



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۰۳۸-۱

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19038-1

1st.Edition

2015

سنگدانه‌ها – آزمون‌های خواص شیمیایی –
قسمت ۱: تجزیه شیمیایی – روش‌های آزمون

**Aggregates – Tests for chemical properties
– Part 1: Chemical analysis – Test
Methods**

ICS: 91.100.15

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/ یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
«سنگدانه‌ها - آزمون‌های خواص شیمیایی - قسمت ۳: تهیه محلول استخراج با شستن و صاف کردن سنگدانه‌ها - روش آزمون»

رئیس:

شرقی، عبدالعلی
(دکتر مهندسی عمران)

دبیر:

عباسی رزگله، محمدحسین
(کارشناس مهندسی مواد-سرامیک)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آمره‌ئی، الهام
(کارشناس مهندسی شیمی)

استاد، مینا
(کارشناس ارشد شیمی)

پوریکتا، پولاد
(کارشناس مهندسی عمران)

پیرهادی، بهمن
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

جعفری، علیرضا
(کارشناس مهندسی معدن)

حسن‌زاده کریم‌آباد، نسرین
(کارشناس شیمی)

خانابایی، حمیدرضا
(کارشناس ارشد مهندسی معدن)

سمت و / یا نمایندگی

عضو هیات علمی دانشگاه شهید بهشتی

سازمان ملی استاندارد ایران

شرکت صنایع شیمی ساختمان آبادگران

شرکت صنایع شیمی ساختمان آبادگران

شرکت صنایع شیمی ساختمان آبادگران

شرکت پاکدشت بتن

آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک استان چهارمحال و
بختیاری

شرکت تعالی‌نگر پیش‌رو

مدیر کنترل کیفیت کارگاه‌های شن و ماسه استان قم

اداره کل استاندارد استان کرمان	خورشیدزاده، محمدمهدی (کارشناس ارشد مهندسی عمران)
سازمان ملی استاندارد ایران	خیری، کریم (کارشناس شیمی)
شرکت پاکدشت بتن	رحمتی، علیرضا (کارشناس ارشد مهندسی عمران)
پژوهشگاه استاندارد	سامانیان، حمید (کارشناس ارشد مهندسی مواد-سرامیک)
شرکت پاکدشت بتن	سلامی، الهام (کارشناس شیمی)
مدیر کنترل کیفیت کارگاه‌های شن و ماسه استان قم	خانابایی، حمیدرضا (کارشناس ارشد مهندسی معدن)
شرکت شیمی ساختمان	عیسائی، مهین (کارشناس شیمی)
پژوهشگاه استاندارد	قهری، هما (کارشناس ارشد شیمی)
آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک چهارمحال و بختیاری	کریم‌زاده، اکرم (کارشناس ارشد شیمی)
انجمن صنفی تولیدکنندگان شن و ماسه استان تهران	گنجی، مجتبی (کارشناس ارشد مکانیک سنگ)
سازمان ملی استاندارد ایران	مجتبوی، سیدعلیرضا (کارشناس مهندسی مواد-سرامیک)
پژوهشگاه استاندارد	مهدی‌خانی، بهزاد (دکتر مهندسی مواد-سرامیک)

گروه تولیدی ساختمانی ام‌اس‌اف (MSF)

نایب آقایی، مشعوف
(کارشناس مهندسی معدن)

آزمایشگاه شرکت صحرای شن و ماسه

نوری، امیرعباس
(کارشناس مهندسی معدن)

سازمان ملی استاندارد ایران

نوری، نگین
(کارشناس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ واکنشگرها
۱۰	۵ وسایل
۲۲	۶ الزامات عمومی آزمون
۲۳	۷ تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب به روش ولهارد (روش مرجع)
۲۶	۸ تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب به روش پتانسیومتری (روش جایگزین)
۲۷	۹ تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب به روش موهر (روش جایگزین)
۲۹	۱۰ تعیین سولفات‌های محلول در آب
۳۳	۱۱ تعیین مقدار کل سولفور
۳۶	۱۲ تعیین سولفات‌های محلول در اسید
۳۷	۱۳ تعیین سولفید محلول در اسید
۳۹	۱۴ تعیین ترکیباتی که بر پرداخت سطح بتن اثر گذارند
۴۱	۱۵ تعیین مواد آلی که بر گیرش و سخت شدن سیمان اثر گذارند
۴۷	۱۶ تعیین قابلیت حل شدن در آب
۴۹	۱۷ تعیین افت در اثر حرارت (سرخ شدن)
۵۱	۱۸ تعیین آهک آزاد در سرباره فولاد
۵۷	۱۹ تعیین عدم سلامت سرباره‌های کوره آهن‌گدازی و فولاد
۶۳	پیوست الف (اطلاعاتی) دقت
۶۵	پیوست ب (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «سنگدانه‌ها - آزمون‌های خواص شیمیایی - قسمت ۱: تجزیه شیمیایی - روش‌های آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در پانصد و هفتاد و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی ساختمان و مصالح و فرآورده‌های ساختمانی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۱۰ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر 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.

استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۴۷: سال ۱۳۸۲، سنگدانه - تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب - روش آزمون و استاندارد ملی ایران شماره ۸۶۷۲: سال ۱۳۸۴، سنگدانه - تعیین مقدار سولفات، باطل و این استاندارد جایگزین آن‌ها می‌شود.

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

EN 1744-1: 2009+A1: 2012 (E), Tests for chemical properties of aggregates- Part1: Chemical analysis

مقدمه

این استاندارد یکی از مجموعه استانداردهای آزمون‌های خواص شیمیایی سنگدانه‌ها است.

سنگدانه‌ها - آزمون‌های خواص شیمیایی - قسمت ۱: تجزیه شیمیایی - روش‌های آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش‌هایی برای تجزیه شیمیایی سنگدانه‌ها است. این استاندارد روش‌های مرجع، و در حالت‌های خاص، روش جایگزینی که بتواند نتایج هم‌ارز قابل ملاحظه‌ای بدهد را مشخص می‌کند.

در صورتی که موارد دیگری بیان نشده باشد، روش‌های مشخص شده در این استاندارد می‌تواند برای کنترل تولید کارخانه‌ای، آزمون‌های ممیزی و آزمون‌های نوع به کار رود.

این استاندارد روش‌های مرجع مورد استفاده برای آزمون نوع و در حالت‌های قضاوت (و روش‌های جایگزین) برای تجزیه شیمیایی سنگدانه‌ها را تشریح می‌کند. توصیه می‌شود برای اهداف آزمون نوع و در حالت‌های قضاوت، فقط روش مرجع به کار برده شود. برای اهداف دیگر، در کنترل تولید کارخانه‌ای ویژه، روش‌های دیگری که رابطه مناسبی با روش مرجع بیان شده در این استاندارد فراهم کند می‌تواند به کار برده شود.

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 و 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 ۳۹۳، سیمان - تعیین مقاومت فشاری و خمشی روش آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مقطر - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی - بورت‌ها - ویژگی‌ها

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی - پیت‌های تک‌نشانه

۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۵۸، شیشه‌آلات آزمایشگاهی - استوانه‌های مدرج

- ۶-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰، شیشه‌آلات آزمایشگاهی - بالن‌های حجم‌سنجی با یک خط نشانه - ویژگی‌ها
- ۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۶۵۲-۱، شیشه‌آلات آزمایشگاهی - چگالی‌سنج‌ها برای کاربردهای عمومی - قسمت ۱: ویژگی‌ها
- ۸-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۱۵۰-۹، ملات بنایی - روش آزمون - قسمت ۹: تعیین عمر کارایی و زمان تصحیح ملات تازه
- ۹-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۱۵۰-۱۱، ملات بنایی - روش آزمون - قسمت ۱۱: تعیین مقاومت خمشی و فشاری ملات سخت شده
- ۱۰-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹، سنگدانه - روش‌های کاهش نمونه‌های آزمایشگاهی
- ۱۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۸۰۷-۲، سیمان - روش‌های آزمون - قسمت ۲: تجزیه شیمیایی به روش تر

- 2-12 EN 459-2, Building lime - Part 2: Test methods
- 2-13 EN 932-1, Tests for general properties of aggregates - Part 1: Methods for sampling
- 2-14 EN 932-5, Tests for general properties of aggregates - Part 5: Common equipment and calibration
- 2-15 EN 932-6, Tests for general properties of aggregates - Part 6: Definitions of repeatability and reproducibility
- 2-16 EN 933-2, Tests for geometrical properties of aggregates - Part 2: Determination of particle size distribution - Test sieves, nominal size of apertures
- 2-17 EN 1015-4, Methods of test for mortar for masonry - Part 4: Determination of consistence of fresh mortar (by plunger penetration)
- 2-18 EN 1097-6, Tests for mechanical and physical properties of aggregates - Part 6: Determination of particle density and water absorption
- 2-19 ISO 384:1978, Laboratory glassware - Principles of design and construction of volumetric glassware
- 2-20 DIN12242-1:1980, Laboratory glassware; interchangeable conical ground joints, dimensions, tolerances

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

بخش آزمون (Test Portion)

نمونه فرعی که همه آن در یک آزمون منفرد استفاده می‌شود.

۲-۳

آزمونه (Test Specimen)

نمونه‌ای که برای یک تعیین منفرد به کار برده می‌شود زمانی که یک روش آزمون به بیش از یک تعیین برای یک ویژگی نیاز داشته باشد.

نمونه آزمایشگاهی (Laboratory Sample)

نمونه‌ای که از یک توده نمونه، برای آزمون آزمایشگاهی کاهش یافته است.

جرم ثابت (Constant Mass)

توزین‌های جداگانه بعد از حداقل یک ساعت خشک کردن متوالی، به‌طوری‌که بیش از ۰٫۱٪ اختلاف نداشته باشند.

یادآوری- در بسیاری از حالات، جرم ثابت می‌تواند بعد از این‌که یک بخش آزمون در یک دوره از پیش تعیین شده در یک گرم‌خانه مشخص تحت دمای $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ خشک شد، به‌دست آید. آزمایشگاه‌های آزمون می‌توانند زمان مورد نیاز برای رسیدن به جرم ثابت انواع و اندازه‌های مشخص از یک نمونه که در یک گرم‌خانه با ظرفیت خشک کردن مشخص، خشک می‌شوند را تعیین کنند.

۴ واکنشگرها**۱-۴ اصول آزمون**

۱-۱-۴ از واکنشگرهای تجزیه‌ای و آب مقطر مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید، به‌جز مواردی که غیر از این اعلام شود.

یادآوری ۱- درصد به معنای درصدجرمی است، به‌جز مواردی که غیر از این اعلام شود.

یادآوری ۲- در مواردی که رواداری برای حجم واکنشگر و یا جرم آن داده نشده است، مقادیر به صورت تقریبی بیان شده است. در چنین مواردی حجم ارایه شده با استوانه‌ها و جرم با ترازوهای عادی مشخص شده در بندهای ۴-۲-۵ و ۵-۲-۵ برای اهداف این استاندارد و به اندازه کافی دقیق در نظر گرفته شده‌اند.

یادآوری ۳- محلول‌های واکنشگر با ثبات دراز مدت می‌باشند، بجز مواردی که غیر از این اعلام شود.

یادآوری ۴- توصیه می‌شود کلیه مواد شیمیایی به عنوان مواد سمی بالقوه با خواص سمی تلقی شوند و اقدامات احتیاطی مناسب قبل از استفاده از آن‌ها لحاظ گردد. همیشه قبل از شروع هر مرحله بهتر است زمانی را به منظور بررسی خطرات ممکن در نظر گرفت، و توجه خاصی به آن داشت.

۲-۱-۴ مایعات واکنشگر غلیظ باید چگالی زیر را بر حسب g/cm^3 در دمای 20°C داشته باشند:

- هیدروکلریک اسید: ۱٫۱۸ تا ۱٫۱۹

- نیتریک اسید: ۱٫۳۹ تا ۱٫۴۲

- سولفوریک اسید: ۱٫۸۴

- آمونیوم هیدروکسید: ۰٫۸۸ تا ۰٫۹۱

درجه رقیق شدگی (رقیق سازی) باید به عنوان مجموع حجمی بیان شود.

یادآوری ۱- برای مثال در بند ۴-۱۱-۴ هیدروکلریک اسید (۱+۱) به آن معنی است که ۱ حجم هیدروکلریک اسید غلیظ با ۱ حجم آب مخلوط شده است.

یادآوری ۲- ممکن است محلول‌های آماده استفاده، به عنوان جایگزین استفاده شوند.

۴-۲ واکنشگرهای تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب با استفاده از روش ولهارد (بند ۷)

۴-۲-۱ محلول نقره نیترات (AgNO_3) 0.100 mol/l

حدود ۲۰ g نقره نیترات را در دمای $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ و زمان حداقل یک ساعت خشک کنید و به منظور خنک شدن در خشکانه قرار دهید. سپس مقدار $(16.987 \pm 0.001) \text{ g}$ از نقره نیترات خشک شده را توزین کنید، آن را در آب مقطر حل و در یک بالن حجم‌سنجی (بند ۵-۳-۶) تا یک لیتر رقیق کنید. این محلول را به بطری شیشه‌ای کهربا رنگ (بند ۵-۲-۱۴) منتقل و دور از نور مستقیم خورشید نگهداری کنید.

۴-۲-۲ محلول پتاسیم یا سدیم تیوسیانات (NH_4SCN یا KSCN) حدود 0.1 mol/l

مقدار ۹.۷ g پتاسیم تیوسیانات یا ۷.۶ g آمونیوم تیوسیانات را در آب مقطر حل و تا یک لیتر در ارلن حجم-سنجی رقیق کنید.

برای استاندارد کردن محلول، با پیت، ۲۵ ml از محلول نقره نیترات (بند ۴-۲-۱) را در یک ارلن (بند ۵-۳-۵) ریخته و ۵ ml نیتریک اسید (بند ۴-۲-۳) و ۱ ml محلول واکنشگر آمونیوم آهن III سولفات (بند ۴-۲-۵) اضافه کنید.

با یک بورت محلول تیوسیانات را (بند ۵-۲-۱۳) اضافه کنید، تا زمانی که اولین تغییر رنگ پایدار از سفید شیری به قهوه‌ای کم‌رنگ اتفاق افتد، حجم محلول تیوسیانات اضافه شده را یادداشت کنید. غلظت محلول تیوسیانات (C_T) را از رابطه زیر محاسبه کنید:

$$C_T = \frac{2.5}{V_1} \quad (1)$$

که در آن:

V_1 حجم تیوسیانات اضافه شده، بر حسب میلی‌لیتر است.

محلول را هر هفته استاندارد کنید. در صورتی که آزمون‌ها در فاصله‌های زمانی طولانی‌تری انجام می‌شود، محلول را قبل از استفاده، استاندارد کنید.

۴-۲-۳ نیتریک اسید (HNO_3) حدود 6 mol/l

مقدار ۱۰۰ ml نیتریک اسید (بند ۴-۱) را به ۱۵۰ ml آب اضافه کنید. اسید رقیق شده را در زیر هود آزمایشگاهی (بند ۵-۲-۱۷) تا زمانی که بی‌رنگ شود، بجوشانید و سپس در دمای اتاق خنک کنید.

۴-۲-۴ ۳ و ۵-تری متیل هگزان-۱-ال، از درجه فنی^۱ فاقد کلر

۴-۲-۵ محلول شناساگر آمونیوم آهن III سولفات $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

مقدار ۶۰g آب مقطر را به ۵۰g آمونیوم آهن III سولفات اضافه کنید. ضمن هم‌زدن آن را گرم کنید تا حل شود و ۱۰ml نیتریک اسید (بند ۴-۲-۳) اضافه کنید. محلول را در دمای اتاق جهت خنک شدن قرار دهید و آن را در یک بطری شیشه‌ای (بند ۵-۲-۱۵) ذخیره کنید.

۴-۳ واکنشگرهای تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب توسط روش پتانسیومتری (بند ۸)

۴-۳-۱ محلول نقره نیترات (AgNO₃) ۰/۰۱mol/l

برای تهیه رویه‌ای مشابه با آنچه در بند ۴-۲-۱ مشخص شده است، به کار برید، با این تفاوت که مقدار ۱/۶۹۹g نقره نیترات خشک را در یک ظرف با حجم یک لیتر (۵-۳-۶) حل کنید.

۴-۳-۲ محلول نمک طعام (NaCl) ۰/۰۲mol/l

حدود ۲g سدیم کلرید را در دمای $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ به مدت ۱ ساعت تا ۲ ساعت خشک و در دمای محیط خنک کنید، سپس $(1/169 \pm 0/001)\text{g}$ از سدیم کلرید خشک را توزین و در آب مقطر حل کنید و در یک ظرف با حجم یک لیتر (۵-۳-۶) رقیق کنید.

۴-۴ واکنشگر تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب با استفاده از روش موهر (بند ۹) جهت کنترل تولید کارخانه

۴-۴-۱ محلول پتاسیم کرومات (K₂CrO₄)

مقدار ۱۰g پتاسیم کرومات را در ۱۰۰ml آب حل کنید.

۴-۵ واکنشگرهای تعیین سولفات‌های محلول در آب (بند ۱۰)

۴-۵-۱ محلول کلریدریک اسید (HCl)

مقدار ۲۰۰ml کلریدریک اسید غلیظ (۴-۱) را به ۸۰۰ml آب اضافه کنید.

۴-۵-۲ محلول باریم کلرید (BaCl₂)

مقدار ۱۰۰g باریم کلرید (BaCl₂.2H₂O) را در یک لیتر آب حل و قبل از استفاده با کاغذ صافی درجه متوسط، صاف کنید.

۴-۶ واکنشگرهای تعیین میزان سولفور کل (بند ۱۱)

۴-۶-۱ هیدروژن پراکسید (H₂O₂)، با غلظت ۳۰٪

۴-۶-۲ شناساگر متیل قرمز، (مقدار ۲۰mg پودر متیل قرمز را در ۵۰ml اتانول حل و سپس ۵۰ml آب اضافه کنید).

۷-۴ واکنشگرهای تعیین مقدار سولفید محلول در اسید (بند ۱۳)

۱-۷-۴ محلول سرب استات

حدود ۰/۲g سرب استات ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کنید و حجم را به ۱۰۰ml برسانید.

۲-۷-۴ محلول روی سولفات آمونیاکی

مقدار ۵۰g روی سولفات ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) را در ۱۵۰ml آب حل کنید و ۳۵۰ml آمونیوم هیدروکسید غلیظ (NH_4OH) به آن اضافه کنید. حداقل ۲۴h رها و سپس با کاغذ صافی درجه متوسط صاف کنید.

۳-۷-۴ قلع (II) کلرید ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

۴-۷-۴ کروم فلزی (Cr) به صورت پودری

۵-۷-۴ محلول استاندارد پتاسیم یدات ۰/۰۱۶۷mol/l

مقدار $(3/6 \pm 0/1)$ g تا نزدیک‌ترین ۰/۱mg (بند ۳-۶) پتاسیم یدات (KIO_3) خشک شده در دمای $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ ، دو گلوله (حدود ۰/۴g) سدیم هیدروکسید (NaOH) و ۲۵۰g پتاسیم یدید (KI) را به صورت پی‌درپی در آب تازه جوشانده و سرد شده، در یک ظرف یک لیتری حل کنید. با آب تازه جوشانده و سرد شده حجم را به علامت مورد نظر برسانید.

یادآوری ۱ - مقدار اندک سدیم هیدروکسید به ایجاد ثبات در این محلول کمک خواهد کرد.

هنگامی که محلول تغییر رنگ می‌دهد توصیه می‌شود دور ریخته شود.

فاکتور F این محلول از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$F = \frac{m_1}{3.5668} \quad (2)$$

که در آن:

m_1 جرم بخش پتاسیم یدات، بر حسب گرم است.

یادآوری ۲- توصیه می‌شود مقدار فاکتور F محلول از مقدار متوسط سه بار اندازه گیری محاسبه شده، با سه رقم اعشار بیان گردد.

یادآوری ۳- در صورتی که مقدار سولفید کم‌تر از ۰/۱٪ جرمی باشد توصیه می‌شود محلول با غلظت ۱۰ بار کم‌تر استفاده شود. که با پیپت کردن ۱۰۰ml از محلول‌های (بند ۴-۷-۶ و بند ۴-۷-۵) به ظرفی با حجم یک لیتر و رساندن حجم به علامت مورد نظر با آب، آماده می‌گردد.

۶-۷-۴ محلول سدیم تیوسولفات حدود ۰/۱mol/l

مقدار ۲۴/۸۲g سدیم تیوسولفات ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کنید و به حجم یک لیتر برسانید. قبل از هر سری آزمون فاکتور F محلول را با یکی از دو روش زیر تعیین کنید.

الف- استانداردسازی (روش ارجح) با محلول پتاسیم یدات استاندارد (بند ۴-۷-۵)

مقدار ۲۰ml از محلول پتاسیم یدات استاندارد را به ارلن ۵۰۰ml پیپت کنید و با حدود ۱۵۰ml آب آن را رقیق کنید. با ۲۵ml هیدروکلریک اسید (۱+۱) آن را اسیدی کنید و با محلول سدیم تیوسولفات حدود

۰/۱ mol/l تیترا کنید، تا رنگ زرد کم‌رنگ حاصل شود. سپس ۲ ml از محلول نشاسته (بند ۴-۷-۷) اضافه کنید و آن را تیترا کنید تا رنگ محلول از آبی به بی‌رنگ تغییر یابد. فاکتور f این محلول از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$f = \frac{20 \times 0.01667 \times 214.01 \times F}{3.5668 \times V_2} = 20 \times \frac{F}{V_2} \quad (۳)$$

که در آن:

F فاکتور محلول استاندارد پتاسیم یدات (بند ۴-۷-۵)، بر حسب mol/l؛
 V_2 حجم محلول سدیم تیوسولفات حدود ۰/۱ mol/l که در تیتراسیون استفاده شده.

یادآوری ۱- پتاسیم یدات ۳/۵۶۶۸ g/l، با محلولی با دقیقاً ۰/۰۱۶۶۷ mol/l پتاسیم یدات و جرم مولکولی ۲۱۴/۰۱ متناظر است.

ب- استانداردسازی با مقدار مشخصی از پتاسیم یدات

مقدار ۷۰ (±۵) mg پتاسیم یدات را در یک ارلن مخروطی ۵۰۰ ml ریخته و در حدود ۱۵۰ ml آب حل کنید. مقدار ۱ g پتاسیم یدید اضافه کنید، با ۲۵ ml هیدروکلریک اسید (۱+۱) آن را اسیدی کنید و با حدود ۰/۱ mol/l محلول سدیم تیوسولفات، تیترا نمایید تا رنگ زرد کم رنگ حاصل شود. سپس ۲ ml محلول نشاسته (بند ۴-۷-۷) اضافه کنید و آن را تیترا کنید تا رنگ محلول از آبی به بی‌رنگ تغییر یابد. فاکتور f محلول از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$f = \frac{1000 \times m_2}{3.5668 \times V_3} = 280.3634 \times \frac{m_2}{V_3} \quad (۴)$$

که در آن:

m_2 جرم پتاسیم یدات، بر حسب گرم؛

V_3 حجم محلول سدیم تیوسولفات حدود ۰/۱ mol/l استفاده شده برای تیتراسیون است.

یادآوری ۲- پتاسیم یدات ۳/۵۶۶۸ g/l، با محلولی با دقیقاً ۰/۰۱۶۶۷ mol/l پتاسیم یدات متناظر است.

یادآوری ۳- مقدار فاکتور f محلول بهتر است از مقدار متوسط سه بار اندازه‌گیری محاسبه شده، با سه رقم اعشار بیان گردد.

۴-۷-۷ محلول نشاسته

مقدار ۱ g نشاسته (قابل حل در آب) را با ۱ g پتاسیم یدید در آب مقطر حل کنید و به حجم ۱۰۰ ml برسانید.

۴-۸ واکنشگرهای تعیین مواد زیان آور سبک وزن (بند ۱۴-۲ را ببینید)

۴-۸-۱ محلول روی کلرید

مقدار ۷ kg روی کلرید ($ZnCl_2$) را در ۳ l آب حل کنید تا محلولی اشباع با چگالی $(1.98 \pm 0.2) g/cm^3$ در دمای $(20 \pm 3)^\circ C$ به دست آید. چگالی نسبی محلول پس از سرد شدن تا دمای اتاق باید توسط هیدرومتر مناسب (بند ۵-۹-۳) بررسی شود.

هشدار- محلول روی کلرید برای پوست و غشاهای مخاطی نسبتاً تحریک کننده است.

