرد شفاف).

۴-۵-۱۰-۲ روش انجام آزمون

۱۰۰ میلی‌لیتر از محلول آماده شده طبق بند ۴-۵-۷ از بالن ۵۰۰ میلی‌لیتری را به وسیله پیپت برداشته و به بشر مناسب با تجهیز اندازه‌گیری منتقل کنید (۴-۳-۱۲). سپس مقداری آب برای رسیدن به حجم مناسبی برای عملکرد صحیح دستگاه، اضافه کنید. ۰/۵ گرم آمینو استیک اسید (۴-۲-۲۴) و (۰/۳۰ تا ۰/۴۰) گرم شناساگر سولفوسالسیلیک اسید (۴-۲-۲۷) به آن اضافه کنید.

به وسیله pH متر (۴-۳-۱۸-۱)، pH محلول را با استفاده از آمونیم هیدروکسید (۱+۱) (۴-۲-۲۷) و آمونیم هیدروکسید با نسبت ۱ به ۱۰ (۱۰+۱) (۴-۲-۲۸) روی (۰/۱ ± ۱/۵) تنظیم کنید.

محلول را تا دمای (47.5 ± 2.5) درجه سلسیوس گرم کنید. بشر را در دستگاهی (۴-۳-۱۲) که طول موج آن بر روی ۵۲۰ نانومتر تنظیم شده، قرار دهید و مادامی که به هم می‌خورد، با محلول تقریباً ۰/۰۳ مولار EDTA (۴-۲-۶۶) تیتیر کنید. در نزدیکی تغییر رنگ شناساگر، نموداری از مقادیر دانسیته نوری به صورت تابعی از حجم EDTA اضافه شده رسم کنید. مجموع حجم EDTA، V_{tot} ، اضافه شده را ثبت کنید. و حجم نقطه پایانی، V_{10} ، از تقاطع خط بیش‌ترین شیب در ناحیه تغییر رنگ و خط تقریباً ثابت دانسیته نوری بعد از تغییر رنگ تعیین کنید. حجم محلول EDTA اضافی، V_{EX} ، از کم کردن حجم، V_{10} ، از، V_{tot} ، به دست می‌آید. در طول تیتراسیون، دمای محلول نباید از ۵۰ درجه سلسیوس تجاوز کند. در غیر این صورت اندازه‌گیری باید تکرار شود.

این محلول تیتیر شده را برای تعیین آلومینیم اکسید طبق بند ۴-۵-۱۱-۱ نگه‌داری کنید.

۴-۵-۱۰-۳ روش محاسبه و بیان نتایج

$$Fe_2O_3 = \frac{0.03 \times 159.692 \times 500 \times V_{10} \times f_D}{2 \times 1000 \times 100 \times m_{23}} \times 100 = 1.1977 \times \frac{V_{10} \times f_D}{m_{23}} \quad (22)$$

که در آن:

V_{10} حجم تقریبی محلول ۰/۰۳ مولار EDTA استفاده شده در تیتراسیون بر حسب میلی لیتر؛
 f_D فاکتور تقریبی محلول ۰/۰۳ مولار EDTA تعیین شده طبق بند ۴-۲-۶۶؛
 m_{23} جرم آزمون استفاده شده در بند ۴-۵-۲ (m_{17}) یا بند ۴-۵-۲ (m_{20}) بر حسب گرم.

۴-۱۰-۵-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۰۸ درصد است.
 انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۱۵ درصد است.

۴-۵-۱۱ تعیین آلومینیم اکسید

۴-۱۱-۵-۴ روش انجام آزمون

محلول باقی مانده از بند ۴-۱۰-۵-۲ را تا دمای اتاق خنک کنید. سپس به آن ۵ میلی لیتر استیک اسید (۴-۲-۲۳) اضافه کنید، و بعد قطره قطره محلول آمونیم استات (۴-۲-۵۷) اضافه کرده تا pH محلول را به کمک pH متر (۴-۳-۱۸) روی (3.05 ± 0.05) تنظیم کنید. pH محلول نباید از ۳/۱۰ تجاوز کند. محلول را به جوش آورید و به آن سه قطره محلول مس کمپلکس (۴-۲-۶۷) و ۲ میلی لیتر شناساگر پان (۴-۲-۷۴) اضافه کنید. در طول تیتراسیون، محلول را به آرامی در حالت جوش زیر هود نگه دارید. با محلول تقریباً ۰/۰۳ مولار EDTA (۴-۲-۶۶) تا تغییر رنگ از بنفش مایل به صورتی تا زرد کم رنگ تیترا کنید. موقعی که رنگ صورتی ظاهر شد، محلول EDTA را قطره قطره اضافه کنید تا رنگ زرد ظاهر شده، حداقل برای یک دقیقه پایدار بماند.

۴-۱۱-۵-۲ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار آلومینیم اکسید را بر حسب درصد از رابطه (۲۳) محاسبه کنید:

$$Al_2O_3 = \frac{0.03 \times 101.961 \times 500 \times V_{11} \times f_D}{2 \times 1000 \times 100 \times m_{23}} \times 100 = 0.7647 \times \frac{V_{11} \times f_D}{m_{23}} \quad (23)$$

که در آن:

V_{11} حجم محلول تقریباً ۰/۰۳ مول بر لیتر EDTA مصرفی برای تیتراسیون بعلاوه حجم اضافی VEx (بند ۴-۱۰-۵-۲ را ببینید) بر حسب میلی لیتر؛
 f_D فاکتور محلول ۰/۰۳ مول بر لیتر EDTA تعیین شده طبق بند ۴-۲-۶۶-۳؛

m_{23} جرم آزمون استفاده شده در بند ۲-۵-۴ (m_{17}) یا ۲-۵-۵ (m_{20}) بر حسب گرم.

۳-۱۱-۵-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۱۰ درصد است.

انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۲۵ درصد است.

۱۲-۵-۴ تعیین اکسید کلسیم توسط EGTA (روش مرجع)

۱-۱۲-۵-۴ کلیات

در این روش از اندازه گیر فتومتریک در نقطه پایانی استفاده می‌شود. همچنین می‌توان از روش تیتراسیون با دقت کم‌تر استفاده نمود. مخلوط کلسین و شناساگرمتیل تیمول بلو (۴-۲-۷۶) (تغییر رنگ از سبز کمرنگ به صورتی) برای هر دو روش فتومتریک و چشمی به کار می‌رود. یادآوری - در این روش استرانسیوم اکسید تعیین و بر حسب کلسیم اکسید بیان می‌شود.

