



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۵۹۵۴

چاپ اول

۱۳۹۷

INSO

15954

1st Edition

2018

Identical with
ISO 26845:2008

تجزیه شیمیایی دیرگدازها - الزامات عمومی
برای روش‌های تجزیه شیمیایی تر،
طیف سنجی جذب اتمی (AAS) و
طیف سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده
القایی (ICP-AES)

**Chemical analysis of refractories- General
requirements for wet chemical analysis,
atomic absorption spectrometry (AAS)
and inductively coupled plasma atomic
emission spectrometry (ICP-AES) methods**

ICS: 81.080

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« تجزیه شیمیایی دیرگذازاها - الزامات عمومی برای روش‌های تجزیه شیمیایی تر، طیف سنجی جذب اتمی (AAS) و طیف سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES) »

رئیس: سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیأت علمی - دانشگاه شهید چمران اهواز

رستمی، الهام
(دکتری شیمی)

دبیر:

کارشناس - شرکت زرگستر روبینا

سقانژاد، سیدجعفر
(دکتری شیمی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

دستیار تحقیقاتی - دانشگاه صنعت نفت

جابری راد، مینا
(دکتری مهندسی شیمی)

عضو مستقل

جولاباف، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی)

عضو مستقل

حیدری، لیدا
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

سرپرست اداره هماهنگی امور تدوین استاندارد - اداره کل استاندارد استان خوزستان

دایی، مینا
(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس ارشد - شرکت ملی مناطق نفت خیز جنوب

رحیمی، فاطمه
(کارشناسی ارشد شیمی)

دستیار استاد - دانشکده نفت

شیخی، نگین
(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس تدوین - اداره کل استاندارد استان خوزستان

عظیمی، مسعود
(لیسانس متالورژی)

عضو مستقل

عیدی باورصادپور، ساره
(کارشناسی ارشد شیمی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

فتاحی نیا، مهناز

(کارشناسی ارشد شیمی - تجزیه)

کنکاش، علی رضا

(کارشناسی مهندسی متالورژی)

کیایی فر، ناصر

(کارشناسی ارشد مهندسی متالورژی)

مکوندی، علی

(کارشناسی ارشد شیمی)

ویراستار:

جنتی، زهرا

(کارشناسی ارشد شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

کارشناس - شرکت خوزستان پژوهش گستر بردیا

مدیر عامل - شرکت دیرگداز اهواز

کارشناس مسئول - شرکت کرین بلک ایران

شیمیست آزمایشگاه - شرکت پتروشیمی امیرکبیر

کارشناس آزمایشگاه - اداره کل استاندارد استان خوزستان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ وسایل
۸	۵ مواد و / یا واکنشگرها
۱۷	۶ نمونه‌برداری
۱۸	۷ جرم نمونه
۱۸	۸ روش کار اصلی
۱۸	۹ اندازه‌گیری مقدار کاهش جرم در اثر حرارت (وزن‌سنجی)
۲۰	۱۰ بیان نتایج آزمون
۲۰	۱۱ بررسی و پذیرش نتایج آزمون
۲۱	۱۲ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد «تجزیه شیمیایی دیرگذاها - الزامات عمومی برای روش‌های تجزیه شیمیایی تر، طیف‌سنجی جذب اتمی (AAS) و طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES)» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در سید و سی و دومین اجلاس هیئت کمیته ملی استاندارد معدن و مواد معدنی مورخ ۹۷/۱۲/۸ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 26845: 2008, Chemical analysis of refractories- General requirements for wet chemical analysis, atomic absorption spectrometry (AAS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) methods

مقدمه

این استاندارد الزامات عمومی مشترک با استانداردهای مورد استفاده برای تجزیه شیمیایی دیرگذاها و محصولات دیرگذاز به شرح زیر را ارائه می‌دهد:

ISO 10058, Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method):

–Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and gravimetric silica

–Part 2: Wet chemical analysis

–Part 3: Flame atomic absorption spectrometry (FAAS) and inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES)

ISO 20565, Chemical analysis of chrome-bearing refractory products and chrome-bearing raw materials (alternative to the X-ray fluorescence method) —

– Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and gravimetric silica

– Part 2: Wet chemical analysis

– Part 3: Flame atomic absorption spectrometry (FAAS) and inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES)

ISO 21079, Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia and silica — Refractories containing

5 % to 45 % of ZrO₂ (alternative to the X-ray fluorescence method) —

– Part 1: Apparatus, reagents and dissolution

– Part 2: Wet chemical analysis

– Part 3: Flame atomic absorption spectrometry (FAAS) and inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES)

ISO 21587, Chemical analysis of aluminosilicate refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method)—

– Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and gravimetric silica

– Part 2: Wet chemical analysis

– Part 3: Inductively coupled plasma and atomic absorption spectrometry methods

این استانداردها روش‌های شیمیایی تر، طیف سنجی جذب اتمی و پلاسما جفت شده القایی برای تجزیه مواد و محصولات دیرگذاز را ارائه می‌دهند. هنگامی که آزمایشگاه، تجهیزات XRF ندارد یا تجهیزات آزمایشگاه، الزامات استاندارد ISO 12677 را برآورده نمی‌کند، این استانداردها به‌عنوان جایگزینی برای استاندارد ISO 12677 استفاده می‌شوند.