۴-۸-۲ محلول سدیم پلی تنگستات (به عنوان جایگزینی برای بند ۴-۸-۱)

بلورهای $3\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ را در آب حل کنید تا زمانی که چگالی محلول خوب هم‌زده که حاوی هیچ بلور حل نشده‌ای نیست به $(1.98 \pm 0.02) \text{g/cm}^3$ در دمای $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ برسد. چگالی نسبی محلول پس از سرد شدن در دمای اتاق باید توسط هیدرومتر مناسب (بند ۵-۹-۳) بررسی شود.

۴-۹-۹ واکنشگرهای تعیین وجود مواد گیاه‌خاک (ناخالصی‌های آلی) (بند ۱۵-۱ را ببینید)

۴-۹-۱ یک محلول ۳٪ سدیم هیدروکسید

مقدار ۳۰g از دانه‌های سدیم هیدروکسید را در آب حل کنید، محلول را تا دمای محیط سرد کنید و در یک بالن حجم‌سنجی تا یک لیتر رقیق کنید.

۴-۹-۲ محلول رنگی استاندارد

مقدار ۴۵/۰g از $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ و ۵/۵۰g از $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ را در ۲۷۹/۵g آب با یک میلی‌لیتر HCl غلیظ حل کنید. محلول را در یک بطری شیشه‌ای نگهداری کنید.

یادآوری-۱- توصیه می‌شود محلول برای حداقل دو هفته پایدار باشد.

یادآوری-۲- محلول رنگی استاندارد (نارنجی-پرتقالی) معادل با استاندارد رنگ گاردنر شماره ۱۱° یا صفحه آلی شماره ۳° است.

۴-۱۰-۱ واکنشگرهای تعیین مقدار فولوئ اسید (بند ۱۵-۲ را ببینید)

۴-۱۰-۱-۱ هیدروکلریک اسید، رقیق شده (۲۳+۱) (بند ۴-۱).

۴-۱۰-۲ محلول قلع کلرید

مقدار ۲۲/۵g از $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ را در یک لیتر هیدروکلریک اسید (بند ۴-۱۰-۱) حل کنید.

یادآوری-۲- توصیه می‌شود محلول برای حداقل دو هفته پایدار باشد.

۴-۱۱-۱ واکنشگرهای تعیین آهک آزاد به روش هم‌تافت‌سنجی (کمپلکس‌سنجی) (بند ۱۸-۲ را ببینید)

۴-۱۱-۱-۱ اتان‌دی‌ال (اتیلن گلیکول)، تازه، بدون آب.

۴-۱۱-۲ پروپان-۲-ال (ایزوپروپانول)، بدون آب.

۴-۱۱-۳ خمیر کاغذ صافی، در اتان‌دی‌ال بدون آب.

۴-۱۱-۴ هیدروکلریک اسید، رقیق شده (۱+۱)، بند (۴-۱).

۴-۱۱-۵ تری اتانول آمین.

۴-۱۱-۶ متیل نیترو فنول (0.1g در 100ml آب).

۴-۱۱-۷ محلول سدیم هیدروکسید، 2mol/l

مقدار 80g دانه های سدیم هیدروکسید را در آب حل کنید، محلول را تا رسیدن به دمای اتاق سرد کنید و در یک بالن حجم سنجی تا حجم یک لیتر رقیق کنید.

۴-۱۱-۸ شناساگر

مقدار 1g مورکسید (آمونیم پورپورات) و 100g NaCl را با استفاده از یک هاون، نرم کنید.

۴-۱۱-۹ محلول EDTA ، $1/112\text{mol/l}$

مقدار $3/3 \pm 0.1\text{g}$ نمک دی سدیم اتیلن دی آمین تترا- استیک اسید را تا رسیدن به جرم ثابت در دمای 80°C خشک کنید، آن را در آب حل و به حجم یک لیتر برسانید. ضروری است این محلول را در برابر یک محلول با مقدار کلسیم معلوم، (بند ۴-۱۱-۱۰) استاندارد کنید.

۴-۱۱-۱۰ محلول استاندارد کلسیم ($1\text{ml}=1\text{mg}$ کلسیم اکسید)

مقدار $1/785 \pm 0.001\text{g}$ از کلسیم کربنات خالص (بند ۴-۱۱-۱۱) را که در دمای $(5 \pm 110)^\circ\text{C}$ خشک کرده اید در یک مقدار جزیی اضافی از هیدروکلریک اسید ($4+1$) حل کنید. محلول را به منظور خارج کردن کربن دی اکسید بجوشانید، درب ظرف را بپوشانید و تا دمای اتاق سرد کنید و تا حجم یک لیتر با آب در یک بالن حجم سنجی (بند ۵-۳-۶) رقیق کنید.

یادآوری- محلول های تجاری استاندارد شده در دسترس هستند، برای مثال $1/000 \pm 0.002\text{g}$ CaO/l .

۴-۱۱-۱۱ کلسیم کربنات (CaCO_3) درجه رسوبی، استاندارد حجم سنجی.

۴-۱۱-۱۲ سودا- لایم، دانه دانه شده.

۴-۱۲ شناساگر تعیین آهک آزاد با هدایت سنجی (بند ۱۸-۳ را ببینید)

اتان دی ال (بند ۴-۱۱-۱).

۴-۱۳ شناساگرهای تعیین آهک آزاد با اسید سنجی (بند ۱۸-۴ را ببینید)

۴-۱۳-۱ اتیل استواسات، درجه بدون آب.

۴-۱۳-۲ متیل پروپان-۱-ال، (ایزوبوتیل الکل)، درجه بدون آب.

۴-۱۳-۳ شناساگر تیمول آبی (تیمول سولفونفتالین).

۴-۱۳-۴ هیدروکلریک اسید (بند ۴-۱).

۴-۱۳-۵ محلول حلال، ۴۵۰ ml از اتیل استواسات را در ۳۱ از ۲-متیل پروپان-۱-ال حل کنید.

۴-۱۳-۶ شناساگر، ۰/۱ g از پودر شناساگر تیمول آبی را در ۱۰۰ ml از ۲-متیل پروپان-۱-ال حل کنید.

۴-۱۳-۷ محلول هیدروکلریک اسید، به طور تقریبی ۰/۲ mol/l

مقدار ۱۷ ml از هیدروکلریک اسید (بند ۴-۱) را تا یک لیتر در ۲-متیل پروپان-۱-ال حل کنید. برای استاندارد کردن این محلول، مقدار (100 ± 0.1) mg از کلسیم کربنات (بند ۴-۱۱-۱۱) را در یک بوته (بند ۵-۶-۲) توزین و به مدت یک ساعت در دمای 1000°C کلسینه کنید. آهک آزاد را استخراج و مطابق با بند ۱۸-۴-۳ تیتیر کنید.

عامل k را از معادله زیر تعیین کنید:

$$k = \frac{56.08 \times 100}{100.09 \times V_4} \quad (5)$$

که در آن:

V_4 حجم هیدروکلریک اسید اضافه شده، بر حسب ml؛

k تعداد میلی گرم های CaO آزاد، بر میلی لیتر از محلول هیدروکلریک اسید استاندارد شده را نشان می دهد.

یادآوری - توصیه می شود مقدار عامل k برای محلول با استفاده از مقدار میانگین سه بار تعیین کردن محاسبه و تا سه رقم اعشار بیان شود.

۴-۱۳-۸ سدیم هیدروکسید با دانه بندی در حدود ۰/۸ mm تا ۱/۶ mm برای تجزیه اولیه.

۴-۱۴ شناساگر برای تعیین انبساط سرباره فولاد (بند ۱۹-۳ را ببینید)

۴-۱۴-۱ روغن سیلیکون.

۴-۱۴-۲ هیدروکلریک اسید رقیق شده (۵+۱).

۵ وسایل

۵-۱ الزامات عمومی

تمامی وسایل باید با الزامات عمومی استاندارد EN 932-5 منطبق باشند. تمام ظروف حجمی باید حداقل دقت رده B تعریف شده در استاندارد ISO 384:1978 را دارا باشند، بجز مواردی که غیر از این اعلام شود. ظروف حجمی با دقت و صحت رده A باید برای آزمون های ممیزی و آزمون های نوع استفاده شوند.

یادآوری - در مواردی که هیچ رواداری برای ابعاد مشخص نشده، مقادیر به صورت تقریبی بیان می گردند.

۲-۵ تجهیزات عمومی

۱-۲-۵ گرم‌خانه با تهویه مناسب، با قابلیت کنترل درجه حرارت ثابت در محدوده $^{\circ}\text{C}$ (۴۰ تا ۱۵۰) با دقت $\pm 5^{\circ}\text{C}$ ، مجهز به سینی مقاوم در برابر گرما و ساخته شده از مواد مقاوم در برابر خوردگی.

۲-۲-۵ کوره الکتریکی، مافلی با قابلیت کنترل درجه حرارت ثابت در محدوده $^{\circ}\text{C}$ (۸۰۰ تا ۱۱۰۰) با دقت $\pm 25^{\circ}\text{C}$.

۳-۲-۵ تجهیزات خردایش و آسیاب کنی، با قابلیت کاهش اندازه سنگدانه‌ها برای ایجاد حداقلی از ذرات ریز که از الک مناسب برای آزمون‌های خاص عبور کند.

۴-۲-۵ ترازو، با قابلیت توزین تا ۱۰ kg و خوانش تا نزدیک‌ترین ۱ g.

۵-۲-۵ ترازو، با قابلیت توزین تا ۱ kg و خوانش تا نزدیک‌ترین ۰/۰۱ g.

۶-۲-۵ ترازوی تجزیه‌ای، با قابلیت توزین تا ۱۰۰ g و خوانش تا نزدیک‌ترین ۰/۱ mg.

۷-۲-۵ صفحه داغ با هم‌زن مغناطیسی.

۸-۲-۵ pH متر، با ریزنگری ۰/۱ واحد pH.

۹-۲-۵ بشر، ارلن، قیف و کاغذ صافی.

۱۰-۲-۵ پیپت، ۲۵ ml، ۵۰ ml، ۱۰۰ ml مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹.

۱۱-۲-۵ استوانه‌های مدرج با ظرفیت‌های ۱۰ ml، ۲۵۰ ml و ۵۰۰ ml مطابق با استاندارد ISO4789

۱۲-۲-۵ بطری‌های شستشو (پیست‌ها)، حاوی آب مقطر.

۱۳-۲-۵ بورت‌های با اندازه ۵۰ ml مدرج شده با واحدهای ۰/۱ ml مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶.

۱۴-۲-۵ بطری‌های شیشه‌ای معرف کهربایی رنگ.

۱۵-۲-۵ بطری شیشه‌ای معرف ساده.

۱۶-۲-۵ خشکانه‌ها.

۱۷-۲-۵ هود آزمایشگاهی.

۱۸-۲-۵ شیشه ساعت.

۳-۵ تجهیزات اضافی مورد نیاز برای تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب با روش ولهارد (بند ۷ را ببینید)

۱-۳-۵ الک آزمون، با سوراخ‌های مربع شکل ۱۶ mm مطابق با استاندارد EN 933-2.

۵-۳-۲ دو عدد بطری شیشه‌ای، پلاستیکی و یا فلزی یا ظرف‌های آزمایشگاهی دهان باز، با درپوش‌های مناسب.

یادآوری-توصیه می‌شود ظرفیت بطری‌ها برای آزمون سنگدانه درشت یا سنگدانه سبک وزن حدود ۵l، برای آزمون سنگدانه ریز حدود ۲l و برای آزمون پرکننده (فیلر) ارلن ۳۰۰ ml باشد.

۵-۳-۳ لرزاننده یا غلتاننده مکانیکی، برای تکان دادن بطری‌ها (بند ۵-۳-۲).

۵-۳-۴ دو عدد قیف صافی، با قطر حدود ۱۰۰ mm و کاغذهای صافی درجه ریز و متوسط و متناسب با قطر قیف.

۵-۳-۵ دو عدد ارلن درب‌دار، با ظرفیت ۱۰۰ ml و ۲۵۰ ml.

۵-۳-۶ دو عدد بالن حجم‌سنجی، با ظرفیت یک لیتر مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰.

۵-۴ تجهیزات اضافی مورد نیاز برای تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب به روش پتانسیومتری (بند ۸ را ببینید)

۵-۴-۱ تیترا تور پتانسیومتری (تیتروکننده پتانسیل‌سنجی)، مناسب برای تعیین غلظت یون کلرید، با سامانه‌ی الکترودی متشکل از:

الف- الکترود اندازه‌گیری - مجهز به یکی از دو الکترود نقره‌ای (ترجیحاً کلریدی شده) یا الکترود انتخابی - یون کلرید.

ب- الکترود مرجع - یا سولفات جیوه و یا اتصال دوگانه نقره/کلرید نقره با کلرید الکتروولیت آزاد در محفظه بیرونی.

۵-۵ تجهیزات اضافی مورد نیاز برای تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب جهت کنترل تولید کارخانه با روش مور (بند ۹ را ببینید)

۵-۵-۱ دو بطری پلاستیکی دهان باز یک لیتری با درپوش.

۵-۶ تجهیزات اضافی مورد نیاز برای تعیین سولفات‌های محلول در آب (بند ۱۰ را ببینید)

۵-۶-۱ بوتله‌های صافی سیلیسی زینترشده، با درجه تخلخل ۴، با قطر تقریبی ۳۵ mm قطر و ارتفاع تقریبی ۴۰ mm.

۵-۶-۲ بوتله احتراق، به عنوان جایگزینی برای (بند ۵-۶-۱)، با قطر تقریبی ۳۵ mm قطر و ارتفاع تقریبی ۴۰ mm با قابلیت حفظ جرم ثابت هنگامی که تا ۱۱۰۰°C حرارت داده می‌شود.

یادآوری- چینی، سیلیس یا پلاتین مواد مناسبی برای بوتله احتراق می‌باشند.

۵-۶-۳ طیف‌سنج نوری (اسپکتروفتومتر)

یادآوری- مقدار سولفات محلول در آب که با جذب اندازه گیری شده، با استفاده از نمودار واسنجی به دست آمده است. که با حل کردن مقدار مشخصی از کلسیم سولفات در آب ولرم و اندازه گیری جذب محلول آزمون، انجام می شود. برای این کار، توصیه می شود جذب حداقل پنج نوع محلول مختلف در محدوده سولفات ۰٪ تا ۱۳۳٪ مشخص شود. همیشه جذب محلول شاهد، مشخص شده و از محلول آزمون کسر شود.

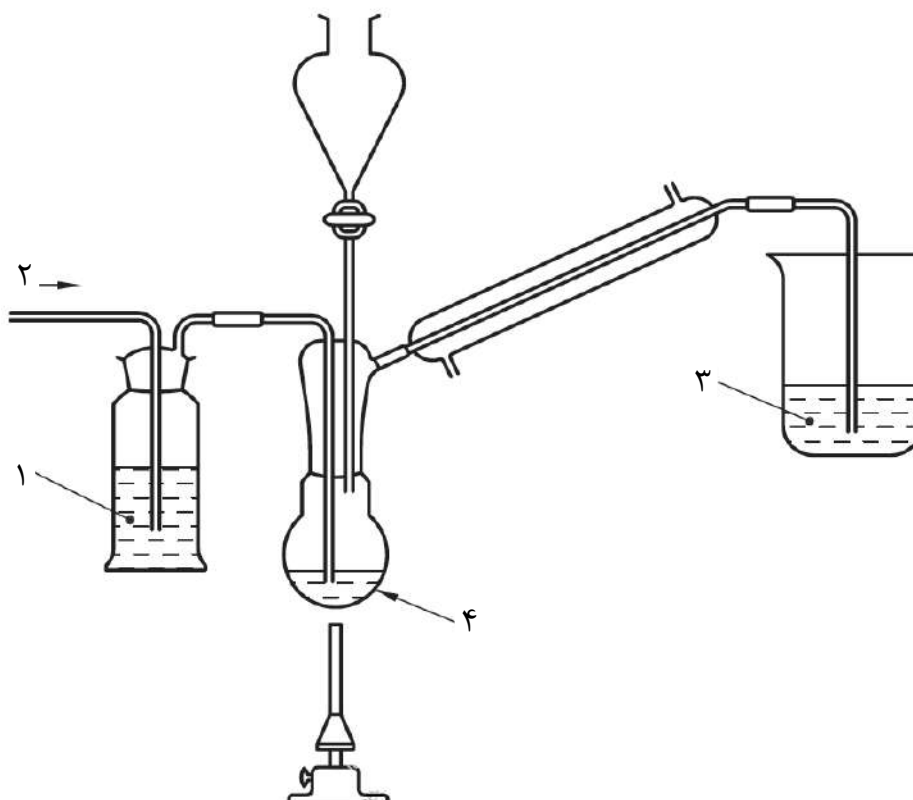
۷-۵ تجهیز اضافی مورد نیاز برای تعیین مقدار سولفورکل (بند ۱۱ را ببینید)

۷-۵-۱ دستگاه با دمای احتراق بالا، کوره القایی با قابلیت رسیدن به دمای حداقل 2000°C در یک دوره تجزیه ۴۰ ثانیه ای. باید از شتاب دهنده مناسبی استفاده شود (برای مثال تنگستن تری اکسید و یا وانادیوم پنتوکسید). توصیه می شود هر بخار آب خارج شده به طور موثری به دام بیافتد.

یادآوری- توصیه می شود این دستگاه به طور منظم با استفاده از مواد استاندارد، شامل سنگدانه هایی از نوع سنگدانه مورد آزمون و پیریت، واسنجی شود. توصیه می شود این مواد استاندارد طیف وسیعی از مقدار سولفور مورد انتظار را پوشش دهد. اگر نتایج خارج از این محدوده به دست آید، بهتر است دستگاه با استانداردهای مناسب دوباره واسنجی شده و آزمون تکرار گردد. بهتر است در وضعیت شاهد اجرا شود و در صورت وجود سولفور، دستگاه باید تمیز شود تا هیچ سولفوری در حالت شاهد شناسایی نگردد.

۸-۵ تجهیز اضافی مورد نیاز برای تعیین مقدار سولفید (بند ۱۳ را ببینید)

نمونه دستگاه تعیین مقدار سولفید در شکل ۱ نشان داده شده است.



راهنما:

۱ محلول سرب استات (بند ۴-۷-۱)

- ۲ نیتروژن یا آرگون
۳ محلول روی سولفات آمونیاکی (بند ۴-۷-۲)
۴ ظرف واکنش

شکل ۱- نمونه‌ای از دستگاه تعیین سولفید

۹-۵ وسایل اضافی برای تعیین ذرات سبک (بند ۱۴-۲ را ببینید)

۱-۹-۵ الک‌های $300\mu\text{m}$ و $250\mu\text{m}$ ، منطبق با استاندارد EN 933-2.

۲-۹-۵ تشتک تبخیر چینی.

۳-۹-۵ هیدرومتر، با گستره ۱/۹۵۰ تا ۲/۰۰۰ مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۶۵۲.

۱۰-۵ وسایل اضافی مورد نیاز برای تعیین وجود مواد گیاهاک (ناخالصی‌های آلی) (بند ۱۵-۱ را ببینید)

۱-۱۰-۵ الک ۴mm، منطبق با استاندارد EN 933-2.

۲-۱۰-۵ بطری شیشه‌ای استوانه‌ای شفاف با درپوش، با گنجایش تقریبی ۴۵۰ml و قطر خارجی تقریبی ۷۰mm.

یادآوری- ابعاد تقریبی انتخاب شده‌اند تا با بطری‌هایی که به صورت تجاری در دسترس هستند هماهنگ (جور) باشد. استفاده از بطری با اندازه‌ای متفاوت نسبت به اندازه اعلام شده می‌تواند بر تشخیص تفاوت با رنگ استاندارد اثر نامطلوب بگذارد.

۱۱-۵ وسایل اضافی مورد نیاز برای تعیین مقدار فولوواسید (بند ۱۵-۲ را ببینید)

۱-۱۱-۵ میله شیشه‌ای هم‌زن.

۲-۱۱-۵ قیف صافی شیشه‌ای.

۳-۱۱-۵ کاغذ صافی، درجه متوسط با قطر ۱۸۰mm.

۴-۱۱-۵ صفحه داغ.

۱۲-۵ وسایل اضافی مورد نیاز برای تعیین ناخالصی‌های آلی به روش ملات (بند ۱۵-۳ را ببینید)

۱-۱۲-۵ کروномتر یا زمان‌سنج، با قابلیت خوانش تا یک ثانیه.

۲-۱۲-۵ تشتک‌های چینی یا سیلیسی دیرگداز با اندازه مناسب برای قرارگیری در داخل کوره مافلی.

۳-۱۲-۵ وسایل آزمون نفوذ منطبق با الزامات استاندارد EN 1015-4.

۵-۱۲-۴ همزن مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۳۹۳.

۵-۱۲-۵ وسایل سرعت سفت شدن مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۹۱۵۰-۹.

۵-۱۲-۶ وسایل آزمون مقاومت خمشی و فشاری منطبق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۹۱۵۰-۱۱.

۵-۱۲-۷ کوره الکتریکی مافلی، با گنجایش کافی برای کلسینه کردن حدود ۲kg سنگدانه، با قابلیت نگه-داری دما در $(480 \pm 25)^{\circ}\text{C}$.

۵-۱۳-۱ وسایل اضافی مورد نیاز برای تعیین آهک آزاد با هم تافت سنجی (کمپلکس سنجی) (بند ۱۸-۲).

۵-۱۳-۱ ظرف ارلن مایر، با گنجایش ۲۵۰ml، با درپوش شیشه‌ای مدور.

۵-۱۳-۲ بالن حجم سنجی، با گنجایش ۵۰۰ml، منطبق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰.

۵-۱۳-۳ همزن مغناطیسی با حمام آب کنترل دما.

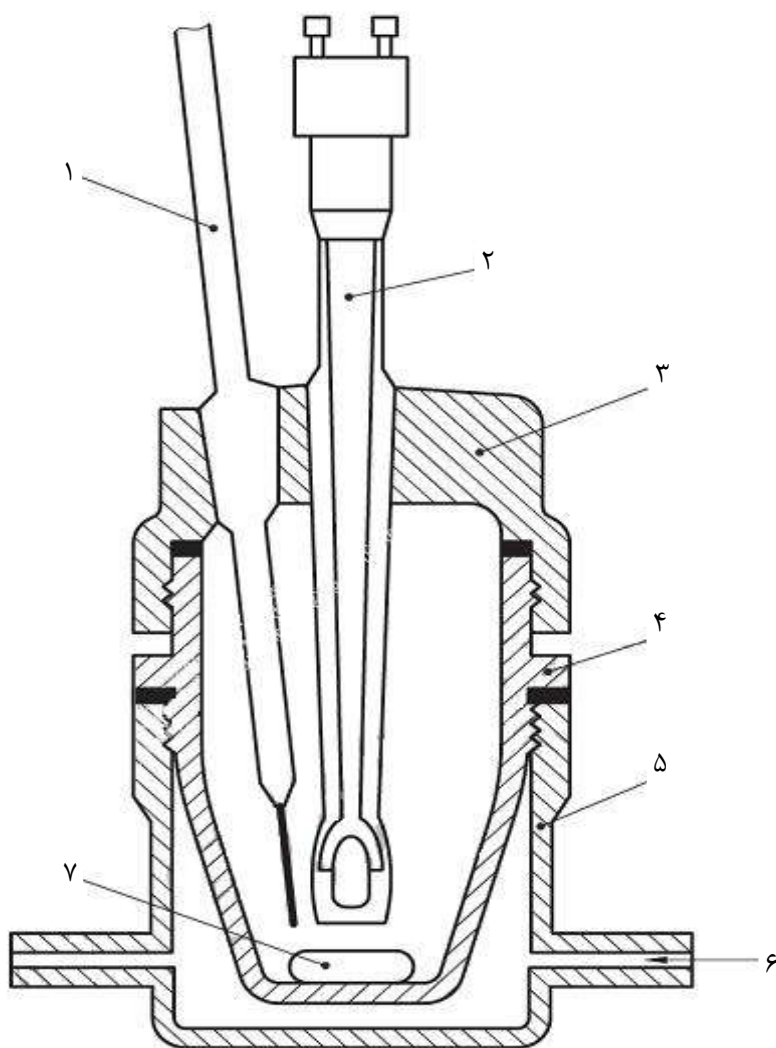
۵-۱۳-۴ صافی شیشه‌ای زینتر شده، با قطر حفره‌های $10\mu\text{m}$ تا $16\mu\text{m}$.

۵-۱۳-۵ تجهیز تیتراژ با گالوانومتر برای تعیین نقطه پایان نوری الکتریکی.

۵-۱۳-۶ الک آزمون، با شبکه توری $63\mu\text{m}$ منطبق با الزامات استاندارد EN 933-2.