۲-۱۲-۵-۴ روش انجام آزمون

۲۵ میلی‌لیتر از محلول آماده شده طبق بند ۷-۵-۴ از بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری به وسیله پیپت برداشته به بشر مناسب تجهیز اندازه‌گیری منتقل کنید و حجم مشابه‌ای نظیر بند ۳-۶۸-۲-۴ با آب بسازید سپس ۲۵ میلی‌لیتر محلول تری اتانول آمینبا نسبت ۱ به ۴ (۱+۴) (۴-۲-۵۸) به آن اضافه کنید. توسط pH متر، pH محلول را بر روی (12.5 ± 0.5) با استفاده از محلول سدیم هیدروکسید (۴-۲-۳۱) تنظیم کنید. حدود ۰/۱ میلی گرم مورکسید (۴-۶۹)، شناساگر کلسین (۴-۷۰) یا مخلوط شناساگرهای کلسین و متیل تیمول بلو (۷۵-۴) اضافه کنید. بشر را در دستگاه (۴-۲-۷۱) قرار داده طول موج را اگر از مورکسید استفاده کردید بر روی ۶۲۰ نانومتر و اگر از کلسین استفاده کردید بر روی ۵۲۰ نانومتر قرار داده و در حین به هم خوردن محلول آن را توسط محلول ۰/۰۳ مول بر لیتر EGTA تیترا کنید (۴-۲-۶۸). در نزدیکی تغییر رنگ شناساگر، نموداری از مقادیر دانسیته نوری به صورت تابعی از حجم EGTA اضافه شده رسم نمائید و حجم V_{12} استفاده شده از تقاطع خط بیش‌ترین شیب در ناحیه تغییر رنگ و خط جذب ثابت بعد از تغییر رنگ تعیین کنید.

۳-۱۲-۵-۴ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار کلسیم اکسید را بر حسب درصد از رابطه (۲۴) محاسبه کنید:

$$CaO = \frac{0.03 \times 56.08 \times 500 \times V_{15} \times f_G}{1000 \times 50 \times m_{23}} \times 100 = 3.3648 \times \frac{V_{15} \times f_G}{m_{23}} \quad (24)$$

که در آن:

V_{15} حجم محلول تقریباً ۰/۰۳ مول بر لیتر EGTA مصرفی برای تیتراسیون بر حسب میلی لیتر؛
 f_G فاکتور محلول تقریباً ۰/۰۳ مول بر لیتر EGTA تعیین شده طبق بند ۴-۲-۶۶-۳؛
 m_{23} جرم آزمونه استفاده شده در بند ۴-۵-۲ (m_{17}) یا ۴-۵-۵-۲ (m_{20}) بر حسب گرم.

۴-۵-۱۲-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۱۸ درصد است.
انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۳۷ درصد است.

۴-۵-۱۳ تعیین منیزیم اکسید توسط DCTA (روش مرجع)

۴-۵-۱۳-۱ کلیات

در این روش از اندازه گیر فتومتریک در نقطه پایانی استفاده می شود. هم چنین می توان از روش تیتراسیون با دقت کم تر استفاده نمود. برای این منظور متیل تیمول بلو (۴-۲-۷۶) شناساگر مناسبی است (تغییر رنگ از آبی به خاکستری).

۴-۵-۱۳-۲ روش انجام آزمون

۲۵ میلی لیتر از محلول آماده شده طبق بند ۴-۵-۷ از بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری را به وسیله پیت برداشته به بشر منتقل کنید با تجهیزات اندازه گیری (۴-۳-۱۲)، ۵۰ میلی لیتر محلول تری اتانول آمین با نسبت ۱ به ۴ ($1+4$) (۴-۲-۵۸) و یک حجم، V_{13} ، از محلول EGTA (۴-۲-۶۸) به آن اضافه کنید. حجم، V_{13} ، مورد نیاز را بر حسب میلی لیتر از رابطه (۲۵) محاسبه کنید:

$$V_{13} = (2 \times V_{12}) + 1.5 \quad (25)$$

که در آن:

V_{12} حجم محلول EGTA استفاده شده طبق بند ۴-۵-۱۲-۲ بر حسب میلی لیتر؛

V_{13} حجم محلول EGTA محاسبه شده بر حسب میلی لیتر؛

بعد از اضافه کردن حجم محاسبه شده محلول EGTA، یک حجم مناسب از آب برای عملکرد صحیح دستگاه رقیق کنید. توسط pH متر (۴-۳-۱۸) pH این محلول را بر روی (۰/۵ ± ۱۰/۵) با استفاده از آمونیم هیدروکسید غلیظ (۴-۲-۲۶) تنظیم کنید.
بدون توزین حدود ۰/۱ گرم شناساگر متیل تیمول بلو (۴-۲-۷۵) اضافه کنید.

بشر را در دستگاه (۴-۳-۱۲) قرار داده طول موج را بر روی ۶۲۰ نانومتر قرار داده و در حین بهم خوردن محلول آن را توسط محلول تقریباً ۰/۰۱ مول بر لیتر DCTA تیترا کنید (۴-۲-۶۹). در نزدیکی تغییر رنگ شناساگر، نموداری از مقادیر دانسیته نوری به صورت تابعی از حجم DCTA اضافه شده رسم کنید. حجم V_{14} استفاده شده از تقاطع خط بیشترین شیب در ناحیه تغییر رنگ و خط جذب ثابت بعد از تغییر رنگ تعیین کنید.

۴-۵-۱۳-۳ محاسبه و بیان نتایج

مقدار اکسید منیزیم را بر حسب درصد از رابطه (۲۶) محاسبه کنید:

$$MgO = \frac{0.03 \times 40.311 \times 500 \times V_{14} \times f_c}{1000 \times 50 \times m_{23}} \times 100 = 0.4031 \times \frac{V_{14} \times f_c}{m_{23}} \quad (26)$$

که در آن:

V_{14} حجم محلول تقریباً ۰/۰۱ مول بر لیتر DCTA مصرفی برای تیتراسیون بر حسب میلی لیتر؛
 f_c فاکتور محلول تقریباً ۰/۰۳ مول بر لیتر DCTA تعیین شده طبق بند ۴-۲-۶۹-۳؛
 m_{23} جرم آزمون استفاده شده در بند ۴-۵-۲ (یا m_{17}) یا ۴-۵-۵-۲ (m_{20}) بر حسب گرم.

۴-۵-۱۳-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۱۵ درصد است.
 انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۱۵ درصد است.

۴-۵-۱۴ تعیین کلسیم اکسید توسط EDTA (روش جایگزین)

۴-۵-۱۴-۱ کلیات

در این روش از اندازه گیر فتومتریک در نقطه پایانی استفاده می شود. ممکن است در نقطه پایانی تیتراسیون تعیین شود. در این مورد، کالکن (۴-۲-۷۲) (تغییر رنگ از صورتی به آبی) یا معرف مخلوط کلسین و متیل تیمول بلو (۴-۲-۷۶) (تغییر رنگ از صورتی به زرد) یا معرف پاتن و ریدرز (تغییر رنگ از ارغوانی به آبی کم رنگ)، معرف های مناسب هستند.

یادآوری- در این روش استرانسیوم اکسید تعیین و بر حسب کلسیم اکسید بیان می شود.

۴-۵-۱۴-۱ محدودیت روش

این روش می‌تواند برای تعیین کلسیم اکسید در حضور منگنز استفاده شود. هنگامی که این روش در ارتباط با روش تعیین منیزیم اکسید توسط EDTA استفاده می‌شود (بند ۴-۵-۱۵ را ببینید)، آن باید جلوتر برای مقایسه با حد داده شده در بند ۴-۵-۱۵-۲ برای منگنز اکسید تعیین کرد.