تجزیه شیمیایی دیرگذاها - الزامات عمومی برای روش‌های تجزیه شیمیایی تر، طیف سنجی جذب اتمی (AAS) و طیف سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین وسایل، واکنشگرها، نمونه‌برداری، آماده‌سازی نمونه، اصطلاحات و تعاریف، روش‌های پایه، اتلاف جرم در اثر حرارت و گزارش نتایج قابل کاربرد برای استانداردهای زیر است که برای تجزیه شیمیایی محصولات دیرگذا و مواد خام از طریق روش‌های شیمی تر، طیف سنجی جذب اتمی و طیف سنجی جذب اتمی - پلاسمای جفت شده القایی استفاده می‌شود.

ISO 10058-1, ISO 10058-2 and ISO 10058-3 ;

ISO 20565-1, ISO 20565-2 and ISO 20565-3 ;

ISO 21079-1, ISO 21079-2 and ISO 21079-3 ;

ISO 21587-1, ISO 21587-2 and ISO 21587-3.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 31-0, Quantities and units — Part 0: General principles

2-2 ISO 836, Terminology for refractories

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۰۱۶: سال ۱۳۹۷، دیرگذاها- واژه نامه، با استفاده از استاندارد 2001 ISO 836: 2001 تدوین شده است.

2-3 ISO 3310-1, Test sieves — Technical requirements and testing — Part 1: Test sieves of metal wire cloth

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۵۰۰۲-۱: سال ۱۳۹۵، الک‌های آزمون - الزامات فنی و آزمون - قسمت ۱- الک‌های آزمون با تور سیمی فلزی، با استفاده از استاندارد ISO 3310-1: 2016 تدوین شده است.

2-4 ISO 5022, Shaped refractory products — Sampling and acceptance testing

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۹۲۱: سال ۱۳۸۷، دیرگذازه‌ها- فراورده های شکل دار -نمونه برداری و آزمون پذیرش، با استفاده از استاندارد ISO 5022: 1979 تدوین شده است.

2-5 ISO 6286, Molecular absorption spectrometry — Vocabulary — General — Apparatus

2-6 ISO 6353-1: 1982, Reagents for chemical analysis — Part 1: General test methods

2-7 ISO 6353-2, Reagents for chemical analysis — Part 2: Specifications — First series

2-8 ISO 6353- 3, Reagents for chemical analysis — Part 3: Specifications — Second series

2-9 ISO 6955, Analytical spectroscopic methods — Flame emission, atomic absorption, and atomic fluorescence — Vocabulary

2-10 ISO 8656-1, Refractory products — Sampling of raw materials and unshaped products — Part 1: Sampling Scheme

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۴۲۴۰: سال ۱۳۹۰، فراورده های دیر گداز-نمونه برداری از مواد خام و فراورده های بی شکل - قسمت ۱- طرح نمونه برداری، با استفاده از استاندارد ISO 8656-1: 1988 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ISO 836 اصطلاحات با تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

دیرگذازه‌های بی‌شکل خشک

dry unshaped refractories

ذرات و/ یا پودر دیرگذازه‌های بی‌شکل بدون مایع (ملات و مخلوطی از سنگدانه دیرگداز و قیر قطران یا رزین)

۲-۳

دیرگذازه‌های بی‌شکل تر

wet unshaped refractories

ذرات و/ یا پودر دیرگذازه‌های بی‌شکل با مایع (ملات و مخلوطی از سنگدانه دیرگداز و قیر قطران یا رزین)

۳-۳

دیرگذازه‌های آلومینا- زیرکونیا- سیلیکا

Alumina- zirconia- silica refractories

دیرگذازه‌هایی که در آن آلومینیوم اکسید (٪ ۱ تا ٪ ۸۰ جرمی)، زیرکونیوم اکسید (شامل هافنیوم اکسید) (٪ ۵ تا ٪ ۵۰ جرمی) و سیلیکون (IV) اکسید (٪ ۰٫۱ تا ٪ ۴۵ جرمی) به عنوان اجزای شیمیایی استفاده می‌شود.

۴ وسایل

از وسایل استاندارد آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر استفاده می‌شود:

۱-۴ طیف نورسنج

۱-۱-۴ طیف نورسنج جذب اتمی (AA)، مطابق با الزامات استاندارد ISO 6955. دستگاهی که بتواند با استفاده از شعله دی‌نیتروژن اکسید/ استیلن برای اندازه‌گیری آلومینیوم اکسید و کلسیم اکسید استفاده شود، مناسب است.

۲-۱-۴ طیف نورسنج نشر شعله‌ای، شامل یک دستگاه نشر شعله‌ای تک پایه^۱ یا یک طیف سنج جذب اتمی استفاده شده در حالت نشری

۳-۱-۴ طیف سنج نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AE)^۲

۴-۱-۴ طیف سنج جذب مولکولی، مطابق با الزامات استاندارد ISO 6286

۵-۱-۴ نورسنج، با سل ۱ cm

۲-۴ گرم‌کن

۱-۲-۴ مشعل، مانند مشعل مکر^۳ یا مشعل بونزن^۴

۲-۲-۴ کوره مافل الکتریکی، مناسب برای استفاده در دماهای بالاتر از ۱۱۵۰ °C

۳-۲-۴ حمام ماسه، متشکل از یک صفحه آهنی گرم شده با مشعل یا گرم شده به طریق الکتریکی همراه با ماسه که می‌تواند تا دمایی گرم شود که در آن دما دود سفید سولفوریک اسید متصاعد می‌شود.