۵-۱۴-۱ وسایل اضافی مورد نیاز برای تعیین آهک آزاد با هدایت سنجی (بند ۱۸-۳ را ببینید)

۵-۱۴-۱ ظرف اندازه‌گیری (با حجم تقریبی ۱۶۰ml) با یک غلاف (پوشش) ترموپلاستیک و درپوش پیچشی با دو دهانه مخروطی از نوع NS 14 همان‌طور که در استاندارد DIN 12242-1:1980 تعریف شده است. (شکل ۲ را ببینید).



راهنما:

- ۱ دماسنج (بند ۵-۱۴-۳)
- ۲ الکتروود (بند ۵-۱۴-۲)
- ۳ فنجان پلی پروپیلن
- ۴ ظرف ساخته شده از شیشه بوروسیلیکات
- ۵ غلاف (پوشش) پلاستیکی
- ۶ مجرای ورود آب
- ۷ همزن مغناطیسی (بند ۵-۱۴-۶)

شکل ۲- مقطع عمودی از یک ظرف اندازه گیری برای تعیین آهک آزاد با هدایت سنجی (بند ۵-۱۴ و بند ۳-۱۸)

۵-۱۴-۲ الکتروود هدایتی با مخروط از نوع NS 14.

۵-۱۴-۳ دماسنج (۵۰°C تا ۱۰۰°C): با درجه بندی ۰/۱°C با مخروط از نوع NS 14.

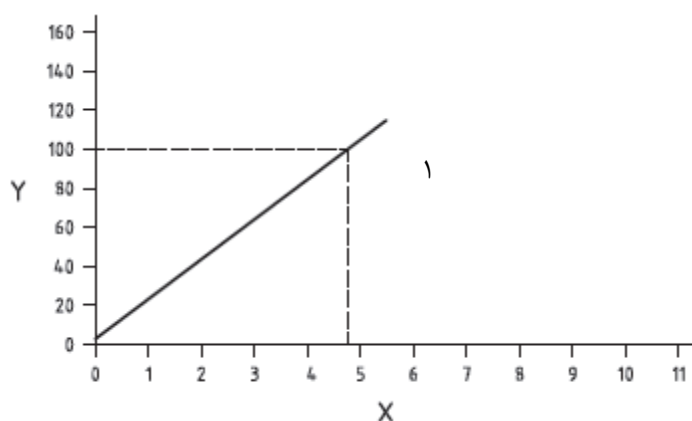
۵-۱۴-۴ هدایت سنج.

یادآوری ۱- مقدار آهک آزاد از هدایت اندازه‌گیری شده با استفاده از یک نمودار واسنجی به دست می‌آید. این روش بر مبنای حل کردن مقدار معلومی از CaO کلسینه شده در اتان‌دی‌ال و اندازه‌گیری هدایت محلول‌های آن‌ها می‌باشد. برای این منظور، توصیه می‌شود هدایت حداقل ۵ محلول متفاوت در گستره‌ای از صفر میلی‌گرم تا ۱۰ میلی‌گرم CaO در ۱۰۰ ml اتان‌دی‌ال (بند ۴-۱۱-۱) تعیین شود و در هر حالت سه اندازه‌گیری منفرد انجام شود.

یادآوری ۲- CaO مورد استفاده با کلسینه کردن CaCO_3 (بند ۴-۱۱-۱۱) در دمای 1000°C تا این‌که به جرم ثابت برسد و سپس سرد کردن در یک خشکانه‌ای که دارای مواد جاذب آب و کربن دی‌اکسید مثل سودا-لایم است، تولید می‌شود.

یادآوری ۳- مقدار هدایت محلول شاهد اتان‌دی‌ال بهتر است برای هر تعیین مشخص شود و از محلول آزمون استنتاج شود.

یادآوری ۴- شکل ۳ واسنجی یک محلول اتان‌دی‌ال دارای کلسیم اکسید در دمای 80°C و یک الکتروود ثابت 0.573cm^{-1} را نشان می‌دهد. در این حالت، یک هدایت اندازه‌گیری شده $100\text{ }\mu\text{S}$ یک مقدار بازدهی $4/8$ درصدی (جرمی) برای مقدار آهک آزاد را می‌دهد.



راهنما:

- ۱ مقدار mg (۰-۱۰) کلسیم اکسید در ۱۰۰ ml اتان‌دی‌ال برای الکتروود با ثابت الکتروود 0.573cm^{-1} و دمای اندازه‌گیری $(80 \pm 0.1)^\circ\text{C}$.
 X مقدار کلسیم اکسید محلول اتان‌دی‌ال بر حسب میلی‌گرم کلسیم اکسید در ۱۰۰ ml (mg CaO/100ml).
 Y هدایت بر حسب μS .

شکل ۳- مثالی از یک نمودار واسنجی

۵-۱۴-۵ حمام آب، با قابلیت کنترل دمای $(80 \pm 0.1)^\circ\text{C}$.

۵-۱۴-۶ هم‌زن مغناطیسی با حمام آب کنترل دما.

۵-۱۴-۷ الک آزمون، شبکه سیمی $63\text{ }\mu\text{m}$ مطابق با الزامات استاندارد EN 933-2.

۵-۱۵ وسایل اضافی مورد نیاز برای تعیین اسیدسنجی آهک آزاد (بند ۱۸-۴ را ببینید)

۵-۱۵-۱ ظرف‌های ارلن‌مایر، با گنجایش ۲۰۰ ml، ۲۵۰ ml یا ۳۰۰ ml، متصل شده به چگالنده‌های^۱ آب سرد توسط اتصالات داخلی استاندارد مخروطی.

۵-۱۵-۲ لوله‌های جذب برای اتصال به قسمت بالایی چگالنده‌ها و دارای سدیم هیدروکسید (بند ۴-۱۳-۸) و غربال مولکولی (بند ۵-۱۵-۳).

۵-۱۵-۳ غربال مولکولی ۳nm، دانه‌های با قطر در حدود ۲mm.

۵-۱۵-۴ صافی‌های ریزالیاف شیشه‌ای با نگه‌داشت ۱/۲μm (برای مثال واتمن GF/C).

۵-۱۵-۵ تجهیز برای صاف کردن در خلا.

۵-۱۵-۶ الک آزمون، شبکه سیمی ۶۳μm مطابق با الزامات استاندارد EN 933-2.

۵-۱۶-۱ وسایل اضافی مورد نیاز برای تعیین CaO موجود در سرباره آهن با پراش اشعه ایکس (بند ۱۸-۵ را ببینید).

۵-۱۶-۱ پراش اشعه ایکس.

۵-۱۶-۲ الک آزمون، شبکه سیمی ۶۳μm مطابق با الزامات استاندارد EN 933-2.

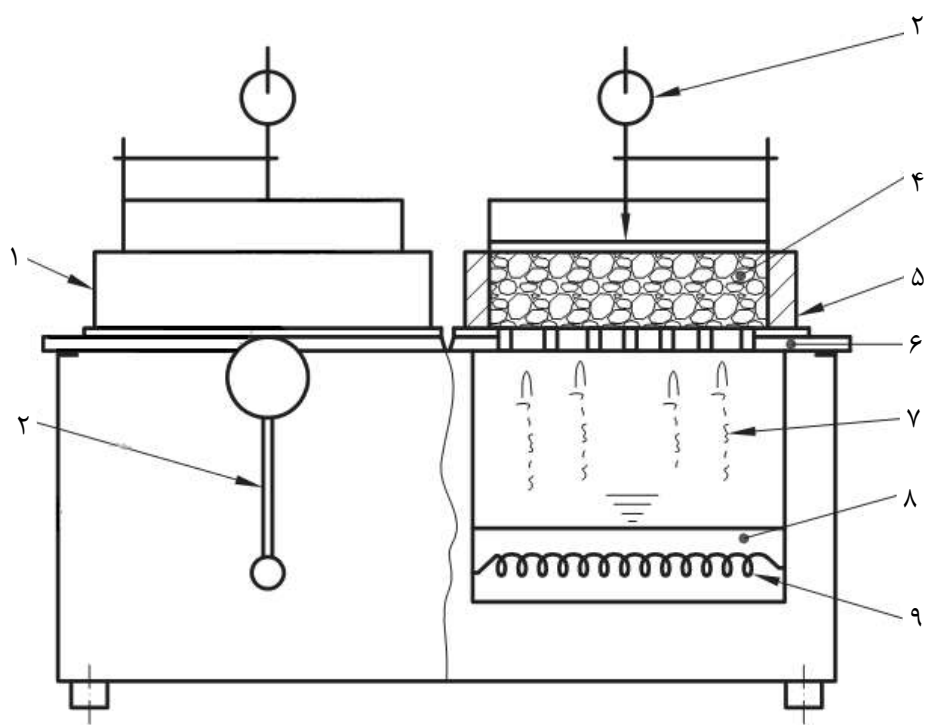
۵-۱۷-۱ وسایل اضافی مورد نیاز برای تعیین دی‌کلسیم سیلیکات و پاشی شده کوره آهن‌گدازی هواسرد شده (بند ۱۹-۱ را ببینید)

۵-۱۷-۱ تجهیز نور فرابنفش، با طول موج ۳۰۰nm تا ۴۰۰nm با بیش‌ترین شدت در طول موج ۳۶۶nm.

۵-۱۸-۱ وسایل اضافی مورد نیاز برای تعیین انبساط حجمی سرباره فولاد (بند ۱۹-۳ را ببینید)

۵-۱۸-۱ وسیله بخار با استوانه آزمون و نشان‌گر جابه‌جایی، با گستره اندازه‌گیری (۱±۰/۱)mm آن‌طور که در شکل‌های ۵ و ۶ نشان داده شده است.

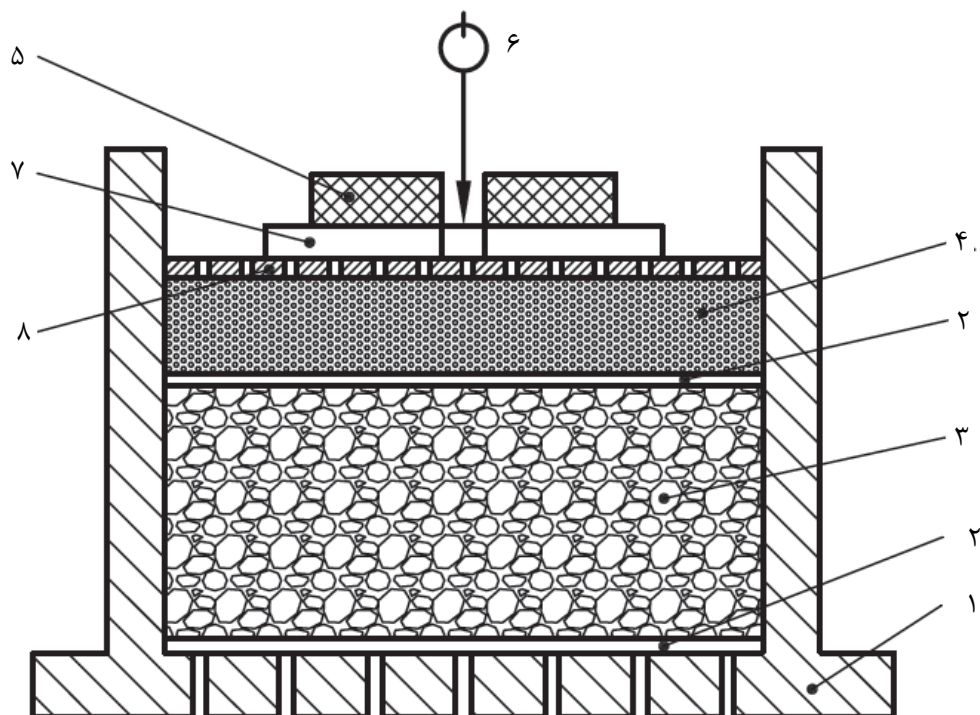
یادآوری- تجهیز بخار از یک یا چند محفظه تشکیل شده است، طوری که آب تا رسیدن به نقطه جوش بر روی المنت‌های حرارتی در حین آزمون حرارت داده می‌شود. بر روی محفظه حرارتی یک آزمون سرباره متراکم شده در داخل یک استوانه همراه با یک پایه سوراخ‌دار، با قطر داخلی حدود ۲۱۰mm و ارتفاع حدود ۱۲۰mm قرار داده می‌شود. حفره‌های موجود در پایه اجازه می‌دهند تا بخار از میان آزمون بالا آید. توصیه می‌شود آب مصرفی $(1/1 \pm 0/6) \text{ l/h}$ باشد. به منظور جلوگیری از چگالش ایجادشده در قسمت داخلی استوانه ناشی از افت حرارت، استوانه تا دمای $(120 \pm 10)^\circ\text{C}$ با یک جلد حرارتی مدور که به دیواره بیرونی ملحق شده حرارت داده می‌شود.



راهنما:

- ۱ استوانه آزمون
- ۲ اندازه گیر آب
- ۳ نشان گر جابه جایی
- ۴ آزمون سرباره
- ۵ جلد حرارتی
- ۶ پایه سوراخ دار
- ۷ بخار
- ۸ آب
- ۹ سیم پیچ حرارتی

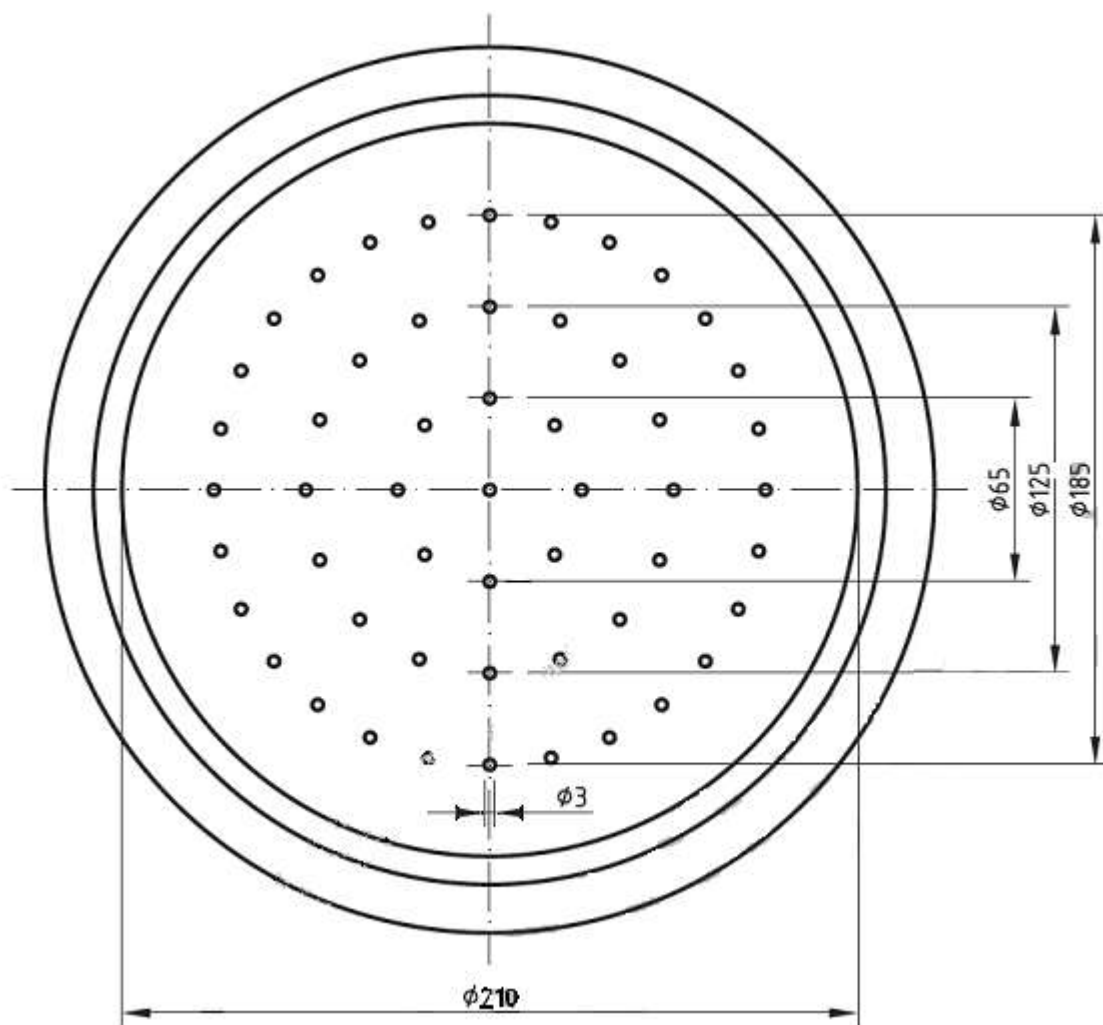
شکل ۴- مقطع عمودی یک نمونه وسیله آزمون بخار با دو محفظه



راهنما:

- ۱ استوانه با پایه سوراخ‌دار، دارای ۴۹ سوراخ، قطر هر سوراخ ۳mm، توزیع شده آن‌طور که در شکل ۶ داده شده است
- ۲ پارچه بافته (مت)
- ۳ آزمون سرباره متراکم شده
- ۴ دانه‌های شیشه‌ای، با قطر ۵mm
- ۵ سربار
- ۶ نشان‌گر جابه‌جایی
- ۷ نگه‌دارنده سرباره، با قابلیت عبور بخار
- ۸ صفحه سوراخ‌دار، با نسبت مساحت سوراخ‌ها برابر با $(30 \pm 5)\%$

شکل ۵- استوانه با نمونه و تجهیز بارگذاری/اندازه‌گیری



راهنما:

نقطه وسط: ۱ سوراخ

اولین دایره، قطر ۶۵mm: دارای ۸ سوراخ

دومین دایره، قطر ۱۲۵mm: دارای ۱۶ سوراخ

سومین دایره، قطر ۱۸۵mm: دارای ۲۴ سوراخ

شکل ۶- نمودار سوراخ کاری پایه استوانه

۵-۱۸-۲ الک‌ها، مطابق با استاندارد EN 933-2، با اندازه‌های مش ۰٫۵mm، ۲٫۰mm، ۵٫۶mm، ۸٫۰mm، ۱۱٫۲mm، ۱۶٫۰mm، ۲۲٫۴mm.

۵-۱۸-۳ دانه‌های شیشه‌ای، با قطر ۵mm.

۵-۱۸-۴ کاغذ صافی درجه متوسط، با قطر ۲۱۰mm.

۵-۱۸-۵ میز لرزان، با بسامد تقریبی (48 ± 3) Hz و دامنه $1.5 \pm$ mm، یا ابزار تراکمی دیگر که اجازه دهد تا تراکم نهایی بخش آزمون به مقدار هوای (25 ± 3) درصد حجمی برسد.

یادآوری- انواع دیگری از میز لرزان، یک چکش پراکتور یا یک چکش لرزان دستی ممکن است مناسب باشد.

۵-۱۸-۶ میله مدرج، دارای درجه‌بندی تا نزدیک‌ترین mm، با مقیاس طول ۲۰۰mm یا بیشتر.

۵-۱۸-۷ سربار با یک قطر خارجی کم‌تر از ۲۱۰mm (۱۸۰mm نمونه‌وار است) با یک سوراخ مرکزی به قطر حدود ۱۵mm برای این‌که اجازه دهد ساقه‌ی نشان‌گر جابه‌جایی در قسمت بالای تکیه‌گاه سربار قرار گیرد، و اجازه دهد تا بخار خارج شود. جرم ترکیبی کلی سربار، تکیه‌گاه سربار و صفحه سوراخ‌دار باید $(6 \pm 0.1) \text{ kg}$ باشد.

۶ الزامات عمومی آزمون

۶-۱ تعداد آزمون

تعداد اندازه‌گیری‌های منفرد روش‌های آزمون مختلف (بند ۷ تا ۱۹ را ببینید) بر روی ۲ ثابت است (همچنین بند ۶-۳ را ببینید)، به‌جز مواردی که غیر از این اعلام شود.

۶-۲ تکرارپذیری و تجدیدپذیری

انحراف استاندارد تکرارپذیری نزدیکی توافق بین نتایج متوالی به‌دست آمده با همان روش بر روی مواد مشابه، در شرایط مشابه (همان کارور، همان دستگاه، همان آزمایشگاه و فاصله زمانی کوتاه) را نشان می‌دهد. انحراف استاندارد تجدیدپذیری نزدیکی توافق بین نتایج تکی به‌دست آمده با همان روش بر روی مواد مشابه، اما در شرایط مختلف (کارور مختلف، دستگاه‌های مختلف، آزمایشگاه‌های مختلف و/یا زمان‌های مختلف) را نشان می‌دهد. (EN932-6 را ببینید) انحراف استاندارد تکرارپذیری و تجدیدپذیری به صورت درصد مثبت (قدر مطلق) بیان می‌شوند. مقادیر مشخصی از آن‌ها برای برخی از روش‌های آزمون در پیوست الف داده شده است.

یادآوری- مقادیر دقیق آن‌ها از استانداردهای ملی قبلی یا از تجربه‌های آزمون متقابل که توسط CEN به رسمیت شناخته شده نیز به‌دست می‌آید.

۶-۳ بیان جرم، حجم، فاکتورها و نتایج

جرم را با ترازوی تجزیه‌ای (بند ۵-۲-۶) تا نزدیک‌ترین 0.1 mg و حجم را از بورت‌ها (بند ۵-۲-۱۳) به میلی-لیتر تا نزدیک‌ترین 0.5 ml ثبت کنید.

جرم را با ترازوی عادی مشخص شده در (بند ۵-۲-۴) به گرم، تا نزدیک‌ترین 1 g یا ترازوی مشخص شده در (بند ۵-۲-۵) تا نزدیک‌ترین 0.1 g ثبت کنید.

فاکتورهای محلول (۴-۷-۵، ۴-۷-۶ و ۴-۱۳-۷)، با میانگین سه اندازه‌گیری و تا سه رقم اعشار ارائه کنید. نتایج حاصل از آزمون‌ها، با میانگین دو اندازه‌گیری تا نزدیک‌ترین 0.1 درصد بیان کنید، بجز در شرایطی که غیر از این اعلام شود. اگر مقدار قابل قبولی از تکرار پذیری موجود باشد (پیوست الف)، باید نتایج دوبار اندازه‌گیری را بررسی کنید. اگر اختلاف بین دو مقدار به‌دست آمده بیش از دو برابر انحراف استاندارد تکرار پذیری باشد، آزمون را تکرار کنید و میانگین نزدیک‌ترین مقادیر را به‌دست آورید.

۴-۶ خشک کردن مواد

مواد باید در آون با تهویه مناسب (بند ۵-۲-۱) در درجه حرارت $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ خشک شوند، بجز در مواردی که غیر از این اعلام شود.

۵-۶ حرارت دادن (سرخ کردن) رسوبها

رسوبها را به شرح زیر حرارت دهید (سرخ کنید):

کاغذ صافی و محتویات آنرا در یک بوته، که از قبل حرارت دیده و وزن شده قرار دهید. آنرا خشک کنید و سپس کاغذ صافی را به آرامی در فضای اکسیدی، بدون شعله‌ور شدن، بسوزانید و از احتراق کامل آن اطمینان یابید.

رسوب را به مدت حداقل یک ساعت در درجه حرارت اعلام شده حرارت دهید.

اجازه دهید بوته و محتویات آن در خشکانه تا دمای اتاق خنک شوند. بوته و محتویات آنرا وزن کنید.

۶-۶ بررسی عدم وجود یون کلرید (آزمون نقره نیترات)

پس از پنج یا شش بار شستشوی رسوبات، بستر صافی را با چند قطره آب پاک کنید. کاغذ صافی و محتویات آنرا با چند میلی‌لیتر آب شسته و آب شستشو را در یک لوله آزمایش جمع کنید. چند قطره نیتریک اسید غلیظ (بند ۴-۱) و محلول نقره نیترات (بند ۴-۲-۱) اضافه کنید. برای بررسی عدم وجود تیرگی و یا رسوب در محلول، در صورت لزوم شستشو را ادامه دهید. عدم وجود تیرگی در آزمون نقره نیترات، تایید می‌کند که شستشو عاری از یون کلرید است.

۷ تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب به روش ولهارد (روش مرجع)

۱-۷ اصول آزمون

این آزمون برای مصالحي که کلرید موجود در آن، ناشی از تماس مستقیم با آب شور یا غوطه‌ور شدن در آب شور باشد، به عنوان مثال سنگدانه لایروبی شده از دریا، مناسب است.

مشخصه این آزمون سنگدانه، خارج کردن یون کلرید به روش استخراج با آب می‌باشد. تجزیه عصاره (محلول حاصل از استخراج) مبتنی بر تیتراسیون ولهارد است. در این روش، مقداری محلول نقره نیترات اضافی به محلول کلرید افزوده می‌شود و بخش واکنش نداده با محلول استاندارد تیوسیانات، در حضور محلول سولفات آهن آمونیوم به عنوان شناساگر، تیترا می‌شود.

کلرید گزارش شده، درصدی از جرم سنگدانه است.