۴-۵-۱۴-۳ روش انجام آزمون

۵۰ میلی‌لیتر محلول آماده شده مطابق بند ۴-۵-۷ از بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری را، توسط پیپت به بشر مناسب برای دستگاه اندازه‌گیری (۴-۲-۱۳) منتقل نموده. سپس توسط آب به میزان مناسب برای استفاده صحیح از دستگاه رقیق کنید. ۵۰ میلی‌لیتر از محلول تری اتانول آمین با نسبت ۱ به ۴ (۱+۴) به آن اضافه کنید. به کمک یک pH متر (۴-۳-۱۸-۱)، pH محلول را با استفاده از محلول سدیم هیدروکسید (۴-۲-۳۱)، روی (12.5 ± 0.2) تنظیم کنید.

بدون توزین حدود ۰/۱ گرم معرف مورکسید (۴-۲-۷۰) یا مخلوط کلسین و متیل تیمول بلو (۴-۲-۷۶) اضافه کنید. بشر را در دستگاه (۴-۳-۱۲) قرار داده و طول موج را هنگامی که از مورکسید استفاده کرده‌اید در ۶۲۰ نانومتر و هنگام استفاده از شناساگر مخلوط در ۵۲۰ نانومتر قرار دهید. محلول در حال به هم زدن با محلول EDTA ۰/۰۳ مول برلیتر آن را تیترا کنید در نقطه پایانی معرف تغییر رنگ می‌دهد، منحنی مقدار جذب را بر حسب حجم EDTA افزوده شده رسم کنید. حجم استفاده شده V_{15} از تقاطع بیش‌ترین شیب خط نزدیک تغییر رنگ و خط جذب ثابت بعد از تغییر رنگ حاصل می‌شود.

۴-۵-۱۴-۴ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار اکسید کلسیم را بر حسب درصد از رابطه (۲۷) محاسبه کنید:

$$\text{CaO} = \frac{0.03 \times 56.08 \times 500 \times V_{15} \times f_D}{1000 \times 50 \times m_{23}} \times 100 = 1.6824 \times \frac{V_{15} \times f_D}{m_{23}} \quad (27)$$

که در آن:

V_{15} حجم محلول تقریباً ۰/۰۳ مول بر لیتر EDTA مصرفی برای تیتراسیون بر حسب میلی‌لیتر؛

f_D فاکتور محلول ۰/۰۳ مول بر لیتر EDTA تعیین شده طبق بند ۴-۲-۶۶-۳؛

m_{23} جرم آزمون استفاده شده در بند ۴-۵-۲ (m_{17}) یا ۴-۵-۵ (m_{20}) بر حسب گرم.

۴-۵-۱۴-۵ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۱۵ درصد.

انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۴۳ درصد.

۴-۵-۱۵ تعیین اکسید منیزیم توسط EDTA (روش جایگزین)

۴-۵-۱۵-۱ کلیات

در این روش نقطه پایانی با استفاده از اندازه‌گیری فتومتری تعیین می‌شود. تعیین نقطه پایانی تیتراسیون به صورت چشمی نیز امکان پذیر می باشد. در این مورد، مخلوط معرف کلسین و متیل تیمول بلو (۴-۲-۷۶) (تغییر رنگ از صورتی به بیرنگ) یا معرف مخلوط شده (۴-۲-۷۸) (تغییر رنگ از صورتی به بیرنگ) یا پخش ۱ گرم فتالین ارغوانی در ۱۰۰ گرم NaCl جامد (تغییر رنگ از بنفش به صورتی کم رنگ)، معرف‌های مناسب هستند.

۴-۵-۱۵-۲ محدودیت روش

در موارد نادر، هنگامی که یک سیمان دارای اکسید منگنز (Mn_2O_3) حاوی مقدار بیش‌تر از ۰/۵ درصد است، فقط تعیین منیزیم اکسید توسط DCTA عملی است.

۴-۵-۱۵-۳ روش انجام آزمون

۵۰ میلی‌لیتر محلول آماده شده مطابق بند ۴-۵-۷ از بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری را، توسط پیپت به بشر مناسب برای دستگاه اندازه‌گیری (۴-۲-۱۳) منتقل نموده. سپس توسط آب به میزان مناسب برای استفاده صحیح از دستگاه رقیق کنید. ۵۰ میلی‌لیتر از محلول تری اتانول آمین با نسبت ۱ به ۴ (۱+۴) به آن اضافه کنید. با استفاده از یک pH متر (۴-۳-۱۸)، pH محلول را با استفاده از محلول آمونیوم هیدروکسید با نسبت ۱ به ۱ (۱+۱) (۴-۲-۲۷)، روی (۰/۵ ± ۱۰/۵) تنظیم کنید.

با استفاده از یک بورت، حجم V_{15} از محلول EDTA مورد نیاز برای تیتراسیون کلسیم اکسید که قبلاً در بند ۴-۵-۱۳-۳ تعیین شده است، اضافه کنید.

بدون توزین حدود ۰/۱ گرم معرف متیل تیمول بلو (۴-۲-۷۵) یا مخلوط کلسین و متیل تیمول بلو (۴-۲-۷۶) یا معرف مخلوط شده (۴-۲-۷۸)، اضافه کنید.

بشر را در دستگاه (۴-۳-۱۲) قرار داده و طول موج را هنگامی که از مورکسید استفاده کرده‌اید در ۶۲۰ نانومتر و هنگام استفاده از شناساگر مخلوط در ۵۲۰ نانومتر قرار دهید. محلول در حال به هم زدن با محلول EDTA ۰/۰۳ مول برلیتر (۴-۲-۶۶) آن را تیترا کنید در نقطه پایانی معرف تغییر رنگ می‌دهد، منحنی مقدار جذب را بر حسب حجم EDTA افزوده شده رسم کنید. حجم استفاده شده V_{16} از تقاطع بیش‌ترین شیب خط نزدیک تغییر رنگ و خط جذب ثابت بعد از تغییر رنگ حاصل می‌شود.

۴-۵-۱۵-۴ محاسبه و بیان نتایج

مقدار منیزیم اکسید را بر حسب درصد از رابطه (۲۸) محاسبه کنید:

$$MgO = \frac{0.03 \times 40.311 \times 500 \times (V_{16} - V_{15}) \times f_D}{1000 \times 50 \times m_{23}} \times 100 = 1.2093 \times \frac{(V_{16} - V_{15}) \times f_D}{m_{23}} \quad (28)$$

که در آن:

V_{15} حجم محلول تقریباً ۰/۰۳ مول بر لیتر EDTA مصرفی برای تیتراسیون برحسب میلی‌لیتر؛
 V_{16} حجم محلول تقریباً ۰/۰۳ مول بر لیتر EDTA مورد نیاز برای تعیین اکسید کلسیم و اکسید منیزیم طبق بند ۴-۵-۱۵-۳ برحسب میلی‌لیتر؛

f_D فاکتور محلول ۰/۰۳ مول بر لیتر EDTA تعیین شده طبق بند ۴-۲-۶۶-۳؛
 m_{23} جرم آزمون استفاده شده در بند ۴-۵-۲ (m_{17}) یا ۴-۵-۲ (m_{20}) بر حسب گرم.