۴-۲-۴ حمام بخار، از نوع الکتریکی یا مشعل که بتوان آن را در دمای مناسب کنترل کرد.

۳-۴ وسیله‌ها

۱-۳-۴ ترازوی الکترونیکی تجزیه‌ای، با قابلیت خوانش با تقریب ۰٫۱ mg

1- Stand-alone

2- Inductively Coupled Plasma Atomic Emission (ICP-AE)

3- Mecker

4- Bunsen

۲-۳-۴ هم‌زن مغناطیسی، متشکل از یک سیستم هم‌زن با استفاده از میله چرخنده مغناطیسی روکش دار با رزین اتیلن-۴-فلوئورید

۳-۳-۴ کاغذ صافی، بدون خاکستر با اندازه روزنه متوسط

۴-۳-۴ ستون رزین تبادلی کاتیونی، شامل پشم پلاستیکی (۱۰ mm) انباشته شده در لوله پلاستیکی (به قطر ۱۲ mm × ۲۰۰ mm) با قیف متصل در قسمت بالایی و یک خروجی شوینده نوک تیز در قسمت انتهایی

۱۸ ml دوغاب رزین تبادلی کاتیونی اسیدی قوی منبسط شده با آب [دی‌وینیل بنزن ۸٪ (DVB)، ۷۵ μm تا ۱۵۰ μm] را درون ستون بریزید. نرخ جریان را با انباشته کردن پشم پلاستیکی روی ۱/۰ ml تا ۱/۵ ml در هر دقیقه تنظیم کنید. ستون را با هیدروکلریک اسید (۱۲۰ ml با نسبت ۱ به ۲) و آب (۷۰ ml) بشوید. مثالی از ستون معمول در شکل ۱ نشان داده شده است.

۴-۴ ابزار پلاتینی

وسایل پلاتینی ممکن است از جنس پلاتین یا آلیاژ پلاتین باشند.

۱-۴-۴ بوته پلاتینی، با حجم ۲۰ ml یا ۳۰ ml

۲-۴-۴ ظرف پلاتینی، با قطرهای کف و دیواره تقریباً یکسان و ارتفاع تقریباً نصف قطر. عموماً حجم ۷۵ ml یا ۱۵۰ ml استفاده می‌شود.

۵-۴ ظروف شیشه‌ای

۱-۵-۴ بورت، با مقیاس ۰/۱ ml و حداکثر حجم ۵۰ ml

۲-۵-۴ بالن مخروطی، با قابلیت نگهداری حجم ۵۰۰ ml و ۱ l

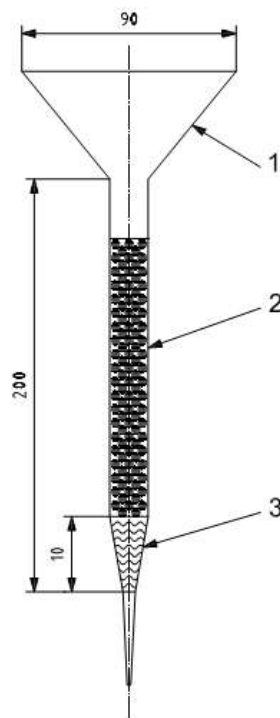
۳-۵-۴ دسیکاتور، حاوی سیلیکاژل خشک شده به‌عنوان عامل خشک‌کننده

۴-۵-۴ بالن ارلن مایر، با قابلیت نگهداری حجم ۵۰۰ ml

۵-۵-۴ بشر شیشه‌ای، با گستره حجم مناسب (۱۰۰ ml، ۲۰۰ ml، ۳۰۰ ml، ۴۰۰ ml، ۵۰۰ ml و غیره)

۶-۵-۴ پی‌پت تک‌نشانه، مناسب برای انتقال هر محلول نمونه یا محلول استاندارد

ابعاد برحسب میلی‌متر



راهنما:

۱ کیف پلی‌پروپیلن ۲ رزین تبادل کاتیونی ۳ پشم پلی پروپیلن

شکل ۱- مثالی از ستون رزین تبادل کاتیونی

۷-۵-۴ رفلکس سرفولادی، متشکل از یک کیف با پایه بلند با قابلیت خم شدن به گونه‌ای که انتهای آن با دیواره داخلی یک بالن تماس پیدا کند (به شکل ۲ مراجعه شود).