یادآوری- برخی از سنگدانه‌ها به عنوان مثال سنگدانه های برخی از مناطق بیابانی، آزمون استخراج نیتریک اسید از سنگدانه ریز خاک، می‌تواند سطح بسیار بالاتری از کلرید را نسبت به روش استخراج آب، که در این بند مشخص شده، را نشان دهد.

۲-۷ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

یادآوری - در مورد سنگدانه‌های دریایی توصیه می‌شود نمونه آزمایشگاهی نشان دهنده مقدار رطوبت بهر باشد.

۳-۷ آماده‌سازی آزمونه‌ها

نمونه‌های آزمایشگاهی را با روش مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ به مقداری که کمتر از جرم ارائه شده در جدول ۱ نباشد کاهش دهید. ابعاد الک بالایی سنگدانه مناسب است.

نمونه‌فرعی را تا رسیدن به جرم ثابت (بند ۳-۴) در درجه حرارت $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ خشک کنید.

نمونه‌فرعی را با الک ۱۶mm الک کنید. (بند ۵-۳-۱ را ببینید) و همه نمونه‌های بزرگ‌تر را خرد کنید تا از الک ۱۶mm عبور کنند، از خردایش بیش از حد اجتناب کنید. همه‌ی نمونه‌های الک شده را به خوبی مخلوط کنید و با استفاده از روش مندرج در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ دو آزمونه، هر کدام با جرم حدود $(2 \pm 0.3)\text{kg}$ برای سنگدانه‌های درشت و جرم حدود $(500 \pm 75)\text{g}$ برای سنگدانه ریز، تهیه کنید.

در مورد سنگدانه‌های سبک وزن، هر کدام از دو بخش‌آزمون باید حجمی حدود یک لیتر داشته باشند.

جدول ۱- حداقل جرم اولیه نمونه‌فرعی

اندازه الک بالایی سنگدانه mm	حداقل جرم نمونه‌فرعی kg
۶۳	۵۰
۴۵	۳۵
۳۱/۵	۱۵
۲۲/۴ یا کوچک‌تر	۵

۴-۷ آماده‌سازی عصاره‌ها

برای سنگدانه‌های درشت و سنگدانه‌های سبک وزن از دو بطری دهانه گشاد با ظرفیت ۲l (بند ۵-۳-۲) استفاده کنید؛ برای سنگدانه‌های ریز از دو بطری با ظرفیت ۲l استفاده کنید. هر یک از بطری‌ها را وزن کرده و جرم آن را تا نزدیک‌ترین ۱g ثبت کنید.

آزمونه‌ها (بند ۷-۳) را به بطری‌ها منتقل کنید. جرم بطری و محتویات آن را تا نزدیک‌ترین ۱g یادداشت کنید. جرم سنگدانه درون هر بطری را با اختلاف دو عدد به‌دست آمده محاسبه کنید.

به هر بطری معادل جرم نمونه آن، آب اضافه کنید. برای سنگدانه‌های سبک یک لیتر آب اضافه شود.

بطری را با لرزاننده یا غلتاننده (بند ۵-۳-۳) به مدت ۶۰min به صورت پیوسته تکان دهید.

سپس عصاره‌ها را با کاغذ صافی درجه متوسط خشک (بند ۵-۳-۴)، در بشرهای خشک و تمیز (بند ۵-۲-۹)

صاف کنید تا حداقل ۱۰۰ml از محلول صاف یا کمی شیری رنگ صاف شده جمع آوری شود.

۷-۵ روش تعیین مقدار کلرید (یون کلر) موجود در عصاره

مقدار ۱۰۰ ml از عصاره صاف شده (بند ۷-۴) را با استفاده از یک پیت ۱۰۰ ml (بند ۵-۲-۱۰) برداشته و به ارلن با ظرفیت ۲۵۰ ml (بند ۵-۳-۵) منتقل کنید. ۵ ml نیتریک اسید (بند ۴-۲-۳) بیفزایید و پس از آن محلول نقره نیترات (بند ۴-۲-۱) را از یک بورت (بند ۵-۲-۱۳) تا رسوب کامل کلریدها، به ارلن اضافه کنید. در صورتی که سنگدانه‌های حاوی سولفید (مثل سرباره) آزمون می‌شوند، پس از اضافه کردن نیتریک اسید و قبل از اضافه کردن نقره نیترات، محلول را به مدت ۳ min تا ۵ min در زیر هود بجوشانید، بدین ترتیب ممکن است رسوب سفیدی از سولفور تشکیل گردد، که لازم نیست صاف شود. محلول را سرد کرده و محلول نقره نیترات به آن اضافه کنید.

نقره نیترات اضافی به اندازه کافی بیفزایید، تا اطمینان یابید با حداقل ۳ ml محلول تیوسیانات، تیتراژ شود.

حجم کل (V_5) محلول نقره نیترات اضافه شده را یادداشت کنید.

مقدار ۲ ml از ۳ و ۵ تری متیل هگزان-۱-آل (بند ۴-۲-۴) اضافه کنید و دهانه ارلن را بسته و ارلن را به شدت تکان دهید تا رسوب تشکیل شود.

درپوش ارلن را با دقت باز کنید تا محلول بیرون نریزد. سپس درپوش را با آب بشوید و آب شستشو را به محلول اضافه کنید.

مقدار ۵ ml محلول شناساگر آمونیوم آهن (III) سولفات (بند ۴-۲-۵) را اضافه کنید، سپس محلول استاندارد شده تیوسیانات (بند ۴-۲-۲) را از یک بورت تا زمانی که اولین تغییر رنگ دایمی از سفید شیری به قهوه‌ای کم‌رنگ اتفاق افتد تیتراژ کنید. شدت رنگ محلول حاصل مشابه رنگی است که برای استاندارد کردن محلول تیوسیانات در بند ۴-۲-۲ تشریح شده است.

حجم (V_6) محلول تیوسیانات اضافه شده را یادداشت کنید.

روش فوق را با عصاره آزمون دوم تکرار کنید.

آزمون بر روی هر عصاره، یکبار انجام شود.

یادآوری- به دلیل این که مقدار کلرید سنگدانه، به‌طور معمول پایین است، ممکن است تغییر رنگ محلول بعد از افزودن نقره نیترات به‌سختی مشاهده شود و این موضوع تیتراسیون را دچار خطا کند، در این موارد می‌توان مقدار کمی نقره نیترات (حدود ۲ ml تا ۳ ml) به‌عنوان مرجع به محلول اضافه کرد و سپس این محلول را با تیوسیانات تیتراژ کرد و در نهایت اختلاف این دو را به‌عنوان نقره نیترات مصرفی تعیین کرد، البته این کار در حالتی که مقدار تیوسیانات مصرفی کمتر از نقره نیترات مصرفی باشد قابل کاربرد است.

۷-۶ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار کلرید سنگدانه، C ، را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$C = 0.003546W\{V_5 - (10 C_T V_6)\} \quad (\text{بر حسب درصد}) \quad (۶)$$

که در آن:

V_5 حجم محلول نقره نیترات، برحسب به ml؛

V_6 حجم محلول تیوسیانات استاندارد اضافه شده، برحسب به ml؛

C_T غلظت محلول تیوسیانات استاندارد، برحسب mol/l ؛

W نسبت جرمی آب به سنگدانه، برای سنگدانه سبک، 1000 g به جرم سنگدانه برحسب گرم است.

$$W = \frac{1000\text{ g}}{\text{جرم سنگدانه}}$$

یادآوری- توضیحی برای دقت اندازه گیری کلرید محلول در آب در پیوست الف ارائه شده است.

میانگین دو مقدار به دست آمده از اندازه گیری دو عصاره را به صورت درصد تا نزدیک ترین 0.001% به عنوان نتیجه آزمون بیان کنید.

۸ تعیین نمک های کلریدی محلول در آب به روش پتانسیومتری (روش جایگزین)

۸-۱ اصول آزمون

نمونه آزمون سنگدانه مطابق همان روش بند ۷-۴ عصاره گیری شود. یون های کلرید عصاره با استفاده از محلول نقره نیترات استاندارد ته نشین می شود. این روش مبتنی بر شیوه افزایش استاندارد است. تیتراسیون توسط روش پتانسیومتری با استفاده از یک الکتروود مناسب به عنوان شناساگر اجرا می شود.

یادآوری- الکتروود انتخابی یون کلرید و گران پلات^۱ نیز می تواند مورد استفاده قرار گیرد.

۸-۲ نمونه برداری، آماده سازی آزمون ها و عصاره ها

روش مشخص شده در بندهای ۷-۲، ۷-۳ و ۷-۴ را انجام دهید.

۸-۳ روش تعیین مقدار کلرید عصاره

مقدار 50 ml از عصاره صاف شده (بند ۷-۴) با استفاده از پیت 50 ml (بند ۵-۲-۱۰) بردارید و به یک بشر 250 ml منتقل کنید. با نیتریک اسید (HNO_3) (بند ۴-۲-۳) محلول را اسیدی کنید تا مقدار pH به ۲ یا ۳ برسد. با پیت 5 ml از محلول کلرید سدیم را اضافه کنید (بند ۴-۳-۲). هنگامی که سنگدانه های حاوی سولفید (مثل سرباره) تجزیه می شوند، 5 min در دمای زیر جوش به محلول برای هضم زمان داده می شود.

ممکن است رسوب سفید سولفور تشکیل گردد اما لازم نیست صاف شود. آزمون را سرد کرده و محلول نقره نیترات به آن اضافه کنید. محتویات ظرف را سرد کنید.

با استفاده از دستگاه پتانسیومتری (بند ۵-۴-۱) با محلول نقره نیترات تیتراسیون را انجام دهید. مقدار کلرید محلول، با مصرف محلول نقره نیترات که با نقطه عطف منحنی پتانسیل در ارتباط است، مشخص می گردد. مقدار کلرید سدیمی (بند ۴-۳-۲) که برای تشخیص بهتر نقطه پایان اضافه شده، کسر خواهد شد.

روش فوق را با عصاره آزمون دوم تکرار کنید. مقدار کلرید سدیم اضافه شده باید توسط یک آزمون شاهد تایید گردد.

۸-۴ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار کلرید، C ، سنگدانه را با معادله زیر محاسبه کنید:

$$C = 0.000709 V_7 W \quad (\text{برحسب درصد}) \quad (۷)$$

که در آن:

V_7 محلول نقره نیترات مصرفی برحسب ml، با کم کردن ۱۰ ml برای محلول کلرید اضافه شده؛

W نسبت جرمی آب به سنگدانه، برای سنگدانه سبک، ۱۰۰۰ g به جرم سنگدانه برحسب گرم است.

$$W = \frac{1000 \text{ g}}{\text{جرم سنگدانه}}$$

نتیجه میانگینی از دو اندازه‌گیری روی عصاره‌ها به صورت درصد تا نزدیک‌ترین ۰٫۰۰۱٪ بیان می‌شود.

یادآوری- توضیحی برای دقت اندازه‌گیری کلرید محلول در آب در پیوست الف ارائه شده است.

۹ تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب به روش موهر (روش جایگزین)

۹-۱ کلیات

غلظت یون کلرید موجود در آب عصاره‌گیری شده از سنگدانه طبیعی ممکن است با استفاده از روش‌های دستگاهی بر مبنای اندازه‌گیری هدایت تعیین شود.

این روش آزمون یک روش سریع‌تر برای عصاره‌گیری نسبت به آنچه در بند ۷ مشخص شده ارائه می‌دهد. به‌طور قوی توصیه می‌شود که این روش به منظور بررسی مقدماتی قبل از به‌کارگیری آزمون مشخص شده در بند ۷ برای انطباق با یک ویژگی، در صورت ضرورت، انجام شود. بهتر است این روش فقط برای کنترل تولید کارخانه‌ای استفاده شود.

۹-۲ اصول آزمون

یک بخش آزمون سنگدانه به‌طور سریع با آب در دمای اتاق عصاره‌گیری می‌شود تا یون‌های کلرید خارج شود. عصاره سپس با روش موهر تجزیه می‌شود. کلرید با نقره نیترات در حضور پتاسیم کرومات به عنوان یک شناساگر تیترومتری می‌شود. غلظت یون کلرید همچنین ممکن است با روش‌های دستگاهی مبتنی بر هدایت تعیین شود.

۹-۳ نمونه‌برداری

نمونه آزمایشگاهی باید براساس روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

۴-۹ آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با استفاده از روش‌های مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ کاهش دهید، تا این‌که بخش آزمون به جرمی در حدود ۲۵۰g برسد. برای سنگدانه‌های سبک، به حجم یک لیتر برسد.

۵-۹ آماده‌سازی عصاره‌ها

برای سنگدانه‌های درشت و ریز دو عدد بطری پلاستیکی دهان‌گشاد یک لیتری (بند ۵-۵) را به کار برید. برای سنگدانه‌های سبک دو عدد بطری ۵l (بند ۵-۳-۲) را به کار برید. هر بطری را وزن کنید و جرم آن را تا نزدیک‌ترین یک گرم ثبت کنید. بخش آزمون را به داخل بطری‌ها منتقل کنید. هر بطری را با محتویاتش وزن کنید و جرم آن را تا نزدیک‌ترین یک گرم ثبت کنید. جرم سنگدانه هر بطری را با تفاضل محاسبه کنید. به هر بطری مقداری آب برابر با جرم سنگدانه اضافه کنید. برای سنگدانه‌های سبک یک لیتر آب اضافه کنید. درپوش بطری را به‌طور آب‌بند ببندید و محتویات آن را با تکان دادن بطری به تعداد حداقل ۲۰ مرتبه، مخلوط کنید. اجازه دهید ته‌نشین شود تا آب رویی کمی یا بیش‌تر شفاف شود.

۶-۹ روش تعیین مقدار کلرید موجود در عصاره‌ها

یادآوری- اگر اندازه‌گیری هدایت انجام می‌شود، حدود ۱۰۰ml را به داخل بشر ۲۵۰ml بریزید و غلظت را اندازه بگیرید.

مقدار ۲۵ml از آب رویی (بند ۵-۹) را با استفاده از یک پیپت ۲۵ml (بند ۵-۲-۱۰) بردارید و به یک ارلن با گنجایش ۱۰۰ml (بند ۵-۳-۵) انتقال دهید. مقدار ۴ml تا ۶ml از محلول پتاسیم کرومات (بند ۴-۴) را اضافه و مخلوط کنید. با محلول نقره نیتрат ۰/۰۱mol/l (بند ۴-۳-۱) تا قرمز روشن تیتتر کنید. حجم محلول نقره نیترات به کار رفته V_8 را یادداشت کنید.

۷-۹ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار کلرید سنگدانه، C، را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$C = 0.01 \times 0.03545 \times V_8 \times W \times 4 \quad (\text{برحسب درصد}) \quad (۸)$$

که در آن:

V_8 حجم نقره نیترات ۰/۰۱mol/l مصرفی؛

W نسبت جرمی آب به سنگدانه، برای سنگدانه سبک، ۱۰۰۰g به جرم سنگدانه برحسب گرم است.

$$W = \frac{1000 \text{ g}}{\text{جرم سنگدانه}}$$

۱۰ تعیین سولفات‌های محلول در آب

۱۰-۱ تعیین سولفات‌های محلول در آب در سنگدانه‌های طبیعی و شکسته

۱۰-۱-۱ اصول آزمون

یک آزمون سنگدانه با آب در دمای اتاق عصاره‌گیری می‌شود تا یون‌های سولفات محلول در آب خارج شود. مقدار سولفات محلول در آب با رسوب در یک محلول باریم کلرید با pH بین ۱ تا ۱/۵، در نقطه جوش تعیین می‌شود.

تعیین سپس به طریق وزن‌سنجی کامل و مقدار یون سولفات برحسب درصد جرمی سنگدانه بیان می‌شود.

۱۰-۱-۲ نمونه‌برداری

نمونه آزمایشگاهی باید براساس روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

۱۰-۱-۳ آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با استفاده از روش‌های مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ کاهش دهید، تا این‌که بخش آزمون با توجه به اندازه الک بالایی (D) به جرمی حداقل برابر با مقادیر مشخص شده در جدول ۱ (بند ۷-۳) برسد.

نمونه فرعی را در یک دمای $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ تا رسیدن به جرم ثابت (بند ۳-۴) خشک کنید.

نمونه فرعی را با الک ۱۶mm الک کنید (بند ۵-۳-۱ را ببینید). ذرات بزرگ‌تر از اندازه را تا رد شدن از الک، خرد کنید، از خردایش بیش از حد جلوگیری کنید. ترکیب و به‌طور کامل مخلوط کنید و با روش مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ دو آزمون هر کدام با جرمی در حدود $(2 \pm 0.3)\text{kg}$ برای سنگدانه درشت یا $(50 \pm 7.5)\text{g}$ برای سنگدانه ریز ایجاد کنید.

در مورد سنگدانه‌های سبک، هر کدام از دو آزمون باید حجمی در حدود یک لیتر داشته باشند.

۱۰-۱-۴ آماده‌سازی عصاره‌ها

برای سنگدانه‌های درشت یا سنگدانه‌های سبک دو عدد بطری پلاستیکی یا فلزی با گنجایش ۵l و برای سنگدانه‌های ریز دو عدد بطری با ظرفیت ۲l (بند ۵-۳-۲) را به کار برید. هر بطری را وزن کنید و جرم آن را تا نزدیک‌ترین یک گرم ثبت کنید.

آزمون‌های به‌دست آمده طبق روش مشخص شده در بند ۱۰-۱-۳ را به داخل بطری‌ها منتقل کنید. هر بطری را با محتویاتش وزن و جرم آن را تا نزدیک‌ترین یک گرم ثبت کنید. جرم سنگدانه هر بطری را با تفاضل محاسبه کنید.

به هر بطری به اندازه دو برابر جرم آزمون، آب اضافه کنید. برای سنگدانه‌های سبک یک لیتر آب اضافه کنید. درپوش بطری را به‌طور آب‌بند ببندید و محتویات آن را با تکان دادن بطری یا غلتاندن آن (بند ۵-۳-۳) به‌طور مداوم به مدت حداقل ۲۴h، مخلوط کنید.

یادآوری- اگر تجهیزات همزن مکانیکی به کار برده نمی شود و سنگدانه و آب صرفاً به صورت گاه به گاه هم زده می شود، امکان دارد که تمامی سولفات های محلول در مدت ۲۴h عصاره گیری نشود (به طور ویژه اگر منبع سولفات برای مثال، بلورهای بزرگی از گچ باشد).

عصاره ها را با عبور دادن از کاغذهای صافی درجه متوسط (بند ۵-۳-۴) خشک در بشرهای خشک تمیز (بند ۵-۲-۹) صاف کنید تا این که حداقل ۱۰۰ ml از محلول صاف شده شفاف جمع آوری شود.

۱۰-۱-۵ روش تعیین مقدار سولفات موجود در عصاره ها

مقدار ۵۰ ml از عصاره صاف شده را با پیپت (بند ۵-۲-۱۰) به یک بشر با گنجایش ۵۰۰ ml انتقال دهید. آن را تا ۳۰۰ ml با آب رقیق کنید و ۱۰ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۵-۱) اضافه کنید.

آن را زیر هود به جوش برسانید و به مدت ۵min بجوشانید.

یادآوری ۱- اگر سنگدانه دارای سولفیدها، برای مثال سرباره ها، باشد، بعد از جوشاندن به مدت ۵min، محلول را در یک جای گرم به مدت ۳۰min نگه دارید. اگر رسوب سفید تشکیل شود، با یک کاغذ صافی با درجه متوسط صاف کنید و با آب مقطر داغ بشویید. باقی مانده را دور بریزید و مراحل زیر را دنبال کنید.

در حال با شدت به هم زدن و نگه داری محلول در نقطه جوش، ۵ml محلول باریم کلرید (بند ۴-۵-۲) گرم شده تا زیر (نزدیک به) نقطه جوش را به صورت قطره قطره اضافه کنید. جوشاندن را برای ۱۵min ادامه دهید تا این که یک رسوب ایجاد شود.

برای ۳۰min زیر (نزدیک به) نقطه جوش نگه دارید و سپس در یک محل گرم به مدت یک شب رها کنید.

رسوب باریم سولفات را با دقت توسط یک بوته صافی سیلیسی زینتر و وزن شده (بند ۵-۶-۱) که از قبل حرارت داده اید، با استفاده از عمل مکش صاف کنید. به طور جایگزین رسوب را با دقت به یک کاغذ صافی ریز قرار گرفته روی یک قیف شیشه ای انتقال دهید و صاف کنید. در هر دو حالت رسوب را چند بار با آب داغ بشویید تا این که آب شستشو عاری از کلرید شود (بند ۶-۶).

اگر یک بوته صافی سیلیسی زینتر شده به کار برده می شود، آن را از ظرف صافی بردارید و در دمای $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ به مدت تقریبی ۳۰min خشک کنید و دما را به تدریج تا $925 \pm 25^{\circ}\text{C}$ در یک کوره الکتریکی مافلی (بند ۵-۲-۲) بالا برید تا این که افت جرم بیشتری مشاهده نشود و به جرم ثابت برسد.

یادآوری- مدت ۱۵min در دمای بالاتر می تواند کافی باشد.

بوته را در خشکانه (بند ۵-۲-۱۶) سرد کنید و تا نزدیک ترین ۰.۱mg وزن کنید. جرم رسوب m_3 را از افزایش جرم بوته محاسبه کنید.

اگر رسوب را با کاغذ صافی صاف کرده اید، کاغذ صافی و رسوب را به بوته ای که از قبل حرارت داده و وزن کرده اید (بند ۵-۶-۲) منتقل کنید. بوته و محتویاتش را در یک کوره الکتریکی مافلی (بند ۵-۲-۲) قرار داده و روش مشخص شده در بند ۶-۵ را دنبال کنید.

بوته را در یک خشکانه (بند ۵-۲-۱۶) سرد کنید و تا نزدیک‌ترین ۰/۱mg وزن کنید. جرم رسوب، m_3 را از افزایش جرم بوته محاسبه کنید.

۱۰-۱-۶ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار سولفات محلول سنگدانه، بیان شده به صورت SO_3 ، را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$SO_3 = 2 \times W \times 0.343 \times m_3 \quad (\text{برحسب درصد}) \quad (9)$$

که در آن:

m_3 جرم رسوب باریم سولفات، برحسب گرم؛

W نسبت جرمی آب به سنگدانه، برای سنگدانه سبک، ۱۰۰۰g به جرم سنگدانه برحسب گرم است.

$$W = \frac{1000 \text{ g}}{\text{جرم سنگدانه}}$$

یادآوری- نتایج می‌تواند به صورت SO_4 با استفاده از معادله زیر بیان شود:

$$SO_4 = 2 \times W \times 0.4116 \times m_3 \quad (\text{برحسب درصد})$$

۱۰-۲ تعیین سولفات‌های محلول در آب در سنگدانه‌های بازیافتی

۱۰-۲-۱ اصول آزمون

یک آزمون سنگدانه با آب داغ مخلوط می‌شود تا یون‌های سولفات محلول در آب عصاره‌گیری شود. سپس به عصاره مقداری باریم کلرید بافر شده در pH طبیعی اضافه می‌شود، تا این که یون‌های سولفات به صورت باریم سولفات رسوب کند. سپس مقدار سولفات محلول در آب با دستگاه طیف‌سنج نوری تعیین می‌شود.

عصاره‌گیری با آب داغ، سولفات‌های فعال (مانند اندودهای گچی) را که منابع بالقوه عدم سلامت سنگدانه هستند را می‌زداید.

۱۰-۲-۲ نمونه‌برداری

نمونه آزمایشگاهی باید براساس روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود. نمونه آزمایشگاهی باید جرمی حداقل ۳۰۰g داشته باشد.

۱۰-۲-۳ آماده‌سازی آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با الک ۴mm الک کنید و باقی‌مانده‌های روی الک را تا عبور یافتن از الک ۴mm خرد کنید.

آزمون را تا حدود $(25 \pm 0.1)g$ کاهش دهید. آزمون را تا نزدیک‌ترین ۰/۱g در یک بشر با گنجایش ۲۱ (بند ۵-۲-۹) به نام «الف» وزن کنید.

۱۰-۲-۴ آماده‌سازی عصاره‌ها

مقدار $g(100 \pm 5)$ آب مقطر را که از قبل تا دمای $^{\circ}C(60 \pm 5)$ گرم شده است در یک بشر با گنجایش ۱۱ یا ۲۱ (بند ۵-۲-۹) وزن کنید.

به سرعت آب ولرم را به بخش آزمون موجود در بشر «الف» (بند ۱۰-۲-۳) اضافه کنید. بشر را با یک شیشه-ساعت (بند ۵-۲-۱۸) بپوشانید.

محتویات بشر را برای $\min(15 \pm 1)$ با یک همزن مغناطیسی به هم بزنید، در حالی که دما در $^{\circ}C(60 \pm 5)$ نگه داشته شده است.