۴-۵-۱۵-۵ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۲۱ درصد.
 انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۲۵ درصد.

۴-۵-۱۶ تعیین کلرید

۴-۵-۱۶-۱ کلیات

با این روش مجموع برمید و کلرید بدست می‌آید و نتیجه آزمون به صورت کلرید (Cl) بیان می‌شود. نمونه سیمان با نیتریک اسید رقیق جوشان تجزیه می‌شود. کلرید محلول با استفاده از حجم مشخصی از محلول استاندارد نقره نیترات رسوب داده می‌شود. بعد از جوشاندن، رسوب با نیتریک اسید رقیق شستشو شده، دور ریخته می‌شود. محلول زیر صافی را تا زیر ۲۵ درجهٔ سلسیوس خنک نموده و نقره نیترات باقی‌مانده با محلول استاندارد آمونیم تیوسیانات در حضور شناساگر نمک آهن (III) سنجش می‌شود.

۴-۵-۱۶-۲ روش انجام آزمون

(۵/۰۰ ± ۰/۰۵) گرم سیمان (m_{26}) را با ترازویی با دقت ± 0.005 گرم توزین و در یک بشر ۴۰۰ میلی‌لیتری قرار دهید، به آن ۵۰ میلی‌لیتر آب اضافه کنید. ضمن همزدن با میله شیشه‌ای، ۵۰ میلی‌لیتر نیتریک اسید رقیق با نسبت ۱ به ۲ (۲+۱) (۴-۲-۱۴) اضافه کنید. محلول را به جوش آورید (در زیر هود برای نمونه‌های حاوی سولفید)، گاهی‌گاهی آن را بهم بزنید و به مدت یک دقیقه تا دو دقیقه بجوشانید. با پیپت (۴-۳-۱۷) پنج میلی‌لیتر محلول نقره نیترات (۴-۲-۴۵) به محلول در حال جوش اضافه کنید. سپس حداکثر به مدت یک دقیقه تا دو دقیقه بجوشانید و با استفاده از کاغذ صافی مشکی که قبلاً با نیتریک اسید رقیق با نسبت ۱ به ۱۰۰ (۱+۱۰۰) (۴-۲-۱۵) شسته شده، در داخل یک ارلن ۵۰۰ میلی‌لیتری صاف کنید. بشر، میله شیشه‌ای و کاغذ صافی را با نیتریک اسید رقیق با نسبت ۱ به ۱۰۰ (۱+۱۰۰) تا رسیدن حجم محلول زیر صافی تقریباً به ۲۰۰ میلی‌لیتر، شستشو دهید. محلول زیر صافی را تا دمای زیر ۲۵ درجهٔ سلسیوس در یک محیط کم نور یا تاریک سرد کنید. پنج میلی‌لیتر محلول شناساگر (۴-۲-۸۲) اضافه کنید و ضمن تکان دادن مداوم، با محلول آمونیم تیوسیانات (۴-۲-۸۰) تیتراً کنید نقطه پایانی ظاهر شدن رنگ صورتی می‌باشد. حجم مصرفی آمونیوم تیوسیانات، V_{17} ، را ثبت کنید. اگر، V_{17} ، کمتر از ۰/۵ میلی‌لیتر بود آزمون را با مقدار نصف نمونه تکرار کنید.

همان روش آزمون را بدون نمونه سیمان انجام دهید و حجم محلول آمونیم تیوسیانات مصرفی V_{18} به عنوان نمونه شاهد، ثبت کنید.

۴-۵-۱۶-۳ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار کلرید را به صورت درصد از رابطه (۲۹) محاسبه کنید:

$$Cl^- = \frac{1.773 \times 5(V_{18} - V_{17})}{1000 \times V_{18} \times m_{26}} \times 100 = 0.8865 \times \frac{(V_{18} - V_{17})}{V_{18} \times m_{26}} \quad (29)$$

که در آن:

m_{26} جرم آزمون سیمان برحسب گرم؛

V_{17} حجم محلول آمونیم تیوسیانات مصرفی برای تیتراژ محلول آزمون برحسب میلی لیتر؛

V_{18} حجم محلول آمونیم تیوسیانات مصرفی برای تیتراژ شاهد برحسب میلی لیتر.

۴-۵-۱۶-۴ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۰۰۵ درصد است.

انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۰۱۰ درصد است.

۴-۵-۱۷ تعیین مقدار کربن دی اکسید (روش مرجع)

۴-۵-۱۷-۱ اصول

نمونه سیمان تحت اثر فسفریک اسید قرار داده می شود تا کربنات موجود تجزیه شود. دو لوله جاذب اولیه، هیدروژن سولفید و آب را جدا نموده و سپس لوله های جاذب بعدی کربن دی اکسید را جذب می کنند. دو لوله جاذب که یکی حاوی جاذب گرانولی برای جذب کربن دی اکسید و دیگری منیزیم پرکلرات بدون آب برای نگه داشتن آبی که در ضمن واکنش جذب تشکیل شده می باشد، برای تعیین جرم کربن دی اکسید آزاد شده وزن می شوند.

۴-۵-۱۷-۲ دستگاه ها

یک نوع دستگاه (۴-۳-۱۹) در شکل ۲ نشان داده شده است.

۴-۵-۱۷-۳ روش انجام آزمون

(۵/۰۰ ± ۰/۰۵) گرم سیمان (m_{26}) با ترازویی با دقت ± ۰/۰۰۰۵ گرم را توزین و در یک بالن تقطیر ۱۰۰ میلی لیتری قرار دهید. بالن را مطابق شکل ۲ (۴-۳-۱۹) اما بدون لوله های جاذب (۱۳)، به دستگاه وصل کنید. جریانی از گاز فاقد کربن دی اکسید به مدت ۱۵ دقیقه با سرعت تقریباً سه حباب در ثانیه (شمارشگر حباب) از طریق لوله رابط ۶ (با گیره مور به شاخه (۵) بسته شده است) از دستگاه عبور دهید. گیره مور را باز کنید و

مخزن گاز را از قیف (۴) جدا کنید. ۳۰ میلی‌لیتر فسفریک اسید غلیظ (۴-۲-۲۰) به قیف اضافه کنید و دوباره مخزن گاز را وصل کنید تا قیف پر شود.

لوله‌های جاذب بسته شده (۱۳) را به مدت ۱۵ دقیقه در محفظه ترازو قرار دهید تا به تعادل دمایی برسد. سپس هر یک از لوله‌ها را به طور مجزا توزین کنید. جریان گاز را ببندید و لوله‌ها را همان‌طور که در شکل ۲ نشان داده شده است، به دستگاه وصل کنید.