۸-۵-۴ کیف جداکننده، ۲۵۰ ml و ۵۰۰ ml با درپوش

۹-۵-۴ بالن حجم‌سنجی، از جنس ظروف شیشه‌ای (۱۰۰ ml، ۲۵۰ ml، ۵۰۰ ml، ۱۰۰۰ ml و غیره) مناسب برای هر محلول

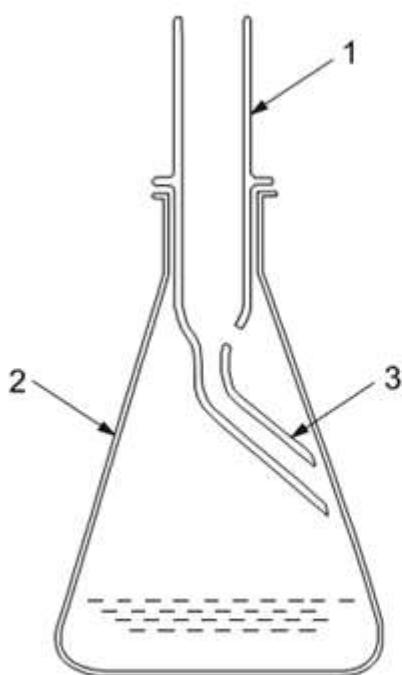
۱۰-۵-۴ پی‌پت حجم‌سنجی، با ظرفیت ۵ ml

۱۱-۵-۴ شیشه ساعت، با قطر ۷۵ mm

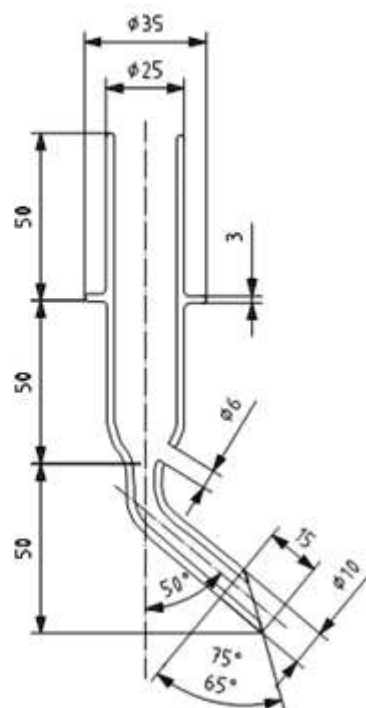
۶-۴ وسایل چینی

۱-۶-۴ تشتک چینی^۱، با قطر ۱۲۵ mm

۲-۶-۴ بوته چینی، با قابلیت نگهداری حجم ۱۵ ml



ب- تنظیمات سر فولادی



الف- سر فولادی

راهنما:

۱ سر فولادی ۲ بالن ارلن مایر ۳ سر که با دیواره داخلی در تماس است.

شکل ۲- سر فولادی برای رفلکس

۷-۴ وسایل پلاستیکی

۱-۷-۴ بشر پلاستیکی، با ظرفیت ۱۰۰ ml

۴-۷-۲ بشر پلی اتیلن تترافلوئورید، با ظرفیت ۲۰۰ ml. بشر را به مدت حداقل ۲ ساعت در نیتریک اسید گرم کرده و با آب بشوید.

یادآوری- به جای بشر پلی اتیلن تترافلوئورید از یک ظرف پلاتینی ۱۵۰ ml می توانید استفاده کنید.

۴-۷-۳ **بالن حجم سنجی**، از جنس پلاستیک، مناسب برای هر محلول و کالیبره شده به یکی از دو صورت زیر:

الف) یک بالن پلاستیکی را کاملاً شسته، وارونه کنید و بگذارید بماند تا به صورت طبیعی خشک شود؛

ب) یک بالن پلاستیکی را با آب، اتانول و دی اتیل اتر شسته و با دمیدن هوا به درون آن خشک کنید.

۲۰ درجه بندی از یک ورقه کاغذ شطرنجی (مربع های ۱ mm) را به صورت نوار برش داده و به خط نشانه بالن پلاستیکی بچسبانید به گونه ای که خط، منطبق بر خط مرکزی کاغذ باشد. بالن را با تقریب میلی گرم وزن کنید.

آب با دمای تقریبی دمای اتاق تا انتهای پایینی (B) نوار کاغذی افزوده و بالن را وزن کنید. سپس آب بیشتری تا انتهای بالایی (A) نوار اضافه کنید و بالن را وزن کنید. به صورت جداگانه، دمای آب بر حسب درجه سلسیوس، دمای اتاق بر حسب درجه سلسیوس و فشار هوا بر حسب کیلو پاسکال را اندازه گیری کرده و خط نشانه درست، S، تعداد درج بندی های شمرده شده از لبه پایینی (B) کاغذ شطرنجی را با استفاده از رابطه ۱ به دست آورید.

$$S = \frac{\left[\frac{1000000}{f} - (m + m') \right] - m_B}{\frac{m_A - m_B}{20}} \quad (1)$$

که در آن:

m_A جرم آب تا لبه بالایی (A) کاغذ شطرنجی بر حسب میلی گرم (به عبارتی جرم حاصل از توزین دوم منهای جرم بالن ارلن مایر)؛ [جرم آب از A تا B] $m_A = m_B +$

m_B جرم آب تا لبه پایینی (B) کاغذ شطرنجی بر حسب میلی گرم (به عبارتی جرم حاصل از توزین اول منهای جرم بالن ارلن مایر)؛

m مقدار تصحیح بر حسب میلی گرم در دمای اتاق °C ۲۰ و فشار هوا ۱۰۱۳۲۵ kPa (۷۶۰ mmHg)؛

m' مقدار تصحیح برحسب میلی گرم به دلیل انحراف از دمای اتاق 20°C و فشار هوا 101325 kPa (۷۶۰ mmHg)؛ این مقدار برابر 40 mg به ازای هر 1°C $\pm$ انحراف از دمای اتاق و $1/3\text{ mg}$ $\pm$ به ازای kPa $0.133 \pm$ (۱ mmHg) انحراف از فشار هوا است؛

f ثابت حاصل به دست آمده از فرمول زیر است:

$$f = \frac{100}{\text{ظرفیت نرمال بالن پلاستیکی کالیبره شده}}$$

خط جدید را روی نوار علامت گذاری کنید.