بی‌درنگ مقدار $ml(200 \pm 50)$ از محلول عصاره را با عبور دادن از میان یک صافی سریع، به داخل یک بشر با گنجایش 500 ml به نام «ب» صاف کنید. محلول باقی‌مانده در بشر الف را صاف کنید و در یک بشر سوم به نام «پ» نگه دارید.

یادآوری- محتویات بشر «پ» ممکن است برای رقیق‌سازی به کار برده شود (بند ۱۰-۲-۳).

محلول صاف شده موجود در بشر «ب» را با تارتاریک اسید یا نیتریک اسید تا دست‌یابی به pH در حدود (7 ± 1) بافر کنید. مقدار pH محلول را با pH متر (بند ۵-۲-۸) بررسی کنید. اگر مقدار pH بسیار اسیدی باشد (کم‌تر از ۶)، مقدار کمی از عصاره باقی‌مانده در بشر «پ» را برای خنثی‌سازی، اضافه کنید.

محلول بافرشده موجود در بشر «ب» و محلول باقی‌مانده در بشر «پ» را با شیشه‌ساعت بپوشانید. در صورت ضرورت، اجازه دهید تا آن‌ها سرد شوند.

۱۰-۲-۵ روش تعیین مقدار سولفات موجود در عصاره‌ها، با استفاده از طیف‌نورسنج

۱۰-۲-۵-۱ آزمون شاهد بر روی آب

قبل از هر سری از تعیین‌ها، مقدار سولفات آب مقطر را بررسی کنید. روش‌های مرتبط مشخص شده در بند ۱۰-۲-۵-۳ را برای تعیین، دنبال کنید.

مقدار مشخص شده از آب مقطر را با پیپت بردارید و آن‌را به داخل لوله آزمایش بریزید. مقدار مشخص محلول باریم کلرید (بند ۴-۵-۲) را اضافه کنید و اجازه دهید تا زمان استراحت تعیین شده بماند. لوله آزمایش را برای ۱۰s با شدت تکان دهید و نتیجه طیف‌نور سنج را بخوانید. بهتر است نتیجه به‌طور معمول، صفر میلی‌گرم بر لیتر باشد. اگر چنین نشد، نتیجه را به‌عنوان C_{H_2O} ثبت کنید.

۱۰-۲-۵-۲ آزمون شاهد بر روی محلول

قبل از هر تعیین، یک آزمون شاهد با استفاده از روش مشخص شده در بند ۱۰-۲-۵-۳، اما بدون افزودن باریم کلرید انجام دهید.

مقدار مشخص شده از محلول بافرشده از بشر «ب» را با پیپت بردارید و آن‌را به داخل لوله آزمایش مناسب بریزید. بعد از زمان استراحت تعیین شده برای دستگاه، نتیجه را به عنوان C_0 ثبت کنید.

۱۰-۲-۵-۳ روش تعیین مقدار سولفات

مقدار محلول بافر شده تعیین شده توسط سازنده دستگاه را از بشر «ب» با استفاده از پیپت بردارید و آن را به داخل لوله آزمایش یا داخل سل دستگاه بریزید.

مقدار محلول باریم کلرید مشخص شده (بند ۴-۵-۲) را اضافه کنید، آن طور که توسط سازنده دستگاه مشخص شده است.

لوله آزمایش را به مدت ۳۰s به شدت تکان دهید و آن را برای زمان توصیه شده در دستورالعمل های سازنده دستگاه (به طور معمول ۵min تا ۱۰min) رها کنید. دوباره لوله آزمایش را به مدت ۱۰s به شدت تکان دهید تا تمامی بلورهای $BaSO_4$ رسوب کرده بر روی پایه لوله آزمایش به داخل سوسپانسیون وارد شود.

اجازه دهید برای ۱۵s بماند تا تمامی حباب های هوا پخش شود و نتیجه طیفسنج نوری را به عنوان C_{SO4} بر حسب mg/l ثبت کنید.

اگر نتیجه بیش تر از ۲۰۰mg/l شد، عملیات را با یک بخش آزمون رقیق شده تکرار کنید. از یک پیپت برای انتقال ۵۰ml از محلول بافر بشر «ب» به بشر دیگری به نام «ت» استفاده کنید. برای اضافه کردن ۵۰ml از آب مقطر به بشر «ت» از یک پیپت دیگر استفاده کنید. با یک همزن مغناطیسی به مدت ۱min به هم بزنید. تعیین شرح داده شده در بند ۱۰-۲-۵-۳ را با محلول رقیق شده تکرار کنید و تنظیم های مناسب را برای محاسبه نتایج ایجاد کنید.

۱۰-۲-۵-۴ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار سولفات SO_4 محلول سنگدانه بازیافتی، را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$T_{SO4} = [(((C_{SO4} - C_0) / 10000) P / P') - C_{H2O}] \approx (C_{SO4} - C_0) / 250 \quad (10)$$

که در آن:

T_{SO4} مقدار سولفات محلول در آب نمونه، بر حسب درصد؛

C_{SO4} نتیجه طیفسنج نوری (بند ۱۰-۲-۵-۳)؛

C_0 نتیجه طیفسنج نوری برای آزمون شاهد (بند ۱۰-۲-۵-۲)؛

C_{H2O} نتیجه طیفسنج نوری برای آزمون آب (بند ۱۰-۲-۵-۱)؛

P جرم آب مصرفی برای استخراج (عصاره گیری) نمونه (بند ۱۰-۲-۴)، بر حسب g؛

P' جرم بخش آزمون (بند ۱۰-۲-۳)، بر حسب g.

۱۱ تعیین مقدار کل سولفور

۱۱-۱ تعیین مقدار کل سولفور با هضم اسیدی (روش مرجع)

۱۱-۱-۱ اصول آزمون

یک آزمون سنگدانه با هیدروژن پراکسید و هیدروکلریک اسید تصفیه می‌شود تا همه ترکیبات سولفور موجود به سولفات‌ها تبدیل شوند. همه سولفات‌ها به صورت باریم سولفات (BaSO_4) رسوب کرده و توزین می‌شوند. میزان سولفور به صورت درصدی از جرم سنگدانه بیان می‌شود.

۱۱-۱-۲ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

یادآوری- توصیه می‌شود نمونه آزمایشگاهی نشان دهنده مقدار رطوبت بهر باشد.

۱۱-۱-۳ آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با روش مندرج در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ به مقدار کمتر از جرم مشخص شده در جدول ۱ (بند ۷-۳) که برای اندازه الک بالایی سنگدانه (D) مناسب باشد، کاهش دهید. در صورت لزوم نمونه را در درجه حرارت $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ خشک کنید.

یادآوری- خشک کردن در درجه حرارت بالاتر همه سولفیدها را اکسیده می‌کند.

نمونه فرعی را گام به گام خرد کنید و آن را به جرم تقریبی ۲۰g کاهش دهید و سپس ذرات را آسیاب کنید تا همه آن‌ها از الک $125\mu\text{m}$ عبور کنند. حدود یک گرم از این مواد را به عنوان بخش آزمون بردارید.

۱۱-۱-۴ روش انجام آزمون

بخش آزمون را تا نزدیک‌ترین ۰/۱ mg وزن کنید (m_4) و درون بشر ۴۰۰ ml (بند ۵-۲-۹) بریزید. ۲۰ ml آب مقطر را با استفاده از یک میله شیشه‌ای و شیشه ساعت آهسته اضافه کنید.

زیر هود آزمایشگاهی ۱۰ ml پراکسید هیدروژن (بند ۴-۶-۱) را اضافه کنید و آن را برای ۳۰ min در زیر (نزدیک به) نقطه جوش، گرم کنید.

پس از انحلال، ۲۰ ml هیدروکلریک اسید (۱+۱) (بند ۴-۱) اضافه کنید و آزمون را به مدت ۳۰ min در حمام گرما قرار دهید.

مقدار کمی از خمیر کاغذ صافی اضافه کنید و محتویات بشر را زیر (نزدیک به) نقطه جوش گرم کنید.

محلول را با اضافه کردن آمونیوم هیدروکسید (بند ۴-۱) قلیایی کنید. خاصیت قلیایی را با استفاده از متیل قرمز به عنوان شناساگر (بند ۴-۶-۲) یا با استفاده از pH متر (بند ۵-۲-۸) بررسی کنید. به مدت ۳۰ s آن را بجوشانید و سپس تحت مکش ملایم با کاغذ صافی متوسط، صاف کنید. محتویات صافی را یک بار با آب مقطر ولرم، شسته و کاغذ صافی را نگه دارید.

کاغذ صافی و ذرات باقی‌مانده روی آن را به ارلن منتقل کنید و در ۵ ml هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۴-۱) که به آن ۷۰ ml آب ولرم اضافه شده، حل کنید.

روش فوق را تکرار کنید (جوشاندن، رسوب دادن، صاف کردن و شستشو) و اگر رسوبی باقی ماند آن را دور بریزید. محلول صاف شده حاصله را (که بهتر است حجم کل آن حدود ۲۲۰ ml باشد) اسیدی کنید و با ۱ ml هیدروکلریک اسید غلیظ بشویید و سپس آن را به جوش آورید. برای $(5 \pm 0.5) \text{ min}$ بجوشانید.

با حفظ محلول در نقطه جوش و به شدت هم زدن آن، ۱۰ ml محلول باریم کلرید (بند ۴-۵-۲) را به صورت قطره قطره اضافه کنید و تا زیر (نزدیک به) نقطه جوش حرارت دهید.

فرایند را مطابق با روش مشخص شده در بند ۱۰-۱-۵ کامل کنید و کاغذ صافی و رسوب باریم سولفات را مطابق بند ۶-۵ حرارت دهید.

تا نزدیک ترین 0.1 mg توزین کنید و جرم رسوب حاصل (m_5) را محاسبه کنید.

۵-۱-۱۱ روش محاسبه و بیان نتایج

میزان سولفور کل سنگدانه، S، را با فرمول زیر محاسبه و آن را تا نزدیک ترین ۰.۱٪ بیان کنید:

$$S = m_5/m_4 \times 13.74 \quad (\text{بر حسب درصد}) \quad (11)$$

که در آن:

m_5 جرم رسوب، بر حسب g؛

m_4 جرم آزمون، بر حسب g.

یادآوری- توضیحاتی در رابطه با دقت تعیین میزان سولفور کل در پیوست الف داده شده است.

۲-۱۱ تعیین میزان سولفور کل با استفاده از احتراق دما بالا (روش جایگزین)

۱-۲-۱۱ اصول آزمون

یک بخش آزمون سنگدانه در دمای بالا در فضایی با اکسیژن خالص حرارت داده می شود. این عمل هرگونه ترکیبات سولفور موجود را به سولفور دی اکسید تبدیل می کند که با آشکارسازهای مادون قرمز اندازه گیری می شوند. میزان سولفور به صورت درصدی از جرم سنگدانه بیان می شود.

۲-۲-۱۱ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

یادآوری- توصیه می شود نمونه آزمایشگاهی نشان دهنده مقدار رطوبت بهر باشد.

۳-۲-۱۱ آماده سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با روش مندرج در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ به مقدار کمتر از جرم مشخص شده در جدول ۱ (بند ۷-۳) که برای اندازه الک بالایی سنگدانه (D) مناسب باشد، کاهش دهید.

در صورت لزوم نمونه را در درجه حرارت $(110 \pm 5)^\circ \text{C}$ خشک کنید.

یادآوری- خشک کردن در درجه حرارت بالاتر همه سولفیدها را اکسیده می‌کند.

نمونه فرعی را گام به گام خرد کنید و آن را به جرم تقریبی ۲۰g کاهش دهید و سپس ذرات را آسیاب کنید تا همه آن‌ها از الک ۱۲۵μm عبور کنند. حدود یک گرم از این مواد را به عنوان آزمون بردارید.

۱۱-۲-۴ روش انجام آزمون

بخش آزمون باید با یک دستگاه مناسب، با درجه احتراق بالا (بند ۵-۷) مطابق دستورالعمل سازنده، آزمون شود. میزان سولفور کل به طور مستقیم از خروجی دستگاه به دست می‌آید.

۱۱-۲-۵ روش محاسبه و بیان نتایج

نتایج باید با نماد S و تا نزدیک‌ترین ۰/۱٪ نشان داده شوند.

۱۲ تعیین سولفات‌های محلول در اسید

۱۲-۱ اصول آزمون

سولفات‌ها از بخش آزمون با هیدروکلریک اسید رقیق استخراج می‌شوند. میزان یون سولفات با استفاده از روش وزن‌سنجی مشخص می‌شود و برحسب درصدی از جرم سنگدانه بیان می‌شود.

۱۲-۲ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

یادآوری- توصیه می‌شود نمونه آزمایشگاهی نشان دهنده مقدار رطوبت بهر باشد.

۱۲-۳ آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با روش مندرج در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ به مقدار کمتر از جرم مشخص شده در جدول ۱ (بند ۷-۳) که برای اندازه الک بالایی سنگدانه (D) مناسب باشد، کاهش دهید.

در صورت لزوم نمونه را در درجه حرارت $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ خشک کنید.

یادآوری- خشک کردن در درجه حرارت بالاتر همه سولفیدها را اکسیده می‌کند.

نمونه فرعی را گام به گام خرد کنید و آن را به جرم تقریبی ۲۰g کاهش دهید و سپس ذرات را آسیاب کنید تا همه آن‌ها از الک ۱۲۵μm عبور کنند. حدود ۸g از این مواد را به عنوان بخش آزمون بردارید.

۱۲-۴ روش انجام آزمون

بخش آزمون را تا نزدیک‌ترین ۰/۱mg وزن کنید (m_6). مقدار ۳۶۰ml آب مقطر و ۴۰ml هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۴-۱) را در ارلن ۱۰۰۰ml بریزید و تا نقطه جوش حرارت دهید. از روی حرارت بردارید و در حالی که هم می‌زنید، کم‌کم بخش آزمون را به محلول اسید اضافه کنید. مواد جامد را با یک میله شیشه‌ای ته‌تخت، حل کنید. مدت $(15 \pm 1)\text{min}$ برای حل کردن (هضم کردن) به محلول در زیر دمای جوش فرصت دهید. مواد باقی‌مانده را با یک کاغذ صافی متوسط در یک بشر ۱۰۰۰ml صاف کنید. محتویات کاغذ صافی را

با آب مقطر ولرم کاملاً بشویید. برای اطمینان از عدم وجود یون کلرید، با استفاده از آزمون نقره نیترات (بند ۶-۶) شستشو را بررسی کنید.

حجم را با آب مقطر ولرم، حدود ۶۰۰ ml تنظیم کنید و محتویات بشر را تا زیر (نزدیک به) نقطه جوش گرم کنید.

با اضافه کردن آمونیوم هیدروکسید (بند ۴-۱-۲) محلول را قلیایی کنید. با متیل قرمز، به عنوان شناساگر (بند ۴-۶-۲) یا با استفاده از pH متر، میزان قلیایی را بررسی کنید. برای ۳۰ s بجوشانید و سپس با استفاده از کاغذ صافی تخلخل متوسط، تحت مکش ملایم صاف کنید. حداقل سه بار، با آب مقطر ولرم، محتویات کاغذ صافی را بشویید، مواد گذشته از کاغذ صافی را بردارید و رسوبات را در صورت وجود، دور بریزید.

عبوری کاغذ صافی را اسیدی کنید و با استفاده از هیدروکلریک اسید (۱+۱۱) شستشو دهید تا به رنگ قرمز متیل قرمز شناساگر (بند ۴-۶-۲) برسد.

به جوش آورید و برای مدت (5 ± 0.5) min بجوشانید، پس از آن بررسی کنید که محلول شفاف باشد. اگر شفاف نیست، آزمون را دوباره با یک بخش آزمون جدید آغاز کنید. در حالت جوشش محلول و به شدت هم زدن آن، به آرامی ۴۰ ml از محلول باریم کلرید (بند ۴-۵-۲) اضافه کنید و تا زیر (نزدیک به) نقطه جوش، گرم کنید.

آزمون را با صاف کردن و حرارت دادن رسوب سولفات باریم، مطابق بند ۱۰-۱-۵ کامل کنید. تا نزدیکترین ۰.۱ mg توزین کنید و جرم رسوب را محاسبه کنید. (m_7)

۱۲-۵ روش محاسبه و بیان نتایج

میزان سولفات محلول در اسید سنگدانه را محاسبه و به صورت SO_3 تا نزدیکترین ۰.۱٪ با استفاده از فرمول زیر بیان کنید:

$$(SO_3) = m_7/m_6 \times 34.30 \quad (\text{برحسب درصد}) \quad (12)$$

که در آن:

m_7 وزن رسوب، برحسب گرم؛

m_6 وزن بخش آزمون، برحسب گرم است.

یادآوری ۱- نتایج را می توان بر حسب SO_4 با استفاده از فرمول زیر بیان کرد :

$$(SO_4) = m_7/m_6 \times 41.16 \quad (\text{برحسب درصد})$$

یادآوری ۲- توضیحاتی در رابطه با دقت تعیین میزان سولفات محلول در اسید در پیوست الف داده شده است.

۱۳ تعیین سولفیدهای محلول در اسید

۱-۱۳ اصول آزمون

بخش آزمون با هیدروکلریک اسید تحت شرایط کاهشی، تجزیه (متلاشی) می‌شود. با اعمال جریان گاز به داخل محلول آمونیاکی روی سولفات، سولفیدها به هیدروژن سولفید تبدیل می‌شوند. شدت روی سولفید توسط یدسنجی تعیین می‌شود.

۲-۱۳ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

یادآوری- توصیه می‌شود نمونه آزمایشگاهی نشان دهنده مقدار رطوبت بهر باشد.

۳-۱۳ آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با روش مندرج در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ به مقدار کمتر از جرم مشخص شده در جدول ۱ (بند ۷-۳) که برای اندازه الک بالایی سنگدانه (D) مناسب باشد، کاهش دهید. در صورت لزوم نمونه را در درجه حرارت $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ خشک کنید.

یادآوری- خشک کردن در درجه حرارت بالاتر همه سولفیدها را اکسیده می‌کند.

نمونه فرعی را گام به گام خرد کنید و آن را به جرم تقریبی ۲۰g کاهش دهید و سپس ذرات را آسیاب کنید تا همه آن‌ها از الک $125\mu\text{m}$ عبور کنند. حدود یک گرم از این مواد را به عنوان آزمون بردارید.

۴-۱۳ روش انجام آزمون

از تجهیز نشان داده شده در بند ۵-۸ و شکل ۱ استفاده کنید. بخش آزمون را تا نزدیک‌ترین 0.1mg وزن کنید (m_g) و آن را به یک ارلن درب‌دار 250ml با اتصالات شیشه‌ای مدور منتقل کنید.

یادآوری ۱- در صورتی که مقدار سولفید کم باشد ($<0.1\%$) از محلول‌های واکنشگر ده بار رقیق‌تر استفاده کنید (بند ۴-۷-۵ و بند ۴-۷-۶).

حدود 2.5g قلع (II) کلرید (بند ۴-۷-۳) و 0.1g کروم (بند ۴-۷-۴) اضافه کنید.

یادآوری ۲- کروم به انحلال پیریت‌هایی (FeS_2) که ممکن است در سنگدانه موجود باشد کمک می‌کند.

مخلوط را در 50ml آب مقطر پخش کنید. نگه‌دارنده گلویی مدور را به یک ظرف متصل کنید تا قیف جداکننده را نگه‌دارد و آن را به ورودی چگالنده متصل کنید. خروجی چگالنده را با لوله شیشه‌ای که به صورت شیب‌دار قرار گرفته به داخل ظرف حاوی 15ml محلول روی سولفات آمونیاکی (بند ۴-۷-۲) و 285ml آب مقطر، متصل کنید.

منبع گاز (نیتروژن و یا آرگون) را وصل کنید و جریان را حدود 10ml/min تنظیم کنید. جریان گاز را قطع کنید. 50ml هیدروکلریک اسید (۱+۱) (بند ۴-۱) را از قیف جدا شده رها کنید، مراقب نشت مقدار کم اسید باقی‌مانده در قیف جدا شده باشید. گاز را دوباره وصل کنید، محتویات بالن را حرارت دهید تا به جوش آید و 10min بجوشد. لوله خروجی که به عنوان هم‌زن در تیتراسیون عمل می‌کند را قطع کنید.

سنگدانه‌های با میزان سولفید بالاتر، بیش از ۱۰min زمان برای واکنش کامل تمام سولفیدها به رسوب سولفید روی نیاز دارند. بررسی کنید که با ایجاد حباب در خروجی محلول روی سولفات آمونیاکی تازه ایجاد شده، به‌طور کامل استخراج شده باشد. اگر هیچ رسوبی وجود نداشت استخراج کامل شده است.

دریافت‌کننده را تا دمای ۲۰°C خنک کنید و با پیت ۱۰ml از محلول پتاسیم یدات ۰.۱۶۶mol/l (بند ۴-۷) و ۲۵ml هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۴-۱) را اضافه کنید. با محلول سدیم تیوسولفات (بند ۴-۷-۶) تیترا کنید تا رنگ زرد کم‌رنگ حاصل شود. سپس ۲ml محلول نشاسته (بند ۴-۷-۷) اضافه کرده و تیترا کنید تا رنگ از آبی به بی‌رنگ تغییر یابد.

۵-۱۳ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار سولفید سنگدانه که با S بیان شده از معادله زیر محاسبه می‌شود؛

$$s = \frac{\{(V_9 \times F) - (V_{10} \times f)\} \times 1.603 \times 100}{1000 \times m_g} = 1.603 \times \frac{\{(V_9 \times F) - (V_{10} \times f)\}}{m_g} \quad (\text{بر حسب درصد}) \quad (13)$$

که در آن:

V_9 حجم محلول پتاسیم یدات، بر حسب ml؛

F فاکتور محلول پتاسیم یدات که در بند ۴-۷-۵ بیان شده؛

V_{10} حجم محلول تیوسولفات سدیم مصرف شده برای تیتراسیون، بر حسب ml؛

f فاکتور محلول تیوسولفات سدیم که در بند ۴-۷-۶ بیان شده؛

m_g وزن بخش آزمون، بر حسب g.

۱۴ تعیین ترکیباتی که بر پرداخت سطح بتن اثرگذارند

۱۴-۱ تخمین حضور ذرات آهن سولفید واکنش‌پذیر

۱۴-۱-۱ اصول آزمون

این بند روش‌هایی برای تعیین ذرات آهن سولفید موجود در سطح یا نزدیک سطح بتن که بتوانند باعث تشکیل لکه‌های قهوه‌ای که زدودن آن‌ها بسیار سخت است شوند، را مشخص می‌کند.

۱۴-۱-۲ نمونه‌برداری

دپوی سنگدانه را باید بازرسی کنید و از میان دانه‌هایی که مظنون به وجود آهن سولفید است، به‌طور تقریبی ۵۰ ذره، به‌عنوان نماینده برای انجام این آزمون بردارید.

۱۴-۱-۳ روش انجام آزمون

میزان واکنش‌پذیری سنگدانه‌ها را از طریق قرار دادن آن‌ها در محلول آب آهک اشباع تعیین کنید.

یادآوری ۱- ماده نامحلول ژلاتینی آهن سولفات طی ۵min تشکیل می‌شود. این ماده در مجاورت هوا و نور به سرعت به آهن هیدروکسید تبدیل می‌شود. این واکنش طی ۳۰min انجام می‌شود که نشان‌دهنده واکنش‌پذیری سریع آهن سولفات است.

چنانچه با قراردادن سنگدانه‌ها در محلول آب آهک اشباع، ماده نامحلول ژلاتینی قهوه‌ای رنگ حاصل نشود، احتمالاً این سنگدانه‌ها واکنش‌پذیری کندی دارند. در صورت شک داشتن به وجود سنگدانه‌های دیرواکنش و به‌منظور کنترل هرچه بیشتر میزان تمایل آن‌ها به تغییر رنگ در ملات و یا بتن، واکنش‌پذیری آن را به صورت چشمی زیرنظر بگیرید.

یادآوری ۲- اگر از یک منبع سنگدانه خاص، سابقه‌ای مبنی بر تولید سنگدانه محتوی آهن سولفات وجود داشته باشد، آزمون را می‌توان با میکروسکوپ معمولی و یک متخصص با تجربه در این زمینه، به منظور تعیین آسیب رسان بودن مواد انجام داد.

در حالت‌های دیگر، ذرات بازیابی شده را در خمیر سیمان پرتلند بخوابانید، و به مدت ۲۸ روز در شرایط مرطوب نگه‌دارید، سپس خمیر سیمان را از نظر لکه‌دار شدن بیازمایید.