دقت کنید در هنگام دست زدن به لوله، مراقب باشید از تاثیر وزن آن‌ها جلوگیری شود تا آسیب نبینند. توصیه می‌شود در هنگام این فرآیند از دستکش‌های محافظتی بپوشید.

دوباره بگذارید گاز وارد شود. بعد از ۱۰ دقیقه لوله‌های جاذب (۱۳) را ببندید. آن‌ها را جدا نموده و در محفظه ترازو به مدت ۱۵ دقیقه قرار داده، سپس بطور مجزا آن‌ها را وزن کنید. این عملیات را، اجازه ورود گاز، برداشتن و توزین لوله‌های جاذب (۱۳) هر چند مرتبه که لازم است، تکرار کنید تا نتایج دو توزین متوالی لوله بیش از ۰٫۰۰۰۵ گرم تغییر نکند.

اگر تغییر وزن لوله‌های جاذب (۱۳) بیش‌تر از ۰٫۰۰۰۵ گرم باشد، جاذب موجود در لوله‌های (۱۱) و (۱۲) را عوض کنید.

لوله‌های جاذب توزین شده (۱۳) را مطابق شکل ۲ به دستگاه وصل کنید.

شیر قیف را باز کنید و بگذارید فسفریک اسید به داخل فلاسک تقطیر (۱۴) بچکد. بعد از متوقف شدن واکنش، محتویات بالون را تا جوشش حرارت دهید و به آرامی به مدت پنج دقیقه بجوشانید. عبور جریان گاز از دستگاه را حفظ کنید تا اینکه بالون تا دمای محیط خنک شود.

لوله‌های جاذب (۱۳) را ببندید آن‌ها را برداشته و در محفظه ترازو به مدت ۱۵ دقیقه قرار دهید. سپس به‌طور مجزا آن‌ها را وزن کنید. افزایش جرم هر لوله برای محاسبه مقدار کربن دی اکسید استفاده می‌شود (بند ۴-۵-۱۷-۴ را ببینید).

کربن دی اکسید تقریباً (عملاً) بطور کامل جذب لوله (۱۳) می‌شود. در صورتی که افزایش جرم لوله (۱۳) بیش از ۰٫۰۰۰۵ گرم باشد. جاذب موجود در لوله (۱۳) را عوض کنید و آزمون را دوباره تکرار کنید.

۴-۱۷-۵-۴ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار کربن دی اکسید را بر حسب درصد از رابطه (۳۰) محاسبه کنید:

$$CO_2 = \frac{m_{28} + m_{29}}{m_{27}} \times 100 \quad (30)$$

که در آن :

m_{27} جرم آزمون سیمان بر حسب گرم؛

m_{28} افزایش جرم اولین لوله (۱۳) بعد از جذب بر حسب گرم؛

m_{29} افزایش جرم دومین لوله (۱۳) بعد از جذب بر حسب گرم.

اگر مقدار کربن دی اکسید محاسبه شده از رابطه (۳۰) کمتر از ۰/۵ درصد باشد، آزمون را با نمونه دیگری از سیمان به وزن (۰/۵ ± ۲/۰۰) گرم با دقت توزین ۰/۰۰۵ ± گرم تکرار کنید. به‌طور متناوب، اگر سیمان حاوی نسبت بالایی از کربنات بود مقدار اولیه نمونه باید کمتر شود.

۴-۵-۱۷-۵ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۰۷ درصد است.

انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۱۰ درصد است.

۴-۵-۱۸-۵ تعیین مقدار کربن دی اکسید (روش جایگزین)

۴-۵-۱۸-۱ اصول

کربن دی اکسید انتقال یافته که قبلاً با سولفوریک اسید تصفیه شده توسط سدیم هیدروکسید جذب می‌شود و به روش وزن‌سنجی تعیین می‌گردد. همه هیدروژن سولفید موجود که ممکن است روی نتایج تاثیر گذار باشد، توسط جیوه (II) کلرید جذب می‌شود.

۴-۵-۱۸-۲ دستگاه‌ها

وسایل (۴-۳-۲۰) در شکل ۳ نشان داده شده است. پمپ خلاء کوچک مورد استفاده برای کاهش فشار در دستگاه است.

۴-۵-۱۸-۳ روش انجام آزمون

(۰/۵ ± ۱/۰۰) گرم سیمان (m_{26}) با ترازویی با درستی ۰/۰۰۵ ± گرم را توزین و در یک بالن تقطیر ۱۰۰ میلی‌لیتری (۷) دستگاه (۴-۳-۲۰) قرار دهید. این سیمان را با مقدار کمی (حدود ۵۰ میلی گرم) جیوه کلرید (۴-۲-۸۸) که توسط یک اسپاتول برداشته، مخلوط کنید و با مقدار مناسب از آب، یک شکل دوغابی تهیه کنید. بالن را به اتصال پایه قیف شیر دار وصل کنید (۱). سپس به مدت ۱۵ دقیقه هوا را از میان وسیله عبور دهید، برای این کار هوا را از برج جاذب (۸) که با مواد جاذب پر شده است، عبور دهید. قبل از ورود هوا به بالن، کربن دی اکسید توسط جاذب حذف می‌شود.

لوله‌های جاذب بسته شده (۴) را به مدت ۱۵ دقیقه در محفظه ترازو قرار دهید تا به تعادل دمایی برسد. سپس هر یک از لوله‌ها را به طور مجزا توزین کنید. جریان گاز را ببندید و لوله‌ها را همانطور که در شکل ۳ نشان داده شده است، به دستگاه وصل کنید.

دقت کنید در هنگام دست زدن به لوله، مراقب باشید از تاثیر وزن آن‌ها جلوگیری شود تا آسیب نبینند. توصیه می‌شود در هنگام این فرآیند از دستکش‌های محافظتی بپوشید.

(۲۵ تا ۳۰) میلی لیتر سولفوریک اسید با نسبت ۱ به ۴ (۱+۴) توسط قیف شیردار (۱) به بالن اضافه کنید. پمپ خلا را دوباره روشن کنید، به طوری که هوای حامل کربن دی اکسید آزاد از میان مبرد (۲) و اولین جفت لوله جاذب (۳) که با منیزیم پر کلرات پر شده به منظور خشک کردن و به دومین جفت لوله جاذب (۴) پر شده با جاذبها (۴-۲-۸۶ و ۴-۲-۸۷)، عبور کند. یک لوله جاذب (۵) که با منیزیم پر کلرات (۴-۲-۸۹ و جاذب (۴-۲-۸۷۹ پر شده است، بعد از این لوله به ترتیب برای جلوگیری از نفوذ هوا نصب شده است. بطری خالی شستشوی گاز (۹) و بطری شستشوی پر شده با سولفوریک اسید (۴-۲-۱۶) یا پارافین، به منظور شمارش وصل شده اند.