یادآوری - هنگامی که خط صحیح روی بالن نشان داده شود، نوار را می توانید بردارید.

۸-۴ وسایل متفرقه

۱-۸-۴ کوره مافل الکتریکی، باقابلیت کنترل دما تا حداقل 1100°C

۲-۸-۴ دسیکاتور

۳-۸-۴ pH متر، با الکترود شیشه ای

۵ مواد و/یا واکنشگرها

به غیر از موارد بیان شده، درحین تجزیه فقط از واکنشگرها با خلوص تجزیه ای مشخص و فقط از آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

توصیه می شود واکنشگرها در صورت مقتضی، مطابق با الزامات ISO 6353-1، ISO 6353-2 و ISO 6353-3 باشند. الزامات ویژه برای واکنشگرها در بند مربوطه ارائه شده است.

۱-۵ واکنشگرهای ذخیره

۱-۱-۵ استیک اسید، غلیظ، (ISO 6353-2, R1) با کسر جرمی حداقل ۹۹.۷٪

۲-۱-۵ محلول آلومینیوم کلرید، Al (۲۵ mg/ml)، $123/5\text{ g}$ آلومینیوم کلرید را در آب حل کرده و با آب به حجم ۱ ل برسانید.

۳-۱-۵ محلول آلومینیوم اکسید، Al_2O_3 با غلظت 10 mg/ml ، $5/3\text{ g}$ آلومینیوم (با کسر جرمی حداقل ۹۹.۹٪) را در یک بشر 300 ml وزن کرده و یک شیشه ساعت روی بشر بگذارید. سپس 250 ml هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۱) افزوده و روی حمام بخار گرم کنید تا حل شود. شیشه ساعت را برداشته

و تا حجم ۳۰ ml تبخیر کنید تا هیدروکلریک اسید اضافی خارج شود. پس از خنک‌سازی، آب اضافه کرده و در یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰۰ ml با آب به حجم برسانید.

۴-۱-۵ محلول آمونیاک، غلیظ، (ISO 6353-2, R1) با کسر جرمی حداقل ۲۵٪

۵-۱-۵ محلول آمونیاک (با نسبت ۱:۱)، یک حجم محلول آمونیاک (غلیظ) را به یک حجم آب اضافه کنید.

۶-۱-۵ محلول آمونیاک (با نسبت ۱:۹)، یک حجم محلول آمونیاک (غلیظ) را به ۹ حجم آب اضافه کنید.

۷-۱-۵ محلول بافر آمونیوم استات، ۱۲۰ ml استیک اسید را به ۵۰۰ ml آب اضافه کرده، سپس با ۷۴ ml محلول آمونیاک (غلیظ) (زیربند ۴-۱-۵) تا حجم ۱ l رقیق کنید.

۸-۱-۵ محلول آمونیوم استات، با غلظت ۱۰۰ g/l، ۱۰۰ g آمونیوم استات را در آب حل کرده و تا حجم ۱ l رقیق کنید.

۹-۱-۵ محلول آمونیوم استات، با غلظت ۲۰۰ g/l، ۲۰۰ g آمونیوم استات را در آب حل کرده و تا حجم ۱ l رقیق کنید.

۱۰-۱-۵ آمونیوم کلرید

۱۱-۱-۵ محلول آمونیوم کلرید، با غلظت ۲۰ g/l، ۱۰ g آمونیوم کلرید را در ۵۰۰ ml آب حل کرده، یک قطره محلول متیل رد افزوده و محلول آمونیاک (۱ به ۹) (زیربند ۵-۱-۶) را قطره قطره اضافه کنید تا رنگ محلول زرد شود. اگر رنگ محلول به دلیل گرمایش دوباره قرمز شد، محلول آمونیاک (۱ به ۹) بریزید.

۱۲-۱-۵ محلول آمونیوم سرب نیترات، با غلظت ۱۰ g/l، ۵ g آمونیوم سرب نیترات را در حدود ۲۰۰ ml آب حل کنید. ۷ ml سولفوریک اسید با احتیاط افزوده، خنک کرده و با آب تا حجم ۵۰۰ ml رقیق کرده و مخلوط کنید.

۱۳-۱-۵ محلول آمونیوم مولیبدات، با غلظت ۱۰۰ g/l، ۱۰ g آمونیوم مولیبدات ۴ آبه را در ۱۰۰ ml آب حل کرده و در صورت لزوم صاف کنید. سپس در یک بطری پلاستیکی ذخیره کنید. محلول را بعد از ۴ هفته دوربریزید.