۱۴-۲ تعیین ذرات سبک

برای ارزیابی انطباق ذرات سبک سنگدانه با استانداردهای ملی ویژگی‌های سنگدانه که در آن‌ها به استاندارد ملی ایران شماره ۴۹۸۴ ارجاع شده است، روش مرجع همان استاندارد ملی ایران شماره ۴۹۸۴ می‌باشد. استفاده از بند ۱۴-۲ در مواردی است که انتخاب روش اختیاری بوده یا صریحاً به این استاندارد ارجاع شده باشد.

۱۴-۲-۱ اصول آزمون

این آزمون، راه‌کاری برای تخمین مقدار ذرات سبک‌وزن و مواردی هم‌چون ذغال قهوه‌ای و ذغال سنگ در سنگدانه ریز است که ممکن است موجب تغییر رنگ سطح بتن یا ملات شوند. در صورت لزوم این روش می‌تواند برای سنگدانه‌های درشت، با امتحان بخش‌آزمون بزرگ‌تر پذیرفته شود. (جدول ۱ را ببینید).

۱۴-۲-۲ اصول آزمون

بیش‌تر مصالح یا سنگدانه‌های ریز با وزن معمولی برای بتن و ملات چگالی ذرات بیش از ۲/۰ دارند. هنگامی که بخش آزمون سنگدانه ریز در یک مایع با چگالی درست زیر ۲/۰ فرو برده شوند، ذرات با چگالی کم‌تر روی سطح محلول شناور می‌شوند. این موضوع اجازه می‌دهد تا آن‌ها را برای تخمین و تعیین کمی (مقدار) حذف کرد.

یادآوری- برای سنگدانه‌های سبک فرایند شناورسازی نباید به کار رود.

۱۴-۲-۳ روش انجام آزمون

حداقل مقدار سنگدانه ریز در نمونه آزمایشگاهی باید ۵kg باشد. این مقدار باید به یک بخش‌آزمون با جرم (350 ± 50) g کاهش یابد.

بخش آزمون را روی یک سینی پهن کرده و آن را در دمای $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ تا رسیدن به جرم ثابت خشک کنید. جرم بخش آزمون خشک شده، m_9 ، را تا نزدیک‌ترین 0.1g ثبت کنید. سنگدانه را بر روی الک $300\text{ }\mu\text{m}$ (بند ۵-۹-۱) الک کنید، ذرات عبور کرده از الک را صرف نظر کنید.

حدود یک لیتر از محلول روی کلرید (بند ۴-۸-۱) یا سدیم پلی‌تنگستات (بند ۴-۸-۲) را به داخل یک بشر دو لیتری بریزید. سپس سنگدانه را به آن اضافه کنید. بستر سنگدانه را به آرامی با یک میله شیشه‌ای به هم بزنید تا ذرات سبک، بستر سنگدانه را رها کرده و به سطح محلول شناور شوند. ذرات شناور شده را با میله شیشه‌ای به آرامی به هم بزنید تا هر گونه حباب هوایی را که موجب شناور شدن ذرات سنگین شده است از بین برود.

محلول شناور را با عبور از یک الک $250\text{ }\mu\text{m}$ (بند ۵-۹-۱) به داخل یک بشر دو لیتری دیگر سرازیر کنید، اجازه دهید تا ذرات شناور بر روی الک بمانند. مطمئن شوید که هیچ ذره سنگدانه سنگین به داخل الک وارد نشود. محلول را به بشر اولیه برگردانید و بستر سنگدانه را دوباره به هم بزنید. اگر ذرات شناور بر روی محلول موجود باشد، دوباره بر روی الک سرازیر کنید. این روش را تا جداسازی کلیه ذرات شناور تکرار کنید.

الک و ذرات شناور را تا زدودن روی کلرید یا سدیم پلی‌تنگستات بشویید. الک و محتویات آن را به مدت $(20 \pm 4)\text{h}$ در دمای $(40 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ خشک کنید و سپس محتویات الک را به داخل ظرف تبخیر (بند ۵-۹-۲) سرازیر کنید. خشک کردن را در دمای $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ به مدت $(4 \pm 0.25)\text{h}$ کامل کنید.

ظرف را خنک کرده و ذرات سبک را تا نزدیک‌ترین 0.1g وزن کنید (m_{10}).

۴-۲-۱۴ روش محاسبه و بیان نتایج

درصد ذرات سبک m_{LPC} ، را از معادله ۱۴ محاسبه کنید:

$$m_{LPC} = (m_{10}/m_9)100 \quad (14)$$

که در آن:

m_9 جرم بخش آزمون خشک شده در گرم‌خانه، برحسب g؛

m_{10} جرم ذرات سبک جدا شده از بخش آزمون در حالت خشک شده در گرم‌خانه، برحسب g.

نتیجه باید تا نزدیک‌ترین 0.1% ثبت شود.

۱۵ تعیین مواد آلی که بر گیرش و سخت شدن سیمان اثر گذارند

۱-۱۵ تعیین وجود مواد گیاخاک (ناخالصی‌های آلی)

برای ارزیابی انطباق ناخالصی‌های آلی سنگدانه با استانداردهای ملی ویژگی‌های سنگدانه که در آن‌ها به استاندارد ملی ایران شماره ۴۹۷۹ ارجاع شده است، روش مرجع همان استاندارد ملی ایران شماره ۴۹۷۹ می‌باشد. استفاده از بند ۱-۱۵ در مواردی است که انتخاب روش اختیاری بوده یا به این استاندارد ارجاع شده باشد.

۱۵-۱-۱ اصول آزمون

گیاخاک یک ماده‌ای آلی است که در زمین با تجزیه بقایای حیوانات و گیاهان به وجود می‌آید. مقدار گیاخاک موجود در سنگدانه از رنگ ایجاد شده هنگامی که یک بخش آزمون در یک محلول سدیم هیدروکسید لرزانده می‌شود، تخمین زده می‌شود.

یادآوری- این روش بر مبنای این اصل است که گیاخاک هنگامی با سدیم هیدروکسید (NaOH) واکنش می‌دهد رنگ تیره ایجاد می‌کند. شدت رنگ به مقدار گیاخاک بستگی دارد. اگر محلول شفاف بماند یا فقط به‌طور خیلی کم رنگی شود، نشان‌دهنده آن است که سنگدانه مقدار گیاخاکی که قابل توجه در نظر گرفته شود ندارد. یک واکنش رنگی قوی معمولاً منعکس کننده مقدار زیاد گیاخاک است، اما می‌تواند در نتیجه عوامل دیگر نیز باشد. در این حالت، این روش یک نتیجه قطعی نمی‌دهد.

۱۵-۱-۲ نمونه‌برداری

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

یادآوری- توصیه می‌شود نمونه آزمایشگاهی نشان دهنده مقدار رطوبت بهر باشد.

۱۵-۱-۳ آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با استفاده از روش‌های مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ کاهش دهید، تا این که بخش آزمون با توجه به اندازه الک بالایی (D) به جرمی حداقل برابر با مقادیر مشخص شده در جدول ۱ (بند ۷-۳) برسد.

نمونه‌فرعی را در یک گرم‌خانه خشک کن (بند ۵-۲-۱) در دمای $(40 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ (بند ۶-۴) خشک کنید. ذرات خشک شده را بر روی یک الک ۴mm (بند ۵-۱۰-۱) الک کنید و ذرات عبور کرده را نگه دارید.

۱۵-۱-۴ روش انجام آزمون

محلول سدیم هیدروکسید ۳٪ (بند ۴-۹-۱) را داخل بطری شیشه‌ای (بند ۵-۱۰-۲) تا ارتفاع ۸۰mm بریزید. سپس مقداری از بخش آزمون را به داخل بطری شیشه‌ای بریزید تا این که ارتفاع سنگدانه و محلول به ۱۲۰mm برسد. بطری را به منظور از بین رفتن حباب‌های موجود تکان دهید.

درب بطری را بسته و آن را به مدت یک دقیقه به شدت تکان دهید. آن را به مدت ۲۴h در حالت ساکن رها کنید.

رنگ محلول به دست آمده را با رنگ محلول استاندارد (بند ۴-۹-۲) موجود در یک استوانه شیشه‌ای شفاف مدرج (بند ۵-۲-۱۱) مقایسه کنید. این که رنگ محلول روشن‌تر یا تیره‌تر از رنگ استاندارد است را ثبت کنید.

۱۵-۱-۵ بیان نتایج

در صورتی که رنگ محلول روشن‌تر از رنگ استاندارد (بند ۴-۹-۲) باشد، سنگدانه را فاقد مقدار قابل توجه گیاخاک اعلام کنید.

۱۵-۲ تعیین مقدار فلوو اسید

۱۵-۲-۱ اصول آزمون

این بند یک روش برای تعیین مقدار فلوو اسید سنگدانه‌های ریز را مشخص می‌کند. اسیدهای فلوو ترکیباتی از هیومیک اسیدها هستند که باعث تاخیر در هیدراته شدن سیمان‌ها می‌شوند.

فلوو اسیدها در هیدروکلریک اسید حل شده و رنگ زرد ایجاد می‌کنند. شدت رنگ با افزایش غلظت فلوو اسیدها افزایش می‌یابد. ترکیباتی از آهن (III) در هیدروکلریک اسید، رنگ قهوه‌ای ایجاد می‌کنند. این رنگ با تبدیل ترکیبات آهن (III) به ترکیبات بی‌رنگ آهن (II) با استفاده از محلول کلرید قلع از بین می‌رود.

۱۵-۲-۲ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

یادآوری- توصیه می‌شود نمونه آزمایشگاهی نشان دهنده مقدار رطوبت بهر باشد.

۱۵-۲-۳ آماده سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با روش‌های مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ تا رسیدن به یک بخش آزمون (100 ± 5) گرمی کاهش دهید.

مقدار رطوبت بخش آزمون نباید بیش‌تر از ۱۰٪ جرمی نمونه باشد. بخش‌های آزمون با مقدار رطوبت بیش‌تر از ۱۰٪ باید در دمای $(40 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ تا این‌که مقدار رطوبت به ۱۰٪ یا کم‌تر کاهش یابد خشک شود.

۱۵-۲-۴ روش انجام آزمون

آزمون را در یک اتاق با دمای $(20 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ انجام دهید. بخش آزمون را در یک ارلن ۲۵۰ ml یا ۳۰۰ ml (بند ۵-۲-۹) وزن کنید. مقدار ۱۰۰ ml هیدروکلریک اسید (۱+۲۳) (بندهای ۴-۱ و ۴-۱۰-۱) اضافه کنید. به ارلن و محتویاتش اجازه دهید تا ۴h بماند، گاهی آن را تکان دهید.

مقدار ۷۵ ml از محلول موجود در ارلن را به داخل یک استوانه مدرج شیشه‌ای ۲۵۰ ml (بند ۵-۲-۱۱) صاف کنید. یک استوانه مدرج ۱۰ ml (بند ۵-۲-۱۱) را برای اضافه کردن مقدار ۱۰ ml از محلول قلع کلرید (بند ۴-۱۰-۲) به کار برید.

اگر بعد از اضافه کردن قلع کلرید، محلول تیره شد، نشان دهنده وجود سولفیدها است. اگر این اتفاق افتاد، آزمون را با جوشاندن محلول به مدت ۵ min بر روی یک صفحه داغ (بند ۵-۱۱-۴) قبل از افزودن قلع کلرید تکرار کنید.

استوانه مدرج ۲۵۰ ml و محتویاتش را برای یک ساعت بیش‌تر رها کنید سپس تا نشانه ۱۰۰ ml با هیدروکلریک اسید (۱+۲۳) (بند ۴-۱۰-۱) پر کنید. محتویات استوانه را با یک میله شیشه‌ای هم‌زن (بند ۵-۱۱-۱) مخلوط کنید.

رنگ محلول به دست آمده را با رنگ محلول استاندارد (بند ۴-۹-۲) موجود در یک استوانه شیشه‌ای شفاف مدرج (بند ۵-۲-۱۱) مقایسه کنید. این که رنگ محلول روشن‌تر یا تیره‌تر از رنگ استاندارد است را ثبت کنید.

۱۵-۲-۵ بیان نتایج

در صورتی که رنگ محلول روشن‌تر از رنگ استاندارد (بند ۴-۹-۲) باشد، سنگدانه را فاقد مقدار قابل توجه فولوو اسید اعلام کنید.

۱۵-۳ تعیین ناخالصی‌های آلی با روش ملات

۱۵-۳-۱ اصول آزمون

روش ملات یک آزمون عملکردی است که به منظور نشان دادن و کمی کردن هرگونه اثر ناشی از ناخالصی-های آلی سنگدانه بر سفت شدن و سخت شدن ملات انتخاب شده است. این آزمون براساس آماده کردن دو ملات یکسان و آزمون آن‌ها برای نرخ سفت شدن و مقاومت فشاری است. یک ملات شامل سنگدانه آزمون همان‌طور که دریافت می‌شود است درحالی که مخلوط دیگر از یک بخش آزمون دوتایی که به منظور زدودن مواد آلی حرارت داده شده است می‌باشد. سنگدانه حرارت دیده به منظور کنترل همراه با سنگدانه اصلی مقایسه می‌شود. آزمون سفت‌شدگی با تسریع شدن یا کندشدن گیرش ملات ارزیابی می‌شود، در حالی که مقاومت ۲۸ روزه هرگونه اثر بلندمدت‌تر را نشان می‌دهد.

۱۵-۳-۲ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود. نمونه آزمایشگاهی باید دارای حداقل جرم ۱۵kg باشد.

۱۵-۳-۳ آماده‌سازی بخش‌های آزمون

نمونه آزمایشگاهی را روی سینی‌هایی پخش کنید و در دمای محیط آزمایشگاه رها کنید تا به‌طور طبیعی خشک شود. با روش‌های مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ نمونه آزمایشگاهی خشک شده را تا رسیدن به چهار بخش آزمون، هر کدام با جرم $g(100 \pm 10)$ کاهش دهید.

توصیه می‌شود هنگام کاهش نمونه آزمایشگاهی خشک شده به منظور تولید بخش‌های آزمون برای روش ملات، با یک عملیات قسمت کردن، دو بخش آزمون هر کدام با جرم کمتر از ۱/۸kg ایجاد کنید، سپس یک بخش آزمون را باید یک‌بار یا دوبار یا در صورت ضرورت سه‌بار تقسیم کنید تا یک نمونه فرعی که هنگام اضافه شدن به اولین ترکیب، جرمی بیش از ۲kg نداشته باشد ایجاد شود.

یادآوری- برای سنگدانه‌های سبک، حجم هر بخش آزمون باید یک لیتر باشد.

۱۵-۳-۴ عملیات اولیه بر روی بخش‌های آزمون

۱۵-۳-۴-۱ دو بخش آزمون (بند ۱۵-۳-۳) را بدون هرگونه عملیات اضافی در ظرف‌های دربسته و آب‌بند نگه دارید. دو بخش آزمون دیگر را با استفاده از روش مشخص شده در بند ۱۵-۳-۴-۲ حرارت دهید.

۱۵-۳-۴-۲ یک بخش آزمون را به داخل یک ظرف چینی یا سیلیسی (بند ۵-۱۲-۲) بریزید، وزن کنید و در کوره مافلی (بند ۵-۱۲-۷) در دمای محیط قرار دهید.

یادآوری- اگر فقط یک کوره کوچک در اختیار دارید، هر بخش آزمون می‌تواند به دو یا چند قسمت تقسیم شود. توصیه می‌شود قسمت‌ها به طور جداگانه وزن شده، حرارت داده و دوباره وزن شود؛ و هنگامی که سرد شد دوباره مخلوط شود.

دمای کوره را در یک دوره $(4 \pm 0.25)h$ به $(480 \pm 25)^{\circ}C$ برسانید.

دمای $(480 \pm 25)^{\circ}C$ را به مدت $(4 \pm 0.25)h$ نگه‌دارید و سپس اجازه دهید تا رسیدن به دمای محیط سرد شود (به‌طور معمول یک شب). ظرف و سنگدانه را وزن کنید و کاهش وزن را ثبت کنید.

این رویه را با بخش آزمون دوم تکرار کنید.

۱۵-۳-۵ تشکیل‌دهنده‌ها

سیمان باید در یک ظرف هوا بند نگه‌داری شود.

۱۵-۳-۶ مقادیر مخلوط

۱۵-۳-۶-۱ الزامات عمومی و مخلوط‌های آزمایشی

هر مخلوط ملات باید شامل یک بخش آزمون از سنگدانه حرارت ندیده، یا یک بخش آزمون از سنگدانه که از قبل طبق بند ۱۵-۳-۴ حرارت دیده است باشد. همچنین هر مخلوط باید شامل سیمان نوع CEM I به مقدار یک‌چهارم جرم سنگدانه موجود در مخلوط باشد. بخش‌های آزمون و سیمان باید تا $\pm 1g$ وزن شوند.

مقدار آب ملات‌های دارای سنگدانه حرارت ندیده باید طوری انتخاب شود که روانی استاندارد تعیین شده با سوزن نفوذ (بند ۵-۱۲-۳) هنگامی که با استفاده از روش آزمون نفوذ مندرج در استاندارد EN 1015-4 اندازه گیری می‌شود، در محدوده $(23 \pm 0.5)mm$ باشد.

در آزمون سنگدانه سبک مقدار $300g$ سیمان برای هر مخلوط ملات و $30g$ برای هر آزمون مقدماتی استفاده کنید.

برای بیان مقدار آب مورد نیاز، یک سری از مخلوط‌های آزمایشی با استفاده از سنگدانه حرارت ندیده آماده کنید. مقدار آب را به‌تناوب تغییر دهید و روانی هر مخلوط آزمایشی را تا رسیدن به مقدار روانی صحیح اندازه بگیرید. جرم آب در این مخلوط نهایی را یادداشت کنید و نسبت آب به سیمان را محاسبه کنید. مخلوط‌های آزمایشی را دور بریزید.

یادآوری-۱- توصیه می‌شود مقدار رطوبت سنگدانه حرارت ندیده مشابه با مقدار رطوبت سنگدانه حرارت دیده (کنترلی) هنگامی که قبل از حرارت دیدن وزن شده است باشد. این یعنی مخلوط‌های آزمایشی و نمونه‌های ملات ساخته شده با سنگدانه آزمون بهتر است در روزی که عمل حرارت دهی (۱۵-۴-۳) برای سنگدانه کنترلی انجام می‌شود آماده شوند.

یادآوری-۲- مخلوط‌های کنترلی به‌طور معمول، یک روز بعد از مخلوط‌های آزمون آماده می‌شوند. توصیه می‌شود شرایط آزمایشگاهی مشابه با شرایط قابل کاربرد در دو روز اختلاط باشد.

۱۵-۳-۶-۲ مخلوط‌های آزمون

جرم سیمان مورد نیاز برای هر بخش آزمون حرارت ندیده را محاسبه کنید (۱-۶-۳-۱۵).

با استفاده از نسبت آب به سیمان به دست آمده از مخلوط‌های آزمایشی در بند ۱-۶-۳-۱۵، جرم آب مورد نیاز برای هر مخلوط را محاسبه و تا $\pm 0.5g$ وزن کنید.

۱۵-۳-۶-۳ مخلوط‌های کنترل

مطمئن شوید که نسبت آب به سیمان ملات‌های کنترلی سنگدانه حرارت‌دیده، مشابه ملات‌های آزمون سنگدانه حرارت‌ندیده باشد و برابر با اولین محاسبه جرم سیمان و آب برای هر مخلوط طبق بند ۱۵-۳-۶-۲ باشد. سپس به هر جرم محاسبه شده برای آب، مقداری برابر با افت جرم ناشی از حرارت دادن سنگدانه که در بند ۱۵-۳-۴-۲ تشریح شد را اضافه کنید. جرم آب را تا $\pm 0.5g$ وزن کنید.

۱۵-۳-۷ روش اختلاط

۱۵-۳-۷-۱ چهار مخلوط یعنی از هر بخش آزمون یک مخلوط نیاز است. تمامی مصالح را قبل از شروع عمل اختلاط به دمای $(20 \pm 2)^{\circ}C$ برسانید و در دمای اتاق یا محیط کنترل شده دیگری با دمای $(20 \pm 2)^{\circ}C$ و رطوبت نسبی که کمتر از ۵۰٪ نباشد مخلوط کنید. هر مخلوط را با روش بند ۱۵-۳-۷-۲ آماده کنید.

۱۵-۳-۷-۲ بخش آزمون و سپس سیمان را به داخل ظرف اختلاط خشک (بند ۱۵-۳-۷-۴) قرار دهید و به مدت ۳۰s مخلوط کنید (در حالت کند). اختلاط را (در حالت کند) ادامه دهید و در حین ۳۰s بعدی آب را اضافه کنید. بعد از این که تمام آب اضافه شد اختلاط را (در حالت تند) به مدت ۶۰s دیگر ادامه دهید.

مخلوط‌کن رامتوقف کنید و هرگونه مواد چسبیده به هم‌زن و کناره‌های ظرف اختلاط را با یک تیغه تمیز کنید، به‌خوبی دقت کنید تا مطمئن شوید هیچ ماده مخلوط نشده‌ای در ته ظرف نمانده باشد. این بخش از آزمون را در مدت ۶۰s کامل کنید. ظرف اختلاط را با یک پارچه نمدار بپوشانید و به مدت ۵min آن را رها کنید.

ظرف اختلاط را دوباره در مخلوط‌کن قرار دهید و ملات را برای ۶۰s دیگر (در حالت تند) مخلوط کنید.

۱۵-۳-۸ اندازه‌گیری زمان سفت شدن

بلافاصله بعد از تکمیل اختلاط هر ملات، نرخ سفت شدن را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۹۱۵۰-۹ تعیین کنید.

زمان‌های سفت شدن بخش‌های آزمون دوتایی از سنگدانه‌های حرارت ندیده و حرارت دیده (کنترلی) را ثبت کنید.

۱۵-۳-۹ مقاومت فشاری ملات سخت‌شده

از هر مخلوط ملات، سه منشور به ابعاد $160mm \times 40mm \times 40mm$ مطابق با روش مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۹۱۵۰-۱۱ تهیه کنید.

چگالی هر منشور را بعد از بیرون آوردن از قالب تعیین کنید.

مقاومت فشاری منشورها را بعد از ۲۸ روز مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۹۱۵۰-۱۱ به دست آورید. مقاومت‌های فشاری ۱۲ بخش آزمون دوتایی سنگدانه‌های حرارت ندیده و حرارت دیده (کنترلی) را ثبت کنید.

۱۵-۳-۱۰ روش محاسبه و بیان نتایج

۱۵-۳-۱۰-۱ زمان سفت شدگی

تغییر در زمان سفت شدگی را با کم کردن میانگین زمان سفت شدگی ملات‌های سنگدانه حرارت دیده از ملات‌های سنگدانه حرارت ندیده محاسبه کنید. نتیجه را تا نزدیک‌ترین ۱۵min بیان کنید.

یادآوری- یک نتیجه منفی نشان می‌دهد که ناخالصی‌های آلی گیرش ملات را تسریع کرده است.

۱۵-۳-۱۰-۲ مقاومت فشاری

مقاومت فشاری نسبی $S\%$ ملات سنگدانه حرارت ندیده را با معادله زیر تا نزدیک‌ترین 1% محاسبه کنید.

$$S = (A/B) \times 100 \quad (\text{بر حسب درصد}) \quad (15)$$

که در آن:

A مقاومت فشاری شش منشور سنگدانه حرارت ندیده، بر حسب N/mm^2 ؛

B مقاومت فشاری شش منشور سنگدانه حرارت دیده (کنترلی)، بر حسب N/mm^2 .

یادآوری- ناخالصی‌های آلی می‌تواند در مخلوط‌های ملات هوا وارد کند. هوای وارد شده همچنین می‌تواند بر مقاومت فشاری اثر بگذارد. وجود هوای وارد شده می‌تواند با مقایسه میانگین جرم و چگالی دو مجموعه منشورها ارزیابی شود.

۱۶ تعیین قابلیت حل شدن در آب

۱۶-۱ تعیین قابلیت حل شدن در آب سنگدانه بدون پرکننده^۱

۱۶-۱-۱ اصول آزمون

بخش آزمون سنگدانه با آب به میزان دو برابر جرمش مطابق با روش مشخص شده در بند ۱۰-۱-۴ عصاره‌گیری می‌شود. بعد از عصاره‌گیری، سنگدانه بازیابی شده خشک شده و وزن می‌شود.

یادآوری- قابلیت حل شدن پرکننده در آب با استفاده از روش‌های بند ۱۶-۲ تعیین می‌شود.

۱۶-۱-۲ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

یادآوری- توصیه می‌شود نمونه آزمایشگاهی نشان دهنده مقدار رطوبت بهر باشد.

۱۶-۳ آماده سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با استفاده از روش های مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ کاهش دهید، تا این که بخش آزمون با توجه به اندازه الک بالایی (D) به جرمی حداقل برابر با مقادیر مشخص شده در جدول ۱ (بند ۷-۳) برسد.