بعد از حدود ۱۰ دقیقه، محتویات داخل بالن را تا به جوش آمدن حرارت دهید و برای ۵ دقیقه در جوش نگه دارید. جریان هوا عبوری از دستگاه تا بالن را تا دمای سرد کنید. شیرها را ببندید و لوله های جاذب (۴) را جدا کنید. آن ها را در ترازو به مدت ۱۵ دقیقه قرار دهید تا رسیدت به دمایی تعادل قرار دهید، سپس وزن کنید.

۴-۵-۱۸-۴ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار کربن دی اکسید را بر حسب درصد از رابطه (۳۱) محاسبه کنید:

$$CO_2 = \frac{m_{31} \times 100}{m_{30}} \quad (31)$$

که در آن :

m_{30} جرم آزمون سیمان بر حسب گرم؛

m_{31} افزایش جرم لوله های جاذب (۴) بعد از جذب بر حسب گرم.

اگر کربن دی اکسید که از رابطه ۳۱ محاسبه می شود، کمتر از ۰/۵ درصد بود، آزمون را با (0.5 ± 0.02) گرم سیمان که با ترازویی با درستی ± 0.0005 توزین شده، تکرار کنید. در روش دیگر، که در آن سیمان محتوی یک نسبت بالا از کربنات است، اندازه نمونه باید به صورت مناسب کاهش پیدا کند.

۴-۵-۱۸-۵ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد برای تکرار پذیری ۰/۰۷ درصد است.

انحراف استاندارد برای تجدید پذیری ۰/۱۰ درصد است.

۴-۵-۱۹ تعیین قلیایی ها (روش مرجع)

۴-۵-۱۹-۱ اصول

از شعله بوتان، پروپان یا استیلن برای برانگیختن فلزهای قلیایی به منظور نشر طیف های آن ها در ناحیه مرئی استفاده می شود. نشر متناسب با مقادیر آلکالی ها در غلظت های پایین می باشد. از تاثیر مقادیر بالای کلسیم در

نمونه بر روی سدیم توسط فسفریک اسید جلوگیری می‌شود. جهت جلوگیری از تاثیر فسفریک اسید بر روی نشر پتاسیم از افزودن کلسیم به محلول های واسنجی استفاده می‌شود.

۴-۵-۱۹-۲ واکنشگرها

هر گاه بسته جدیدی از واکنشگرها استفاده شود ابتدا باید مقادیر قلیایی توسط این روش اندازه‌گیری شود. اگر مقادیر قلیایی یک واکنشگر از ۰/۰۱ درصد تجاوز کرد باید بسته جدیدی جایگزین یا محلول‌های واسنجی مجدداً تهیه شوند.

۴-۵-۱۹-۳ تهیه محلول‌های واسنجی و منحنی‌های واسنجی

محلول‌های واسنجی را با استفاده از محلول مادر آلكالی تهیه کرده، محلول مادر اسید و محلول مادر کلسیم در جدول ۴ لیست شده‌اند. حجم‌های فهرست شده در خطوط ۱ تا ۷ را با آب به حجم ۱۰۰۰ میلی‌لیتر برسانید و هر کدام از آن‌ها را در بطری‌های پلی‌اتیلنی نگهداری کنید. محلول‌های واسنجی را به دستگاه فلیم فتومتر تزریق کنید (۴-۳-۲۱). محلول شاهد (S1 در جدول ۴) را به دستگاه تزریق و آن را روی صفر تنظیم کنید. غلیظترین محلول را (S7) به دستگاه تزریق کنید و روی ماکزیمم شدت تنظیم کنید. سایر محلول‌های واسنجی را به ترتیب افزایش مقدار قلیایی (از S2 تا S6) تزریق کرده. شدت‌ها را برای Na_2O در ۵۸۹ نانومتر و برای K_2O در ۷۶۸ نانومتر اندازه‌گیری کنید. شدت‌های خوانده شده را در مقابل سدیم اکسید و پتاسیم اکسید رسم کنید تا منحنی‌های واسنجی حاصل شود.

جدول ۴- حجم محلول‌ها برای تهیه محلول‌های واسنجی برای تعیین غلظت‌های سدیم اکسید و پتاسیم اکسید آن‌ها

غلظت K_2O و Na_2O گرم بر لیتر	محلول مادر کلسیم (۴-۲-۹۱) میلی‌لیتر	محلول مادر اسید (۴-۲-۹۰) میلی‌لیتر	محلول مادر قلیایی (۴-۲-۸۹) میلی‌لیتر	محلول واسنجی
۰/۰	۱۰۰	۱۰۰	—	S1
۱/۵	۱۰۰	۱۰۰	۵	S2
۳/۰	۱۰۰	۱۰۰	۱۰	S3
۶/۰	۱۰۰	۱۰۰	۲۰	S4
۹/۰	۱۰۰	۱۰۰	۳۰	S5
۱۲/۰	۱۰۰	۱۰۰	۴۰	S6
۱۵/۰	۱۰۰	۱۰۰	۵۰	S7

۴-۵-۱۹-۴ دسته بندی آزمون‌ها

۴-۵-۱۹-۱-۴ سیمان‌هایی با باقی‌مانده نامحلول کم‌تر از ۳ درصد

یادآوری- این روش تنها برای سیمان‌هایی با باقی‌مانده نامحلول کمتر از ۳ درصد که طبق بند ۹ تعیین شده است، کاربرد دارد.

(۰/۵۰۰۰ ± ۰/۰۰۰۵) گرم سیمان را توزین نموده و در بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری بریزید، به آن ۵۰ میلی‌لیتر آب و ۵۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۱۹ (۱۹+۱) (۴-۲-۸) اضافه کنید. مخلوط را گرم کنید تا سیمان به طور کامل تجزیه شود با میله شیشه‌ای تمام ذرات جدا نشده سیمان را خرد کنید. سپس اجازه دهید این مخلوط تا رسیدن به دمای محیط خنک گردد. محتویات بشر را به یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری منتقل نموده و بشر را با آب بشوئید. سپس ۵۰ میلی‌لیتر فسفریک اسید ۱+۱۹ (۴-۲-۲۱) به آن اضافه نموده و با آب به حجم برسانید و بخوبی هم بزنید. توسط کاغذ صافی (۴-۳-۲۳) و بدون شستشو این مخلوط را در یک بشر خشک و تمیز قبل از تزریق به فلیم، صاف کنید.

۴-۵-۱۹-۲ سیمان‌هایی با باقی‌مانده نامحلول بیش‌تر از ۳ درصد

هشدار ۱- ذوب این نمونه را در بوته ای با درپوش (هشدار ۲ را ببینید) انجام دهید زیرا بخارات ناشی از اسید نیتریک (۴-۲-۱۳) پرکلریک اسید (۴-۲-۱۹) و هیدروفلوئوریک اسید (۴-۲-۱۱) خطرناک هستند. علاوه بر محافظت چشم‌ها توسط عینک مناسب، برای جابجایی ظروف یا به هم زدن اسیدها یا مخلوط آن‌ها، از دستکش پلاستیکی استفاده کنید.

در جایی که باقی‌مانده نامحلول طبق بند ۴-۴-۳ تعیین شده، این روش فقط برای سیمان‌هایی با باقی‌مانده نامحلول بیش‌تر از ۳ درصد کاربرد دارد.