۱۴-۱-۵ محلول آمونیوم مولیبدات، با غلظت ۸۰ g/l، ۴۰ g آمونیوم مولیبدات ۴ آبه را در ۵۰۰ ml آب حل کرده و در صورت لزوم صاف کنید. سپس در یک بطری پلاستیکی ذخیره کنید. محلول را بعد از ۴ هفته دوربریزید. در صورت مشاهده هرگونه رسوب مولیبدیک اسید قابل مشاهده، زودتر از ۴ هفته دوربریزید.

۱۵-۱-۵ محلول آمونیوم مولیبدات، با غلظت ۲۰ g/l، ۲ g آمونیوم مولیبدات ۴ آبه را در ۲۰ ml آب داغ حل کرده، در صورت لزوم صاف کنید و با افزودن ۶۰ ml سولفوریک اسید (با نسبت ۱:۱) و آب تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید.

۱۶-۱-۵ محلول (+) L-آسکوربیک اسید، با غلظت ۱۰۰ g/l، ۱۰ g (+) L-آسکوربیک اسید را در آب حل کرده و تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید. این محلول باید در جای تاریک و در دمای پایین نگهداری شود. محلول را بعد از ۲ هفته دور بریزید.

۱۷-۱-۵ بوریک اسید، H_3BO_3

۱۸-۱-۵ محلول بوریک اسید، با غلظت ۴۰ g/l، ۴۰ g بوریک اسید را در آب حل کرده و تا حجم ۱۱۰ ml رقیق کنید.

۱۹-۱-۵ محلول بافر، با pH برابر ۱۰، ۷۰ g آمونیوم کلرید را در ۵۷۰ ml محلول آمونیاک غلیظ (زیربند ۴-۱-۵) حل کرده و با آب تا حجم ۱۰۰۰ ml رقیق کنید.

۲۰-۱-۵ کلروفرم، (ISO 635302, R7) با کسر جرمی حداقل ۹۹ %

۲۱-۱-۵ محلول کروم (III) اکسید، Cr_2O_3 ، با غلظت ۱۰ mg/ml، ۶/۸ g کروم (با کسر جرمی حداقل بالای ۹۹/۹ %) را در یک بشر ۳۰۰ ml وزن کرده و یک شیشه ساعت روی بشر بگذارید. سپس ۲۵۰ ml هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۱) افزوده و روی حمام بخار گرم کنید تا حل شود. شیشه ساعت را برداشته و تا باقی ماندن حجم ۳۰ ml تبخیر کنید تا هیدروکلریک اسید اضافی خارج شود. سپس محلول را خنک کرده و به یک بالن حجم سنجی ۱۰۰۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه به حجم برسانید.

۲۲-۱-۵ کاپفرون^۱، با غلظت ۶۰ g/l، ۶ g کاپفرون را در ۱۰۰ ml آب حل کرده و در صورت لزوم صاف کنید. این محلول را به هنگام نیاز به صورت تازه تهیه کنید. واکنشگر جامد را در یک بطری دربسته محکم در حضور یک تکه آمونیوم کربنات به منظور جلوگیری از تجزیه شدن، نگهداری کنید.

۲۳-۱-۵ محلول CyDTA، با غلظت ۸ g/l، ۴/۶ ml سدیم هیدروکسید با غلظت ۱۰۰ g/l را به ۲ g سیکلو هگزان دی آمین تترااستات هیدرات افزوده و با گرمایش حل کنید. پس از خنک سازی، با آب تا حجم ۲۵۰ ml رقیق کنید.

۲۴-۱-۵ محلول دی آنتی پیریل متان (DAM)، با غلظت ۱۰ g/l، ۱ g دی آنتی پیریل متان تک آبه را در ۳۰ ml هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۵۰) حل کرده و با آب تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید.

۲۵-۱-۵ دی اتیل اتر

۲۶-۱-۵ محلول دی فنیل کاربازید، با غلظت ۱۰ g/l، ۰/۱ g دی فنیل کربازید را در ۱۰ ml استون حل کنید. ضروری است که این محلول را بلافاصله پیش از استفاده تهیه کنید.

۲۷-۱-۵ شوینده A، هیدروفلوئوریک اسید با غلظت ۰/۸ mol/l و بوریک اسید با غلظت ۰/۶۵ mol/l، ۴۰ g بوریک اسید را در ۹۶۰ ml آب حل کرده، محلول را درون یک ظرف پلاستیکی (با ظرفیت ۱ l) ریخته و ۳۵ ml هیدروفلوئوریک اسید (با کسر جرمی حداقل ۴۶٪) اضافه کنید. سپس با تکان دادن مخلوط کنید.

۲۸-۱-۵ شوینده B، ۹۹۵ ml آب و ۵ ml هیدروفلوئوریک اسید (با کسر جرمی حداقل ۴۶٪) را در یک ظرف پلاستیکی با اندازه مناسب ترکیب کرده و با تکان دادن مخلوط کنید.

۲۹-۱-۵ خمیر کاغذ صافی، پودری

۳۰-۱-۵ اتانول، با کسر جرمی حداقل ۹۵٪

۳۱-۱-۵ مخلوط ذوب، سدیم کربنات بدون آب و پتاسیم کربنات بدون آب را در نسبت‌های یکسان مولی با هم مخلوط کنید.