نمونه را در دمای $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ خشک کنید. بخش آزمون خشک شده را تا نزدیک ترین 0.1g وزن کنید (m_{11}).

۱۶-۴ عصاره گیری از مواد قابل حل شدن

مواد قابل حل شدن موجود در سنگدانه را با استفاده از روش مشخص شده در بند ۱۰-۱-۴ استخراج کنید و سپس اجازه دهید تا مواد جامد ته نشین شوند.

مایع شناور بر روی یک کاغذ صافی درجه متوسط (بند ۵-۳-۴) که از قبل وزن شده است، را تا جایی که ممکن است صاف کنید. سنگدانه ته نشین شده را از بطری استخراج با کمک کمی آب به یک ظرف تبخیر چینی (بند ۵-۹-۲) که از قبل وزن شده منتقل کنید. کاغذ صافی و ذرات سنگدانه باقی مانده روی آن را نیز به آن ظرف اضافه کنید.

محتویات ظرف را تا رسیدن به جرم ثابت (بند ۳-۴ و بند ۶-۴) خشک و سپس سرد کنید و تا نزدیک ترین 0.1g وزن کنید. جرم سنگدانه خشک شده را با کم کردن جرم های ظرف و جرم کاغذ صافی محاسبه کنید (m_{12}).

۱۶-۵ روش محاسبه و بیان نتایج

قابلیت حل شدن سنگدانه در آب، بیان شده به صورت WS را با معادله زیر محاسبه کنید:

$$WS = \frac{m_{11} - m_{12}}{m_{11}} \times 100 \quad (\text{بر حسب درصد}) \quad (16)$$

که در آن:

m_{11} جرم سنگدانه قبل از عصاره گیری، بر حسب g؛

m_{12} جرم سنگدانه بعد از عصاره گیری، بر حسب g.

نتیجه را بر حسب 0.1% ثبت کنید.

۱۶-۲ تعیین قابلیت حل شدن پرکننده در آب

۱۶-۲-۱ اصول آزمون

بخش آزمون پرکننده با آب به میزان پنجاه برابر جرمش عصاره گیری می شود. بعد از عصاره گیری، پرکننده بازبایی شده خشک شده و وزن می شود.

۱۶-۲-۲ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

یادآوری - توصیه می شود نمونه آزمایشگاهی نشان دهنده مقدار رطوبت بهر باشد.

۱۶-۲-۳ آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را با روش‌های مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ تا مقداری که کم‌تر از ۲۵g نباشد کاهش دهید.

نمونه فرعی را در دمای $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ تا رسیدن به جرم ثابت (بند ۶-۴) خشک کنید.

دو آزمون هر کدام $(5 \pm 0.2)\text{g}$ بردارید.

۱۶-۲-۴ عصاره‌گیری از مواد قابل حل شدن

اگر پرکننده‌ها محتوی کلسیم هیدروکسید اضافه‌شده باشند، مقدار کلسیم هیدروکسید (K_a) را طبق استاندارد EN 459-2 تعیین کنید.

دو ظرف ارلن مایر ۵۰۰ml (بند ۵-۳-۲) را تا نزدیک‌ترین 0.1g وزن کنید. آزمون‌ها را به این دو ظرف منتقل کنید، دو ظرف و محتویات آن را وزن کنید و جرم آن‌ها را تا نزدیک‌ترین 0.1g ثبت کنید. جرم پرکننده هر ظرف را با تفاضل محاسبه کنید (m_{11}).

به هر ظرف، مقدار پنجاه برابر جرم آزمون آب اضافه کنید. درب ظرف‌ها را ببندید و محتویات آن‌را به منظور جلوگیری از ته‌نشینی، توسط لرزاندن (بند ۵-۳-۳) به‌طور پیوسته همراه با تلاطم کافی، حداقل ۲۴h مخلوط کنید.

مایع شناور را، تا جایی که ممکن است، بر روی یک قیف صافی محتوی کاغذ صافی درجه متوسط (بند ۵-۳-۴) که از قبل وزن شده است صاف کنید، باقی‌مانده‌های موجود در ظرف‌های ارلن مایر را رها کنید.

ظرف‌های ارلن مایر، قیف‌های صافی، کاغذهای صافی و محتویات آن‌ها را تا رسیدن به جرم ثابت (بند ۳-۴ و بند ۶-۴) خشک و سپس سرد کنید و تا نزدیک‌ترین 0.1g وزن کنید. جرم پرکننده خشک شده را با کم-کردن جرم‌های ظرف (تشتک) و جرم ارلن‌مایرها، قیف‌ها و کاغذهای صافی محاسبه کنید (m_{12}).

۱۶-۲-۵ روش محاسبه و بیان نتایج

قابلیت حل شدن پرکننده یا پرکننده مخلوط‌شده در آب، WS ، را با معادله زیر محاسبه کنید:

$$WS = \frac{m_{11} - m_{12}}{m_{11}} \times 100 - K_a \quad (\text{بر حسب درصد}) \quad (17)$$

که در آن:

m_{11} جرم سنگدانه قبل از عصاره‌گیری، بر حسب g؛

m_{12} جرم سنگدانه بعد از عصاره‌گیری، بر حسب g؛

K_a مقدار کلسیم هیدروکسید تعیین شده از پرکننده مخلوط، حداکثر ۸/۴٪.

نتیجه را بر حسب ۰/۱٪ ثبت کنید.

یادآوری ۱- پرکننده مخلوط، محتوی کلسیم هیدروکسید اضافه‌شده است. اگر مقدار کلسید هیدروکسید اضافه‌شده کم‌تر از ۸/۴٪ باشد مقدار تعیین شده باید به‌کاربرده شود. برای سایر پرکننده‌های مخلوط، مقدار ۸/۴٪ به‌کار می‌رود.

یادآوری ۲- برای پرکننده‌هایی که به آن‌ها کلسیم هیدروکسید اضافه نشده است، مقدار K_a برابر با صفر است.

۱۷ تعیین افت در اثر حرارت (سرخ شدن)

۱۷-۱ اصول آزمون

افت در اثر حرارت (سرخ شدن)، در یک جو اکسنده (محیط اکسیدکننده) تعیین می‌شود. با حرارت دادن سنگدانه در هوا تحت دمای $(95.0 \pm 2.5)^\circ\text{C}$ کربن دی‌اکسید، آب تبخیر نشده در اثر خشک کردن و هرگونه اجزای فرار قابل اکسید شدن خارج می‌شود.

یادآوری ۱- اگر سنگدانه محتوی تشکیل‌دهنده‌های قابل اکسید شدن غیرفرار باشد، مانند سرباره‌های کوره آهن‌گدازی، توصیه می‌شود افت در اثر حرارت (سرخ شدن) مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۸۸۰۷ اصلاح شود.

یادآوری ۲- برای سنگدانه‌های تولید شده از پسماندهای کوره زباله‌سوز، توصیه می‌شود دمای حرارت دادن $(48.0 \pm 2.5)^\circ\text{C}$ باشد.

یادآوری ۳- این روش ممکن است به عنوان یک روش جایگزین برای مقدار گیاجاک (ناخالصی‌های آلی) به کار برده شود. در این حالت توصیه می‌شود دما $(48.0 \pm 2.5)^\circ\text{C}$ باشد.

۱۷-۲ نمونه برداری و آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با روش‌های مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود. توصیه می‌شود نمونه آزمایشگاهی نشان دهنده مقدار رطوبت بهر باشد.

نمونه آزمایشگاهی را با استفاده از روش‌های مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ کاهش دهید، تا این‌که با توجه به اندازه الک بالایی (D) به جرمی حداقل برابر با مقادیر مشخص شده در جدول ۱ (بند ۷-۳) برسد.

در صورت ضرورت، نمونه را در دمای $(11.0 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ خشک کنید.

یادآوری- خشک کردن در دمای بالاتر، سولفیدها را اکسید خواهد کرد.

نمونه‌فرعی را گام‌به‌گام خرد کنید و آن‌را به جرم تقریبی ۲۰g کاهش دهید و سپس ذرات را آسیاب کنید تا همه آن‌ها از الک $125\mu\text{m}$ عبور کنند. مقدار $(1.0 \pm 0.05)\text{g}$ از این مواد را به عنوان آزمون بردارید.

۱۷-۳ روش انجام آزمون

بخش آزمون را تا نزدیک‌ترین 0.1mg در یک بوته (بند ۵-۶-۲) که از قبل حرارت داده شده و سرد شده است وزن کنید (m_{13}). بوته را در کوره الکتریکی (بند ۵-۲-۲) با دمای کنترل شده $(95.0 \pm 2.5)^\circ\text{C}$ قرار دهید. بوته را در کوره برای مدت حداقل ۶۰min رها کنید. بوته را تا رسیدن به دمای اتاق در یک خشکانه (بند ۵-۲-۱۶) سرد کنید و سپس دوباره وزن کنید (m_{14}).

در حالتی که سنگدانه‌ها آهکی (دارای کلسیم) باشند، توصیه می‌شود حرارت دادن تا دمای 950°C به آهستگی صورت گیرد تا خطر ترکیدن شدید دانه‌ها کاهش یابد.

۱۷-۴ روش محاسبه و بیان نتایج

افت در اثر حرارت (سرخ شدن) سنگدانه را از فرمول زیر محاسبه کنید:

$$(18) \quad \text{برحسب درصد} \quad \text{افت در اثر حرارت} = \frac{m_{13} - m_{14}}{m_{13}} \times 100$$

که در آن:

m_{13} جرم اولیه بخش آزمون، بر حسب g؛

m_{14} جرم بخش آزمون حرارت دیده (سرخ شده)، بر حسب g؛

دمای حرارت دادن (سرخ شدن) باید گزارش شود.

۱۸ تعیین آهک آزاد در سرباره فولاد

۱-۱۸ اصول آزمون

هرکدام از روش‌های مشخص شده در این بند، درصد آهک آزاد (CaO) که به‌طور بالقوه منبسط‌شونده است، و آهک هیدراته ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) که منبسط شونده نیست، را تعیین می‌کند. برای تمایز بین این دو شکل از آهک، آزمون‌های تکمیلی مانند تجزیه وزن‌سنجی حرارتی یا تجزیه پراش اشعه X ضروری است.

۱۸-۲ تعیین آهک آزاد با روش هم‌تافت‌سنجی (کمپلکس‌سنجی)^۱ (روش مرجع)

۱۸-۲-۱ اصول آزمون

آهک آزاد از یک نمونه سنگدانه با اتان‌دی‌ال استخراج می‌شود. سپس مقدار یون‌های کلسیم موجود در عصاره توسط تیتراژ هم‌تافت‌سنجی تعیین می‌شود.

۱۸-۲-۲ نمونه‌برداری و آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه‌برداری و آماده‌سازی بخش آزمون را طبق روش مشخص شده در بندهای ۱۱-۲-۲ و ۱۱-۲-۳ انجام دهید، با این تفاوت که در نهایت ۲۰g را خرد کنید تا این که تمامی آن‌ها از الک $63\mu\text{m}$ عبور کند و تقریباً ۰/۵g از این مصالح را به عنوان بخش آزمون بردارید. قطعات درشت آهن باقی‌مانده روی الک باید دور ریخته شود.

۱۸-۲-۳ روش انجام آزمون

بخش آزمون را تا نزدیک‌ترین ۰/۱mg وزن کنید (m_{15})، و به داخل ظرف ارلن مایر (بند ۵-۱۳-۱) که از قبل دارای یک هم‌زن پلی‌تترافلوئورواتیلنی (PTFE)^۲ می‌باشد انتقال دهید. مقدار ۵۰ml از اتان‌دی‌ال بدون آب (بند ۴-۱۱-۱) را اندازه بگیرید و به داخل ظرف ارلن مایر منتقل کنید. درب ظرف ارلن مایر را با درپوش

1- Complexometry

2 - Poly Tetra Fluoro Ethylene

شیشه‌ای به‌طور آب‌بند ببندید و آن‌را در یک حمام آب 70°C قرار داده و بعد از رسیدن به این دما، به مدت ۳۰ min با استفاده از هم‌زن مغناطیسی با سرعت ۳۰۰ rpm تا ۴۰۰ rpm هم بزنید. سپس به سرعت با عبور دادن از یک صافی شیشه‌ای زینترشده (بند ۵-۱۳-۴)، که بر روی آن یک لایه محکم از خمیر کاغذ صافی به‌دست آمده با اتان‌دی‌ال (به ضخامت تقریبی ۴ mm تا ۵ mm) قرار داده‌اید، صاف کنید. ظرف ارلن مایر را سه مرتبه با در مجموع ۵۰ ml پروپان-۲-ال (بند ۴-۱۱-۲) بشویید.

محلول صافی شفاف محتوی آهک آزاد حل شده را با ۱۰ ml از هیدروکلریک اسید (۱+۱) (بند ۴-۱۱-۴) اسیدی کنید، آن‌را همراه شستشو با آب به درون بالن حجم‌سنجی (بند ۵-۱۳-۲) منتقل کنید. بالن را تا نشانه پر کنید و با لرزاندن یکنواخت کنید. مطابق با مقدار پیش‌فرض، مقدار ۵۰ ml یا ۱۰۰ ml را به یک بشر شیشه‌ای با استفاده از یک پیپت انتقال دهید. ده قطره از محلول متیل‌نتیروفتول (بند ۴-۱۱-۶) و ده قطره از تری‌اتانول‌آمین (بند ۴-۱۱-۵) (برای جدا کردن یون‌های Mn و Fe)، اضافه کنید، و سپس با محلول ۲ mol/l سدیم هیدروکسید (بند ۴-۱۱-۷) خنثی کنید؛ با آب تا حجم تقریبی ۵۰۰ ml رقیق کنید و مقدار pH را با افزودن حدود ۱۰ ml از محلول ۲ mol/l سدیم هیدروکسید تا بالاتر از ۱۳ برسانید. شناساگر (بند ۴-۱۱-۸) را اضافه کنید و با محلول EDTA (بند ۴-۱۱-۹) تا این‌که رنگ بنفش قرمزفام به بنفش آبی‌فام تغییر کند تیترا کنید. نقطه پایان تیترا کردن را با استفاده از ابزار تیترا کردن نوری الکتریکی (بند ۵-۱۳-۵) تعیین کنید. حجم محلول EDTA اضافه شده (V_{11}) را برحسب ml یادداشت کنید. آزمون را بدون نمونه برای شاهد انجام دهید و حجم محلول EDTA اضافه شده برای شاهد (V_{12}) را برحسب ml یادداشت کنید.

۱۸-۲-۴ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار آهک آزاد سنگدانه را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$(19) \quad \text{آهک آزاد (برحسب درصد)} = \frac{(V_{11}-V_{12}) \times F}{m_{15}} \times 100$$

که در آن:

V_{11} حجم محلول EDTA اضافه شده، برحسب ml؛

V_{12} حجم محلول EDTA اضافه شده برای شاهد، برحسب ml؛

F ضریب محلول EDTA برحسب mg از CaO بر ml؛ در صورت برداشتن مقدار ۱۰۰ ml از ظرف (بند ۵-۱۳-۲) در ۰/۵ ضرب شود؛

m_{15} جرم بخش آزمون، برحسب گرم است.

مقدار آهک آزاد تا نزدیک‌ترین ۰/۱ درصد گرد کنید.

۱۸-۳-۳ تعیین آهک آزاد با هدایت‌سنجی (روش جایگزین)

۱۸-۳-۱ اصول آزمون

آهک آزاد از یک نمونه سنگدانه با اتان‌دی‌ال استخراج می‌شود. سپس مقدار یون‌های کلسیم موجود در عصاره با اندازه‌گیری هدایت تعیین می‌شود.

۱۸-۳-۲ نمونه‌برداری و آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه‌برداری و آماده‌سازی بخش آزمون را طبق روش مشخص شده در بند ۱۸-۲-۲ انجام دهید و $mg (100 \pm 0.1)$ مصالح عبور کرده از الک $63 \mu m$ را به‌عنوان بخش آزمون بردارید.

۱۸-۳-۳ روش انجام آزمون

مقدار 100 ml اتان‌دی‌ال (بند ۴-۱۱-۱) را تا $^{\circ}C (80 \pm 0.1)$ در ظرف اندازه‌گیری (شکل ۲) با کمک یک ترموستات متصل شده، پیش‌گرم کنید، با یک هم‌زن مغناطیسی هم بزنید. بخش آزمون را به این حلال اضافه کنید و الکتروود اندازه‌گیری را معرفی کنید.

یادآوری- با اندازه‌گیری هدایت حین زمان عصاره‌گیری، آهک آزاد نامحلول می‌تواند به‌طور مستقیم مشاهده شود.

بعد از زمان عصاره‌گیری حداقل 10 min و هنگامی که تغییر بیش‌تری در هدایت آشکار نشد، فرایند عصاره‌گیری کامل شده است. سپس مقدار نهایی هدایت را بخوانید.

۱۸-۳-۴ ارزیابی و بیان نتایج

با استفاده از نمودار واسنجی (شکل ۳) هدایت اندازه‌گیری شده را به مقدار آهک آزاد تبدیل کنید. درصد جرمی آهک آزاد را تا نزدیک‌ترین 0.1% بیان کنید.

۱۸-۴ تعیین آهک آزاد با اسیدسنجی (روش جایگزین)

۱۸-۴-۱ اصول آزمون

آهک آزاد از یک نمونه سنگدانه با جوشاندن در اتیل استواسات استخراج می‌شود (روش فرانک)؛ عصاره با یک محلول استاندارد هیدروکلرید اسید 0.2 mol/l تیتر می‌شود.

۱۸-۴-۲ نمونه‌برداری و آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه‌برداری و آماده‌سازی بخش آزمون را طبق روش مشخص شده در بند ۱۸-۲-۲ انجام دهید و 1 g مصالح عبور کرده از الک $63 \mu m$ را به‌عنوان بخش آزمون بردارید.

۱۸-۴-۳ روش انجام آزمون

مقدار 70 ml از محلول حلال تهیه شده (بند ۴-۱۳-۵) حاوی اتیل استواسات و ۲-متیل‌پروپان-۱-ال با نسبت ۳ به ۲۰ را اندازه بگیرید، و به داخل ظرف ارلن مایر (۵-۱۵-۱) انتقال دهید. بخش آزمون را تا نزدیک‌ترین 0.1 mg وزن کنید (m_{16}) و به داخل ظرف انتقال دهید.

ظرف را در چگالنده^۱ آب-سردشده با لوله تغذیه فوقانی محتوی سدیم هیدروکسید (بند ۴-۱۳-۸) و غربال (الک) مولکولی (بند ۵-۱۵-۳) تنظیم کنید؛ در دمای جوش رفلکس کنید، روی صفحه داغ (بند ۵-۲-۷) برای 3 h هم بزنید. صفحه داغ را بیرون آورید، اجازه دهید تا سرد شود، سپس تحت خلا از میان صافی ریزالیاف شیشه‌ای (بند ۵-۱۵-۴) صاف کنید، صاف شده‌ها را در یک ظرف دیگر جمع‌آوری کنید. ظرف اول

و باقی مانده را با ۵۰ ml محلول ۲-متیل پروپان-۱-ال (بند ۴-۱۳-۲) با استفاده از میله همزن محکم شده با یک راهنمای لاستیکی به منظور راهنمایی جریان، بشویید.

تعداد ۱۰ قطره تا ۱۲ قطره از محلول شناساگر (بند ۴-۱۳-۶) را به محلول صاف شده اضافه کنید و با محلول هیدروکلریک اسید ۰.۲ mol/l (بند ۴-۱۳-۷) تا زمانی که صورتی مایل به قرمز، حاصل شود، تیترا کنید.

یادآوری- اگر تیتراشدن با ابزار ثبت کننده pH متر همراه باشد، صاف کردن عصاره ضروری نیست.

۱۸-۴-۴ روش محاسبه و بیان نتایج

مقدار آهک آزاد سنگدانه را با معادله زیر محاسبه کنید:

$$\text{آهک آزاد} = \frac{k}{1000} \times \frac{V_{12}}{m_{16}} \times 100 \quad (\text{بر حسب درصد}) \quad (20)$$

که در آن:

V_{12} حجم هیدروکلریک اسید اضافه شده، بر حسب ml؛

m_{16} جرم بخش آزمون، بر حسب g؛

k عامل تعیین شده در بند ۴-۱۳-۷، نشان دهنده تعداد mg از CaO بر ml محلول هیدروکلریک اسید استاندارد شده است.

۱۸-۵ تعیین CaO موجود در سرباره فولاد با پراش اشعه ایکس

۱۸-۵-۱ اصول آزمون

در تجزیه های شیمیایی تر «آهک آزاد» با انتخاب کانی های استخراج شده CaO (آهک آزاد، در حالت دقیق آن به عنوان اجزای مضر سنگدانه) و $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (پرتلندیت، هیدراسیون فراورده CaO) تعیین می شود. غلظت یون های Ca^{2+} اندازه گرفته می شود و به عنوان CaO یعنی «آهک آزاد» بیان می شود.

با پراش اشعه X هر دو کانی (آهک آزاد=CaO و پرتلندیت= $\text{Ca}(\text{OH})_2$) می تواند در اثر ساختار بلوری متفاوتشان شناخته شوند. شدت نشانک (سیگنال) های اندازه گیری، با غلظت های CaO و $\text{Ca}(\text{OH})_2$ متناسب است.

یادآوری- ساختار بلوری هر کانی آرایش تناوبی سه بعدی اتم ها است. این آرایش اتمی می تواند با مجموعه های متفاوتی از شبکه صفحات موازی تشریح شود. هر مجموعه منفرد از شبکه صفحات موازی یک فاصله ثابت d دارد. پراش اشعه X می تواند به عنوان انعکاس اشعه های X توسط مجموعه های متفاوتی از صفحات شبکه شناسایی شود.

هر دستگاه پراش اشعه X یک نشانک - که در متن زیر «پیک» نامیده می شود- ثبت می کند. اگر قانون براگ در نظر گرفته شود:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

که در آن:

n عدد کلی؛

λ طول موج اشعه X به کار برده شده؛

θ زاویه پراش اشعه X منعکس شده؛

d فاصله شبکه.

هر کانی توسط یک مجموعه از مقادیر مشخص d و نسبت‌های شدت متناظرش شناسایی می‌شود. این مجموعه‌ها در متونی مثل فایل‌های اطلاعاتی اقتصادی در دسترس فهرست شده‌اند.

لطفا توجه کنید که پراش اشعه X در θ° یا $2\theta^\circ$ به دفعات به عنوان خروجی خواندنی تجهیز به کار می‌رود. θ° یا $2\theta^\circ$ به مقادیر d کانی توسط قانون براگ مرتبط می‌شود و به طول موج اشعه‌های X به کاررفته بستگی دارد.

۱۸-۵-۲ روش تجزیه

۱۸-۵-۲-۲ آماده‌سازی نمونه

آماده‌سازی نمونه به منظور جلوگیری از هیدراته شدن CaO توسط رطوبت، باید در مدت زمان کوتاهی انجام شود. از تماس با آب باید ممانعت شود.

نمونه آزمایشگاهی برداشته شده باید بی‌درنگ در آزمایشگاه تحت دمای $(5 \pm 110)^\circ\text{C}$ تا رسیدن به جرم ثابت (بند ۳-۴) خشک شود.

یک نمونه‌فرعی با جرم حداقل ۳۰g باید خرد شود، تا این‌که همه آن از یک الک با چشمه‌های $63\mu\text{m}$ منطبق با الزامات استاندارد EN 933-2 عبور کند. سپس این نمونه‌فرعی باید برطبق الزامات دستگاه اشعه X آماده شود.

۱۸-۵-۲-۳ تجزیه

قبل از هر گونه عملیات، مطمئن شوید که تجهیز در یک شرایط عملکردی بهینه (با توجه به دستورالعمل دستگاه پراش اشعه X) قرار دارد.

به منظور انجام تجزیه آهک آزاد (CaO) و پرتلندیت (Ca(OH)_2) در سرباره فولاد شدت‌های زیاد این کانی‌ها باید استفاده شود، شدت‌ها به‌طور ترجیحی برای آهک آزاد (CaO) در $d_{\text{Cpeak}} = 2,389 \text{ \AA}$ و برای پرتلندیت (Ca(OH)_2) در $d_{\text{CHpeak}} = 4,895 \text{ \AA}$ می‌باشد.

شدت‌های اشعه X کانی‌های سرباره فولاد به‌طور معمول پیک (قله)های پهن ناشی از بلورهای ناقص و یا تعویض جزئی Ca توسط عناصر دیگر است. به همین دلیل یک گستره d در اطراف شدت‌های ذکر شده در بالا باید پوشش شود.

مطمئن شوید که هیچ تداخل جدی با کانی‌های دیگر سرباره یا ناخالصی‌ها در سرباره فولاد وجود نداشته باشد.