(۰/۵۰۰۰ ± ۰/۰۰۰۵) گرم سیمان را توزین نموده و به یک ظرف پلاتینی (۴-۳-۲۲) منتقل نموده، ۱۵ میلی‌لیتر نیتریک اسید (۴-۲-۱۳) را به آن اضافه کنید. مخلوط را بر روی هات پلیت گرم کنید، تا تبخیر و خشک شود. باقی‌مانده حاصل از تبخیر را در ۱۵ میلی‌لیتر آب پخش کنید و ۵ میلی‌لیتر پرکلریک اسید (۴-۲-۱۹) و ۲۵ میلی‌لیتر هیدروفلوئوریک اسید (۴-۲-۱۱) به آن اضافه کنید.

هشدار ۲- بخارات پرکلریک اسید به هنگام ترکیب با مواد آلی باعث انفجار می شود. بنابراین لازم است که اقدامات احتیاطی ویژه هنگام کار با پرکلریک اسید در نظر گرفته شود، برای مثال، استفاده از درپوش.

مخلوط را گرم کنید تا تبخیر و خشک شود. برای جلوگیری از جوش به‌طور پی در پی با میله مقاوم در برابر HF هم بزنید. ۱۰ میلی‌لیتر آب و ۵۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۱۹ (۴-۳-۲۴) به باقی‌مانده حاصل از تبخیر اضافه کنید و گرم کنید تا باقی‌مانده حل شود. اجازه دهید سوسپانسیون تا رسیدن به دمای اتاق خنک شود. محتویات ظرف پلاتینی را به یک فلاسک حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری منتقل نموده و آن را با آب بشوئید. ۵۰ میلی‌لیتر فسفریک اسید با نسبت ۱ به ۱۹ (۴-۲-۲۱) به آن اضافه کنید و با آب به حجم رسانده بخوبی هم بزنید. توسط کاغذ صافی و بدون شستشو این مخلوط را در یک بشر خشک و تمیز صاف کنید.

۴-۵-۱۹-۵ روش انجام آزمون

محلول‌های نمونه تهیه شده که در بند ۴-۵-۱۹-۴ و ۴-۵-۱۹-۲ توضیح داده شد را به دستگاه فلیم فتومتر تزریق کنید (۴-۳-۲۱). شدت خط سدیم در ۵۸۹ نانومتر و شدت خط پتاسیم در ۷۶۸ نانومتر

را اندازه‌گیری کنید. غلظت سدیم اکسید و پتاسیم اکسید توسط درون یابی خطی از شدت‌های غلظت تجمعی محلول‌های واسنجی که در بند ۴-۵-۱۹-۳ توضیح داده شد به‌دست آورید.

غلظت سدیم اکسید C_{Na_2O} یا پتاسیم اکسید C_{K_2O} نمونه را از شدت‌های I_{Na_2O} یا I_{K_2O} ، به ترتیب از روابط (۳۲) و (۳۳)، محاسبه کنید:

$$C_{Na_2O} = C_{Bn} + (C_{Bh} - C_{Bn}) \times \frac{I_{Na_2O} - I_{Bn}}{I_{Bh} - I_{Bn}} \quad (32)$$

$$C_{K_2O} = C_{Bn} + (C_{Bh} - C_{Bn}) \times \frac{I_{K_2O} - I_{Bn}}{I_{Bh} - I_{Bn}} \quad (33)$$

که در آن:

C_{Bn} غلظت اکسید سدیم یا پتاسیم در محلول واسنجی که غلظتش کم‌تر از محلول نمونه است، بر حسب میلی-گرم بر لیتر؛

C_{Bh} غلظت اکسید سدیم یا پتاسیم در محلول واسنجی که غلظتش بیش‌تر از محلول نمونه است، بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

I_{Bn} شدت نشر محلول واسنجی که غلظتی کم‌تر از محلول نمونه دارد؛

I_{Bh} شدت نشر محلول واسنجی که غلظتی بیش‌تر از محلول نمونه دارد.

۴-۵-۱۹-۶ محاسبه و بیان نتایج

۴-۵-۱۹-۶-۱ مقادیر سدیم اکسید و پتاسیم اکسید

مقدار سدیم اکسید و پتاسیم اکسید را برحسب درصد با استفاده از روابط غلظت که طبق روابط بند ۴-۵-۱۹-۵ تعیین شده، محاسبه کنید.

$$Na_2O = 0.1 \times C_{Na_2O} \quad (34)$$

$$K_2O = 0.1 \times C_{K_2O} \quad (35)$$

که در آن:

C_{Na_2O} غلظت سدیم اکسید محلول نمونه که از رابطه (۳۲) محاسبه شده بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

C_{K_2O} غلظت پتاسیم اکسید محلول نمونه که از رابطه (۳۳) محاسبه شده بر حسب میلی‌گرم بر لیتر.

۴-۵-۱۹-۶-۲ معادل سدیم اکسید

مقدار معادل سدیم اکسید را بر حسب درصد توسط تبدیل مقدار پتاسیم اکسید به معادل مقدار سدیم اکسید محاسبه کنید و این مقدار به مقدار سدیم اکسید اندازه‌گیری شده با استفاده از رابطه (۳۶) اضافه کنید:

$$Na_2O + 0.658K_2O = \text{معادل اکسید سدیم} \quad (۳۶)$$

یادآوری - مقدار معادل سدیم اکسید که مطابق این استاندارد اندازه گیری می شود گاهاً با سایر روش ها بعنوان مثال مقدار قلیایی محلول در آب متفاوت می باشد.

۴-۵-۱۹-۷ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد تکرار پذیری برای سدیم اکسید Na_2O ، ۰/۰۱ درصد، و برای پتاسیم اکسید K_2O ، ۰/۰۲ درصد است.

و انحراف استاندارد تجدید پذیری برای سدیم اکسید Na_2O ، ۰/۰۲ درصد، و برای پتاسیم اکسید K_2O ، ۰/۰۳ درصد است.

۴-۵-۲۰ تعیین قلیایی ها (روش جایگزین)

۴-۵-۲۰-۱ اصول

سیمان هایی با باقی مانده نامحلول کم تر از ۳ درصد با هیدروکلریک اسید واکنش می دهند. در صورتی که باقی مانده نامحلول سیمانی بیش از ۳ درصد باشد ابتدا باید با هیدروفلوئوریک اسید و سولفوریک اسید واکنش دهد. سپس مقادیر قلیایی محلول ها توسط دستگاه فلیم فتومتر تعیین می شود.

۴-۵-۲۰-۲ واکنشگرها

هر گاه پیمانه جدیدی از واکنشگرها استفاده شود ابتدا باید مقادیر قلیایی توسط این روش تعیین شود. اگر مقادیر قلیایی یک واکنشگر از ۰/۰۱ درصد بیش تر شد، باید پیمانه جدیدی جایگزین شود یا محلول های واسنجی مجدداً تهیه شوند.