۳۲-۱-۵ هگزامتیلن تترامین (هگزامین)

۳۳-۱-۵ محلول هیدرازینیم دی کلرید، با غلظت ۱۵۰ g/l، ۱۵ g هیدرازین دی کلرید را در آب حل کرده و تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید.

۳۴-۱-۵ هیدروکلریک اسید غلیظ، (ISO 6353-3, R 13) با کسر جرمی حداقل ۳۵٪

۳۵-۱-۵ هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۱)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (زیربند ۳۴-۱-۵) را به یک حجم آب اضافه کنید.

۳۶-۱-۵ هیدروکلریک اسید (با نسبت ۲:۱)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (زیربند ۳۴-۱-۵) را به ۲ حجم آب اضافه کنید.

۳۷-۱-۵ هیدروکلریک اسید (با نسبت ۳:۱)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (زیربند ۳۴-۱-۵) را به ۳ حجم آب اضافه کنید.

۳۸-۱-۵ هیدروکلریک اسید (با نسبت ۴:۱)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (زیربند ۳۴-۱-۵) را به ۴ حجم آب اضافه کنید.

- ۳۹-۱-۵ هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۹)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۳۴) را به ۹ حجم آب اضافه کنید.
- ۴۰-۱-۵ هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۲۰)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۳۴) را به ۲۰ حجم آب اضافه کنید.
- ۴۱-۱-۵ هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۵۰)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۳۴) را به ۵۰ حجم آب اضافه کنید.
- ۴۲-۱-۵ هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۱۵۰)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۳۴) را به ۱۵۰ حجم آب اضافه کنید.
- ۴۳-۱-۵ هیدروفلوئوریک اسید (ISO 6353-3, R 67) با کسر جرمی حداقل ۴۰٪ تا ۴۸٪
- ۴۴-۱-۵ هیدروفلوئوریک اسید (با نسبت ۱:۹)، یک حجم هیدروفلوئوریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۴۳) را به ۹ حجم آب اضافه کنید. این محلول را در یک ظرف پلاستیکی نگهداری کنید.
- ۴۵-۱-۵ محلول هیدروژن پروکسید، با کسر جرمی حداقل ۳۰٪
- ۴۶-۱-۵ محلول هیدروژن پروکسید، با کسر جرمی حداقل ۶٪
- ۴۷-۱-۵ محلول هیدروکسی آمونیوم کلرید، با غلظت ۱۰۰ g/l، ۱۰ g هیدروکسی آمونیوم کلرید را در آب گرم حل کرده، در صورت لزوم صاف کنید، سپس خنک کرده و تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید.
- ۴۸-۱-۵ محلول آهن (III) اکسید، Fe_2O_3 ، با غلظت ۱۰ mg/ml، ۷/۰ g آهن (با کسر جرمی حداقل ۹۹/۹٪) را در یک بشر ۳۰۰ ml وزن کرده و یک شیشه ساعت روی بشر بگذارید. سپس ۲۵۰ ml هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۱) افزوده و روی حمام بخار گرم کنید تا حل شود. شیشه ساعت را برداشته و تا باقی ماندن حجم ۳۰ ml تبخیر کنید تا هیدروکلریک اسید اضافی خارج شود. پس از خنک سازی به یک بالن حجم سنجی ۱۰۰۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه به حجم برسانید.
- ۴۹-۱-۵ محلول آهن (III) کلرید، ۱ g آهن (III) کلرید ۶ آبه را در ۱۰۰ ml هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱ به ۵۰) (زیربند ۵-۱-۳۹) حل کنید.
- ۵۰-۱-۵ محلول لانتان، با غلظت ۵۰ g/l، ۵۰ g لانتان (III) اکسید را درون یک بشر ۱۰۰۰ ml وزن کنید. ۲۰۰ ml هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۱) را با دقت افزوده و در حال گرم کردن حل کنید. سپس با آب تا حجم ۱۰۰۰ ml رقیق کنید. در صورتی که واکنش در اثر افزودن هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۱) خیلی شدید است، بشر را درون آب در جریان بگذارید تا خنک شود.

۵۱-۱-۵ محلول منیزیم اکسید، MgO، با غلظت ۱۰ mg/ml، ۶ g فلز منیزیم (با کسر جرمی حداقل ۹۹/۹٪ و کسر جرمی سیلیسیم کمتر از ۰/۰۰۱٪) را وزن کرده، به یک بشر ۵۰۰ ml منتقل کرده و یک شیشه ساعت روی بشر بگذارید. سپس ۱۰۰ ml هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۱) افزوده و روی حمام بخار گرم کنید تا حل شود. پس از خنک‌سازی به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه به حجم برسانید.

۵۲-۱-۵ DL-ماندلیک اسید

۵۳-۱-۵ اسید مخلوط، سولفوریک اسید (با نسبت ۱:۱) و فسفریک اسید را با نسبت ۱ به ۱ با هم مخلوط کنید.

۵۴-۱-۵ نیتریک اسید، غلیظ، با کسر جرمی حداقل ۶۵٪

۵۵-۱-۵ نیتریک اسید (با نسبت ۱:۱)، یک حجم نیتریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۵۴) را به یک حجم آب اضافه کنید.

۵۶-۱-۵ نیتریک اسید (با نسبت ۱:۳)، یک حجم نیتریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۵۴) را به سه حجم آب اضافه کنید.