یک پس‌زمینه تصحیح برای به‌طور ترجیحی برای آهک آزاد (CaO) در $d_{\text{Cb1}} = 2,427 \text{ \AA}$ و $d_{\text{Cb2}} = 2,335 \text{ \AA}$ و برای پرتلندیت (Ca(OH)_2) در $d_{\text{CHb1}} = 4,950 \text{ \AA}$ و $d_{\text{CHb2}} = 4,860 \text{ \AA}$ ایجاد کنید.

دفعات اندازه‌گیری برای هر پس‌زمینه چپ و راست پیک‌ها و گستره‌های d را طوری انتخاب کنید که از نظر تحلیل آماری نتایج ذخیره شده قابل اطمینان باشد. انحراف استاندارد در آمارهای تکرانه‌ها از مجذور ریشه (N)، که N برابر با دفعات (تعداد تکرانه‌های تشخیص یافته) است تبعیت می‌کند.

مطمئن شوید که اندازه‌گیری‌ها و تجزیه‌های واسنجی تحت شرایط عملیاتی مشخص شده و مقادیر d مشابه برای شدت‌ها و پس‌زمینه انجام شود. یک تصحیح برای افت شدت لوله اشعه X ایجاد کنید.

مثال ۱- یک مثال از روش اندازه‌گیری آهک آزاد (CaO) در زیر آورده شده است:

شدت پس‌زمینه I_{Cb1} را در $d_{Cb1}=2/427A^\circ$ برای 160° ثانیه اندازه بگیرید.
گستره $d_{Cb1}=2/427A^\circ$ تا $d_{Cb2}=2/335A^\circ$ در گام‌های $2\theta/sec$ 0.1° پوشش و شدت I_{CRange} را گزارش کنید.
شدت پس‌زمینه I_{Cb2} را در $d_{Cb2}=2/335A^\circ$ برای 160° ثانیه اندازه بگیرید.
 I_{CRange} باید حداقل ۳ برابر مجذور $(I_{Cb1}+I_{Cb2})/2$ باشد.
مقدار $I_C = I_{CRange} - (I_{Cb1}+I_{Cb2})/2$ را محاسبه کنید.
مقدار I_C را برای تمامی محاسبه‌های بعدی به کار برید.

مثال ۲- یک مثال از روش اندازه‌گیری پرتلندیت $(Ca(OH)_2)$ در زیر آورده شده است:

شدت پس‌زمینه I_{CH1} را در $d_{CH1}=4/950A^\circ$ برای 160° ثانیه اندازه بگیرید.
گستره $d_{CH1}=4/950A^\circ$ تا $d_{CH2}=4/860A^\circ$ در گام‌های $2\theta/sec$ 0.1° پوشش و شدت $I_{CHRange}$ را گزارش کنید.
شدت I_{CH2} را در $d_{CH2}=4/860A^\circ$ برای 160° ثانیه اندازه بگیرید.
 $I_{CHRange}$ باید حداقل ۳ برابر مجذور $(I_{CH1}+I_{CH2})/2$ باشد.
مقدار $I_{CH} = I_{CHRange} - (I_{CH1}+I_{CH2})/2$ را محاسبه کنید.
مقدار I_{CH} را برای تمامی محاسبه‌های بعدی به کار برید.

۱۸-۵-۳ روش واسنجی

۱۸-۵-۳-۱ اصول آزمون

یک منحنی واسنجی باید مقرر کند که ارتباط‌های شدت اشعه پراش‌یافته با مقدار آهک آزاد نمونه‌های مرجع با غلظت‌های معلوم برپایه روش‌های زیر می‌باشد.

۱۸-۵-۳-۲ ایجاد یک منحنی واسنجی برای آهک آزاد موجود در سرباره فولاد

نمونه‌های مرجع موجود در مبدل را با قاشق بردارید.

یادآوری- توجه شود در صورتی که دمای سرباره در هنگام نمونه‌برداری بین $1600^\circ C$ تا $1700^\circ C$ باشد، فرض می‌شود که در کل آهک هیدراته (پرتلندیت) وجود ندارد.

پس از خردایش، این نمونه‌ها طبق بند ۱۸-۲ به‌منظور تعیین مقادیر آهک آزاد تجزیه می‌شوند.

تفاوت شدت آهک آزاد (CaO) برای هر یک از نمونه‌ها مطابق با بند ۱۸-۵-۳-۲ اندازه‌گیری می‌شود و سپس منحنی واسنجی برای CaO ایجاد می‌شود.

۱۸-۵-۳-۳ ایجاد یک منحنی واسنجی برای پرتلندیت موجود در سرباره فولاد

نمونه‌های مرجع مورد استفاده برای ایجاد منحنی واسنجی آهک آزاد (CaO) به مدت ۴۸h در یک بشر با آب زیادی هیدراته می‌شود.

بعد از خشک کردن، عدم وجود آهک آزاد با مقایسه بین تجزیه نمونه‌های هیدراته شده و منحنی واسنجی آهک آزاد تصدیق می‌شود.

شدت پراش یافته توسط پرتلندیت (Ca(OH)_2) طبق بند ۱۸-۵-۲-۳ اندازه‌گیری می‌شود و سپس منحنی واسنجی برای (Ca(OH)_2) ایجاد می‌شود.

۱۸-۵-۳-۴ ایجاد منحنی واسنجی برای آهک آزاد و پرتلندیت در سرباره فولاد
مخلوط‌های سنتزی از سرباره فولاد مرتبط و واکنشگر CaO یا Ca(OH)_2 را تهیه کنید. شدت پراش یافته توسط آهک آزاد (CaO) یا پرتلندیت (Ca(OH)_2) طبق بند ۱۸-۵-۲-۳ اندازه‌گیری می‌شود و سپس منحنی واسنجی برای آهک آزاد و پرتلندیت ایجاد می‌شود.

۱۸-۵-۴ بیان نتایج
نتایج را تا نزدیک‌ترین ۱٪ گزارش کنید.

۱۹ تعیین عدم سلامت سرباره‌های کوره آهن‌گدازی و فولاد

۱۹-۱ تعیین فروپاشیدگی دی‌کلسیم سیلیکات سرباره کوره آهن‌گدازی هواسرد شده

۱۹-۱-۱ کلیات

این بند روش تعیین حساسیت به فروپاشیدگی کلوخه سرباره کوره آهن‌گدازی خردشده ناشی از تبدیل شکل ناپایدار β -دی‌کلسیم سیلیکات به شکل γ را مشخص می‌کند. این پدیده گاهی اوقات به‌طور نادرست «فروپاشیدگی آهک» نامیده می‌شود.

۱۹-۱-۲ اصول آزمون

سطوح سرباره شکسته تحت نور ماورای بنفش در گستره نور مرئی، شفاف می‌شود. جنبه و رنگ شفاف‌شدگی تشخیص سرباره‌های مستعد فروپاشیدگی سیلیکاتی را میسر می‌کند.

۱۹-۱-۳ نمونه‌برداری

روش مشخص شده در بند ۱۱-۱-۲ را انجام دهید.

۱۹-۱-۴ آماده‌سازی بخش آزمون

نمونه آزمایشگاهی را به بخش آزمون حداقل شامل ۳۰ کلوخه کاهش دهید، سپس بخش آزمون را شسته و خشک کنید، سپس هر کلوخه را به منظور دستیابی به سطوح شکسته تازه، خرد کنید.

۱۹-۱-۵ روش انجام آزمون

آزمون فروپاشیدگی دی‌کلسیم سیلیکات را تحت نور ماورای بنفش (بند ۵-۱۷-۱) انجام دهید.

۱۹-۱-۶ بیان نتایج

مشاهدات صورت گرفته بر روی ظاهر سطوح شکسته تازه را ثبت کنید. سرباره‌هایی که نقاط روشن کوچک و بزرگ متعدد یا خوشه‌ای به رنگ زرد، یا برنزی یا یک رنگ دارچینی در یک پس‌زمینه بنفش دارد، باید به-عنوان مشکوک از نظر فروپاشی ثبت شود.

سرباره‌های با یک درخشش یکنواخت در سایه‌های متغیر بنفش و آن‌هایی که نقاط روشن فقط در یک تعداد محدود و توزیع یکنواخت نشان می‌دهند، باید به عنوان سالم در نظر گرفته شوند.

۱۹-۲ تعیین فروپاشیدگی^۱ آهن سرباره کوره آهن‌گدازی هواسرد شده

۱۹-۲-۱ کلیات

این بند روش تعیین حساسیت به فروپاشیدگی سرباره کوره آهن‌گدازی خردشده، ناشی از هیدرولیز (آب‌کافت) سولفیدهای آهن و منگنز را مشخص می‌کند.

۱۹-۲-۲ اصول آزمون

این آزمون با زمان‌مندسازی قطعاتی از سرباره در اتمسفر مرطوب یا در باران، یا به‌منظور سرعت بیش‌تر با غوطه‌وری در زیر آب، و واریسی رفتار آن‌ها انجام می‌شود.

۱۹-۲-۳ نمونه‌برداری

روش مشخص شده در بند ۱۱-۱-۲ را انجام دهید.

۱۹-۲-۴ روش انجام آزمون

تعداد ۳۰ قطعه از سرباره با اندازه اسمی بین ۴۰ mm و ۱۵۰ mm را به‌مدت ۲ روز در آب با دمای $(20 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ قرار دهید.

۱۹-۲-۵ بیان نتایج

هرگونه ترک یا فروپاشی را ثبت کنید. اگر هیچ قطعه‌ای ترک‌خوردگی یا فروپاشی پیدا نکند، نمونه باید قبول شده در آزمون در نظر گرفته شود. اگر یک یا دو قطعه ترک‌خورده یا فروپاشیده شود، آزمون باید با یک مجموعه ۳۰ قطعه‌ای بیش‌تر آزمون شود. اگر در مرتبه دوم آزمون، هرگونه ترک‌خوردگی یا فروپاشی ایجاد شود، نمونه باید در این آزمون مردود اعلام شود.

۱۹-۳ تعیین انبساط سرباره فولاد

۱۹-۳-۱ کلیات

این بند روش تعیین حساسیت سرباره کوره آهن‌گدازی خردشده به انبساط ناشی از هیدراته شدن نهایی (دیر هنگام) آهک آزاد مرده یا منیزیم اکسید آزاد مرده را مشخص می‌کند. آزمون با دمای افزایش یافته،

تسریع می‌شود و برای ایجاد مقادیر انبساط قابل اندازه‌گیری با هدف طبقه‌بندی مناسب سرباره انجام می‌شود.

۱۹-۳-۲ اصول آزمون

یک نمونه سرباره متراکم، که ترکیبی از دانه‌های با اندازه معلوم است، در معرض جریان بخار با دمای 100°C در واحد بخار تحت فشار محیط، قرار می‌گیرد. با این روش، رطوبت لازم برای واکنش با آهک آزاد و منیزیم اکسید آزاد به‌طور پیوسته به آزمون منتقل می‌شود. هر تغییر حجم ایجادشده با این روش از جابه‌جایی یک شاخص که به‌طور مستقیم بالای آزمون قرار گرفته است، خوانده می‌شود. افزایش حجم به‌دست آمده به عنوان نتیجه، برحسب درصد حجم نسبت به حجم اصلی آزمون سرباره متراکم محاسبه می‌شود. این مقادیر به‌طور مستقیم مشخص کننده آنچه که در کارگاه انتظار می‌رود نیست، یعنی انبساط 4% در این آزمون، برابر با انبساط غیریکنواخت 4% در کارگاه نیست.

۱۹-۳-۳ نمونه‌برداری

نمونه آزمایشگاهی باید طبق روش مشخص شده در استاندارد EN 932-1 برداشته شود.

۱۹-۳-۴ آماده‌سازی و متراکم کردن آزمون‌ها

نمونه آزمایشگاهی باید بی‌درنگ در آزمایشگاه در دمای $(110 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ تا رسیدن به جرم ثابت (بند ۳-۴) خشک شود.

برای آزمون بخار بخش‌های آزمون با اندازه 0 mm تا 22 mm از مخلوط‌های معدنی خشک شده سرباره که طبق سهمی فولر ترکیب شده‌اند، استفاده کنید. نسبت‌های جرمی اندازه دانه جداگانه در جدول ۲ آورده شده است.

جدول ۲- نسبت‌های جرمی برحسب رده اندازه دانه

اندازه‌ها mm	درصد جرمی
۰ تا ۰٫۵	۱۵
۰٫۵ تا ۲	۱۵
۲ تا ۵٫۶	۲۰
۵٫۶ تا ۸	۱۰
۸ تا ۱۱٫۲	۱۱
۱۱٫۲ تا ۱۶	۱۴
۱۶ تا ۲۲	۱۵
مجموع	۱۰۰

یادآوری ۱- اگر اختلاف زیادی در چگالی‌های ذرات طبقه‌های اندازه دانه منفرد وجود داشته باشد، مخلوط کانی می‌تواند با استفاده از نسبت حجمی ترکیب شود.

طبقه‌های اندازه دانه منفرد باید از سنگدانه‌های خردشده برداشته شود.

کاهش نمونه باید طبق روش‌های مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۳۹ انجام شود.

انبساط باید بر روی حداقل دو آزمون تعیین شود. هر بخش آزمون منفرد باید به‌طور جداگانه با توزیع اندازه بالایی در نظر گرفته شده ترکیب شود. مقدار مصالح مورد نیاز برای هر نمونه منفرد ۴/۵kg است. به‌علاوه، یک نمونه باید برای تعیین چگالی ذرات از قبل خشک‌شده، طبق استاندارد EN 1097-6 ترکیب شود.

پایه سوراخ‌دار استوانه آزمون را با یک صافی دایره‌ای (ساخته شده از مت) بپوشانید و با استفاده از یک قاشق آزمایشگاهی، بخش آزمون تهیه شده را به استوانه (بند ۵-۱۸-۱) نشان داده شده در شکل ۵ انتقال دهید. سپس به‌طور دینامیکی (پویا) آزمون خشک قرار گرفته بر روی میز لرزاننده (بند ۵-۱۸-۵) را به مدت ۶min در یک بسامد (48 ± 3) Hz با دامنه 1.5 ± 1 mm و تحت یک بار ایستای 0.35 N/mm^2 ، (برای مثال با اعمال فشار هیدرولیکی) متراکم کنید. براساس تجربه تحت این شرایط آزمون، مقدار هوای $(25 \pm 3)\%$ درصد حجمی در آزمون، باقی می‌ماند. به‌طور جایگزین، آزمون می‌تواند توسط هر روش دیگری که قادر باشد به درجه مشابهی از تراکم دستیابد، مثل چکش پروکتور یا یک چکش برقی با دست نگهداشتنی متراکم شود. اگر برای سهولت تراکم به نمونه آب اضافه شود، آزمون باید در طی ۲۴h از تکمیل فرایند تراکم آغاز شود.

بعد از تراکم، حجم آزمون سرباره V_s ، که تفاوت بین حجم استوانه V_c و حجم هوای V_a بین آزمون سرباره و لبه بالایی استوانه است را تعیین کنید. V_c و V_a را از اندازه‌گیری‌های ارتفاع میله مدرج (بند ۵-۱۸-۶) و گرفتن میانگین چهار خوانش بر روی نهایتاً دو قطر با زاویه قائمه و همچنین در حداقل چهار خوانش اضافی توزیع شده در کل سطح آزمون محاسبه کنید.

سرانجام، روی سطح آزمون سرباره را با یک صافی دایره‌ای (ساخته شده از مت) و سپس با یک لایه از دانه‌های شیشه‌ای (بند ۵-۱۸-۳) که قبل از آزمون با روغن سیلیکونی به منظور کاهش اصطکاک بین دانه‌های منفرد چرب شده است بپوشانید. جرم لایه دانه‌ها را طوری تنظیم کنید که جرم کلی سرباره، نگهدارنده سرباره، صفحه سوراخ‌دار و دانه‌های شیشه برابر با (7.5 ± 0.1) kg باشد. دانه‌های شیشه را درون استوانه آزمون به‌گونه‌ای توزیع کنید که یک سطح ترازشده را ایجاد نمایند.

یادآوری ۲- مقدار ۱/۵g روغن سیلیکون برای یک پیمانه‌ی ۱/۵kg از دانه‌ها کافی است.

روغن کاری دانه‌های شیشه را بعد از هر آزمون بخار تکرار کنید. همین‌که آهک بر روی دانه‌های شیشه در حین آزمون بخار رسوب کرد، تمیز کردن دانه‌های شیشه از آهک بعد از هر چهارمین مرتبه آزمون بخار با هیدروکلریک اسید رقیق شده ضرورت بیشتری خواهد داشت.

۱۹-۳-۵ روش انجام آزمون بخار

بعد از این که آزمون سرباره با لایه‌ای از دانه‌های شیشه پوشانده شد، استوانه آزمون را به تجهیز بخار ملحق و ابزار گرمایش را به دیواره بیرونی استوانه آزمون متصل کنید. سپس صفحه سوراخ‌دار، نگهدارنده سرباره و سرباره را در بالای دانه‌ها قرار دهید. شاخص جابه‌جایی را به‌طور عمودی در مرکز صفحه سوراخ‌دار قرار دهید و آن را به تکیه‌گاه صلب روی دستگاه بخار ثابت کنید. بعد از تغییر وضعیت دستگاه به حالت گرمایش و بخار، آزمون شروع به افزایش گرما همراه با انبساط حجمش می‌کند. به منظور عدم ثبت افزایش حجم صورت

گرفته ناشی از این موضوع، ثبت کردن جابه‌جایی را تا زمانی که بخار به‌طور آزادانه از میان نمونه عبور نکرده است آغاز نکنید.

زمان آزمون در آزمون بخار به ترکیب سرباره بستگی دارد. هنگامی که مقدار MgO موجود در سرباره طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۸۰۷-۲ اندازه‌گیری شود و مقدار آن کم‌تر از یا برابر با ۵٪ شود، زمان آزمون باید ۲۴h باشد و هنگامی که مقدار MgO بیش از ۵٪ شود، زمان آزمون باید ۱۶۸h باشد.

یادآوری ۱- در حال حاضر، در صورت عدم وجود یک روش قابل اعتماد برای تعیین مقدار MgO آزاد، مقدار MgO کل به عنوان معیاری برای MgO آزاد به‌کار برده می‌شود. در صورتی که یک روش قابل اعتماد تدوین شود، بهتر است این انواع برحسب مقدار MgO آزاد دوباره مشخص شوند. مقادیر MgO اظهار شده توسط تولیدکنندگان فولاد برای استفاده در تعیین مدت زمان انجام آزمون سرباره فولاد قابل قبول است.

در انتهای این دوره، مقدار افزایش سطح آزمون خوانده می‌شود و برحسب درصد حجمی در ارتباط با حجم اصلی محاسبه می‌شود (بند ۱۹-۳-۶ را ببینید).

به‌طور معمول، ظرف آب در دستگاه بخار به اندازه‌ای است که توانایی ایجاد بخار لازم از سطح بالایی آب در هنگام آزمون را دارد. بنابراین، باید از این که افت دما بتواند وقفه‌ای در تولید بخار ایجاد کند جلوگیری شود.

یادآوری ۲- در بسیاری از حالت‌ها، ثبت روند کاهش حجم که به زمان وابسته است، مفید می‌باشد. همین که حرکت‌هایی در آغاز آزمون بخار به‌طور دقیق ظاهر شد، توصیه می‌شود که حرکت‌ها در وقفه‌های ۱۵min خوانده شود. بعد از ۴h، وقفه‌ها می‌توانند تا ۶۰min به‌طول انجامند. اگر افزایش حجم به‌عنوان یک تابعی از زمان در نظر گرفته شود، یک تفسیر دقیق از نتایج آزمون می‌تواند به‌وسیله نمودار انجام شود (شروع صعود، رویکرد تقریبی (مجانبی)، به یک مقدار حدی). برای اهداف کنترل تولید کارخانه‌ای، کوتاه کردن زمان آزمون با محاسبه مقدار نقطه پایان با استفاده از همبستگی امکان‌پذیر است.

۱۹-۳-۶ روش محاسبه و بیان نتایج

حجم بخش آزمون سرباره V_S ، قبل از آزمون بخار، را با معادله زیر محاسبه کنید:

$$V_S = V_C - V_A \quad (21)$$

که در آن:

V_S حجم آزمون سرباره بعد از متراکم شدن در استوانه آزمون، بر حسب mm^3 ؛

V_C حجم استوانه، بر حسب mm^3 ؛

V_A حجم هوای بین آزمون سرباره و لبه بالایی استوانه، بر حسب mm^3 ؛

V_C و V_A از اندازه‌گیری‌های ارتفاع با میله مدرج و قطر استوانه (۲۱۰mm) محاسبه می‌شوند.

بعد از تراکم، چگالی توده‌ای خشک و مقدار هوای مخلوط متراکم شده را با معادله‌های زیر تعیین کنید:

$$\rho_M = \frac{100 \times M}{V_S \times (100 + w)} \times 1000 \quad (22)$$

$$V_a = \left(1 - \frac{\rho_M}{\rho}\right) \times 100 \quad (23)$$

که در رابطه‌های فوق:

ρ_M چگالی توده‌ای مخلوط فشرده شده، برحسب Mg/m^3 ؛
 M جرم مخلوط فشرده شده، برحسب g؛
 V_a مقدار هوای مخلوط فشرده شده، برحسب درصد حجمی؛
 V_S حجم آزمون سرباره بعد از تراکم در استوانه آزمون، برحسب mm^3 ؛
 ρ چگالی دانه‌ای پیش خشک شده سرباره، تعیین شده به روش مشخص شده در استاندارد EN 1097-6، برحسب Mg/m^3 ؛
 W مقدار آب نمونه، برحسب درصد جرمی.

بعد از کامل شدن آزمون، درصد انبساط حجم را از بالا آمدن شاخص جابه‌جایی خوانش آزمون و از قطر داخلی استوانه آزمون (۲۱۰ mm) طبق معادله زیر محاسبه کنید:

$$\text{انبساط} = \frac{\pi \times h \times d^2}{4 \times V_S} \times 100 \quad (24)$$

که در آن:

h بالا آمدن آزمون بعد از آزمون بخار، برحسب mm؛

d قطر داخلی استوانه آزمون، ۲۱۰ mm.

نتیجه را به عنوان میانگین ریاضی انبساط دو آزمون که تا نزدیک‌ترین ۰٫۱ درصد حجمی گرد شده است، بیان کنید.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
دقت

الف-۱ نشانه‌ها

r_1 حد تکرارپذیری تعریف شده در استاندارد EN 932-6 است.
 R_1 حد تجدیدپذیری تعریف شده در استاندارد EN 932-6 است.
 X میانگین نتایج آزمون است.

الف-۲ تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب به روش ولهارد (روش مرجع) (بند ۷ را ببینید)

دقت تعیین کلریدهای محلول در آب به صورت زیر بیان می‌شود (بر حسب مقدار یون کلرید، به صورت درصد جرمی سنگدانه):

$$r_1 = 0.0004 + 0.029X \quad \text{و} \quad R_1 = 0.0006 + 0.124X$$

الف-۳ تعیین نمک‌های کلریدی محلول در آب به روش پتانسیومتری (روش جایگزین) (بند ۸ را ببینید)

انحراف استاندارد تکرارپذیری، r ، برابر است با 0.1% .
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، R ، برابر است با 0.3% .

الف-۴ تعیین سولفات‌های محلول در آب در سنگدانه‌های بازیافتی (بند ۱۰-۲ را ببینید)

تکرارپذیری، r_1 ، و تجدیدپذیری، R_1 ، توسط یک برنامه آزمون موردی به صورت دو بار تکرار در هشت آزمایشگاه انجام شده و نتیجه زیر به دست آمده است:

$$r_1 = 0.022 + 0.018X \quad \text{و} \quad R_1 = 0.047 + 0.016X$$

که در آن:

X مقدار SO_4 کل بین 0.2% و 1% است.

الف-۵ تعیین مقدار کل سولفور حل شده با اسید (بند ۱۱-۱ را ببینید)

دقت تعیین مقدار سولفور کل به صورت زیر بیان می‌شود (بر حسب مقدار سولفور، به صورت درصد جرمی سنگدانه):

$$r_1 = 0.017 + 0.081X \quad \text{و} \quad R_1 = 0.062 + 0.204X$$

الف-۶ تعیین سولفات‌های محلول در اسید (بند ۱۲ را ببینید)

دقت تعیین مقدار سولفات محلول در اسید به صورت زیر بیان می‌شود (بر حسب درصد SO₃، بر جرم سنگدانه):

$$R_1 = 0.000 + 0.812X \quad \text{و} \quad r_1 = 0.021 + 0.200X$$

یادآوری- این مقادیر با استفاده از بخش آزمون ۲ گرمی به دست آمده‌اند.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

کتابنامه

[۱] استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۷۵۱۸، سیمان - قسمت ۱: ویژگی‌ها