۴-۵-۲۰-۳ رسم منحنی های واسنجی

در مورد سیمان های با باقی مانده کم تر از ۳ درصد، ۲۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۹ (۱+۹) (۴-۲-۶) به نمونه اضافه و اجازه دهید تبخیر شود و خشک گردد و اما در مورد سیمان هایی با باقی مانده بیش تر از ۳ درصد، ۱۵ میلی لیتر هیدروفلوئوریک اسید (۴-۲-۱۱) و ۵ میلی لیتر سولفوریک اسید (۴-۲-۱۶) به نمونه اضافه کرده و اجازه دهید تبخیر صورت گرفته تا بتوان محلول های واسنجی را برای هر کدام از نقاط واسنجی تهیه کرد.

در هر دو حالت، باقی مانده حاصل از تبخیر را با ۲ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۹ (۹+۱) (۴-۲-۶) و ۳ میلی لیتر آب حل کنید. محلول را به یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل و ۱۰ میلی لیتر محلول بافر (۴-۲-۹۵) به آن اضافه کنید.

مقادیر محلولهای مادر قلیایی را (۴-۲-۹۲) به صورت جداگانه همان گونه که در جدول ۵ نشان داده شده است توسط بورت (۴-۳-۱۷) در بالن های حجمی بریزید.

جدول ۵- مقادیر محلول های استوک که باید به بالن اضافه شوند

بالت های حجمی	۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷
محلول های مادر (میلی لیتر)	۰	۱	۳	۵	۱۰	۲۰	۳۰

سپس این بالن های حجمی را با آب به حجم برسانید.

برای یک آزمون اصلی مقدار ۰/۲۰۰۰ گرم نمونه، مقادیر اندازه گیری شده برای بالن های ۱ تا ۷، Na_2O و K_2O در جدول ۶ نشان داده شده است.

جدول ۶- مقادیر قلیایی محلول های مادر در بالن ها

بالت های حجمی	۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷
مقادیر Na_2O (%)	۰	۰/۰۷	۰/۲۰	۰/۳۴	۰/۶۷	۱/۳۵	۲/۰۲
مقادیر K_2O (%)	۰	۰/۰۶	۰/۱۸	۰/۳۰	۰/۶۰	۱/۲۰	۱/۸۱

محلول های واسنجی را به دستگاه فلیم فتومتر (۴-۳-۲۱) تزریق کنید. محلول شاهد (شماره ۱) را به دستگاه تزریق کرده و مقدار نشر را بر روی عدد صفر تنظیم کنید.

سپس سایر محلول های واسنجی را به ترتیب افزایش مقدار قلیایی (از ۲ به ۷)، به دستگاه تزریق کرده و شدت ها را برای Na_2O در ۵۸۹ نانومتر و برای K_2O در ۷۶۸ نانومتر اندازه گیری کنید. شدت های خوانده شده را در مقابل مقادیر اکسید سدیم و اکسید پتاسیم ترسیم کنید تا منحنی های واسنجی حاصل شود.

۴-۲۰-۵-۴ روش انجام آزمون

۴-۲۰-۵-۴-۱ سیمان هایی با باقی مانده نامحلول کم تر از ۳ درصد

یادآوری- این روش برای سیمان هایی که مقدار باقی مانده نامحلول آن ها کم تر از ۳ درصد است کاربرد دارد.

(۰/۲۰۰۰ ± ۰/۰۰۵) گرم سیمان را با ترازویی با درستی ± ۰/۰۰۰۵ گرم توزین نموده و در ظرف پلاتینی (۴-۳-۲۲) بریزید. ۳ میلی لیتر آب به آن اضافه کرده و پس از افزودن ۲۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۹ (۹+۱) (۴-۲-۶) بگذارید خشک شود. سپس به آن آب گرم و ۲ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۹ (۹+۱) اضافه کنید و توسط کاغذ صافی بافت متوسط در یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری صاف کنید که این

بالن حاوی ۱۰ میلی‌لیتر محلول بافر (۹۵-۲-۴) می‌باشد. باقی‌مانده را با آب گرم شستشو داده و اجازه دهید محلول خنک شده و توسط آب به حجم برسانید.

مقدار قلیایی محلول را توسط فلیم فتومتر اندازه‌گیری کنید (۲۱-۳-۴). مقادیر خوانده شده از منحنی‌های واسنجی (۳-۲۰-۵-۴) مقدار Na_2O و K_2O را بر حسب درصد، به ترتیب می‌دهد.

۴-۵-۲۰-۲-۴ سیمان‌هایی با باقیمانده نامحلول بیش‌تر از ۳ درصد

هشدار- عملیات تبخیر این روش باید با درپوش روی بوته صورت گیرد زیرا بخارات سولفوریک اسید (۱۶-۲-۴) و هیدروفلوئوریک اسید (۱۱-۲-۴) سمی هستند. به علاوه باید از چشم‌ها نیز محافظت به عمل آید و از دستکش پلاستیکی به هنگام کار با این دو اسید یا مخلوط هر دو استفاده شود.

این روش برای سیمان‌هایی که مقدار باقی‌مانده نامحلول آن‌ها بیش از ۳ درصد است کاربرد دارد.

(۰/۲۰۰ ± ۰/۰۰۵) گرم سیمان را با ترازویی با درستی ± 0.005 گرم توزین نموده و در ظرف پلاتینی (۳-۴-۲۲) بریزید. سپس ۳ میلی‌لیتر آب به آن اضافه کنید و سپس ۵ میلی‌لیتر سولفوریک اسید (۱۶-۲-۴) و ۱۵ میلی‌لیتر هیدروفلوئوریک اسید (۱۱-۲-۴) به آن اضافه کنید. محلول را زیر لامپ گرم کننده (۳-۴-۳۵) تبخیر و خشک کنید. باقی‌مانده را با آب گرم و ۲ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید با نسبت ۱ به ۹ (۹+۱) (۶-۲-۴) مخلوط کنید. و روش را همانند آن‌چه در بند ۴-۵-۲۰-۱-۴ توضیح داده شده است، ادامه دهید.

۴-۵-۲۰-۵-۴ محاسبات و بیان نتایج

مقدار قلیایی هر یک از اکسیدها را برای مقدار اصلی ۰/۲۰۰ گرم بر مبنای درصد در بند ۴-۵-۲۰-۱-۴ (یا ۴-۵-۲۰-۲-۴) محاسبه کنید توسط مقدار واقعی نمونه آزمون و در ۰/۲ ضرب کنید. نتایج را مطابق آن‌چه در بند ۴-۵-۱۹-۶ توضیح داده شد محاسبه کنید.

۴-۵-۲۰-۶-۲ تکرار پذیری و تجدید پذیری

انحراف استاندارد تکرار پذیری برای سدیم اکسید Na_2O ، ۰/۰۱ درصد، و برای پتاسیم اکسید K_2O ، ۰/۰۲ درصد است.

و انحراف استاندارد تجدید پذیری برای سدیم اکسید Na_2O ، ۰/۰۲ درصد، و برای پتاسیم اکسید K_2O ، ۰/۰۳ درصد است.