۵۷-۱-۵ نیتریک اسید (با نسبت ۱:۲۰)، یک حجم نیتریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۵۴) را به ۲۰ حجم آب اضافه کنید.

۵۸-۱-۵ ۲، ۲□، ۲□- نیتریلوتری اتانول، یک حجم ۲، ۲□، ۲□- نیتریلوتری اتانول را به یک حجم آب اضافه کنید.

۵۹-۱-۵ پرکلریک اسید، غلیظ، با کسر جرمی حداقل ۷۰٪

۶۰-۱-۵ محلول ۱، ۱۰- فنانترولین کلرید، با غلظت ۱ g/l، ۱ g از ۰/۱، ۱۰- فنانترولین کلرید تک آبه را در آب حل کرده، تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کرده و در جای تاریک و خنک نگهداری کنید. محلول را در صورتی که در مدت نگهداری رنگی شد، دور بریزید.

۶۱-۱-۵ محلول ۱، ۱۰- فنانترولین کلرید، با غلظت ۱۰ g/l، ۱ g از ۱، ۱۰- فنانترولین کلرید تک آبه را در ۱۰۰ ml آب حل کرده و در جای تاریک و خنک نگهداری کنید. محلول را در صورتی که در طول نگهداری رنگی شد، دور بریزید.

۶۲-۱-۵ اورتوفسفریک اسید، با کسر جرمی حداقل ۹۸٪

- ۶۳-۱-۵ فسفریک اسید غلیظ، با کسر جرمی حداقل ۸۵٪
- ۶۴-۱-۵ فسفریک اسید (با نسبت ۲:۳)، ۲ حجم فسفریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۶۳) را به سه حجم آب افزوده، سپس مخلوط کرده و بگذارید خنک شود.
- ۶۵-۱-۵ فسفریک اسید (با نسبت ۱:۹)، یک حجم فسفریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۶۳) را به نه حجم آب افزوده، سپس مخلوط کرده و بگذارید خنک شود.
- ۶۶-۱-۵ پلی اکریل آمید هیدرولیزشده به صورت جزئی، محلول آبی با غلظت ۲۰ g/l
- ۶۷-۱-۵ محلول پلی اتیلن اکسید، با غلظت ۲/۵ g/l، ۰/۵ پلی اتیلن اکسید را به ۲۰۰ ml آب به صورت آهسته و در حال هم زدن، ترجیحا روی یک همزن مغناطیسی اضافه کنید تا حل شود. این محلول را بعد از دو هفته دوربریزید.
- ۶۸-۱-۵ محلول پلی اتیلن اکسید، با غلظت ۰/۵ g/l، ۰/۱ پلی اتیلن اکسید را به ۲۰۰ ml آب به صورت آهسته و در حال هم زدن، ترجیحا روی یک همزن مغناطیسی اضافه کنید تا حل شود. این محلول را بعد از دو هفته دوربریزید.
- ۶۹-۱-۵ محلول پتاسیم هیدروکسید، با غلظت ۲۵۰ g/l، ۲۵۰ g پتاسیم هیدروکسید را در آب حل کرده، خنک کرده و تا حجم ۱ l رقیق کنید. این محلول را در بطری پلی اتیلنی نگهداری کنید.
- ۷۰-۱-۵ پتاسیم کلرید
- ۷۱-۱-۵ پتاسیم دی سولفات، خالص
- ۷۲-۱-۵ پتاسیم پریدات
- ۷۳-۱-۵ محلول پتاسیم پرمنگنات، با غلظت ۳ g/l، ۰/۶ پتاسیم پرمنگنات را در ۲۰۰ ml آب حل کنید. این محلول را در جای تاریک نگهداری کنید.
- ۷۴-۱-۵ محلول نقره نیتريت، با غلظت ۱۰ g/l، واکنشگر را در یک بطری قهوه‌ای نگهداری کنید.
- ۷۵-۱-۵ محلول سدیم آزید، با غلظت ۲۰ g/l، ۲ g سدیم آزید را در ۱۰۰ ml آب حل کرده و مخلوط کنید.
- ۷۶-۱-۵ سدیم کربنات، بدون آب

در بعضی انواع تجاری این عامل، مقدار کمی کلسیم اکسید وجود دارد. هنگام تعیین کلسیم اکسید با طیف سنجی نشر اتمی پلاسماي جفت شده القايي (ICP-AES) بهتر است از یک عامل خالص با کیفیت بالا استفاده شود.

۷۷-۱-۵ محلول سدیم دی اتیل دی تیوکربامات، با غلظت ۱۰۰ g/l، ۵ g سدیم دی اتیل دی تیوکربامات کاپرون را در ۵۰ ml آب حل کنید. در صورت لزوم صاف کنید. این محلول را هنگام نیاز به صورت تازه تهیه کنید.

۷۸-۱-۵ محلول سدیم دی فنیل آمین-۴-سولفونات، با غلظت ۲ g/l

۷۹-۱-۵ محلول سدیم هیدروکسید، با غلظت ۱۰۰ g/l، به منظور جلوگیری از واکنش شدید، ۲۰ g سدیم هیدروکسید را با احتیاط در حال هم زدن و خنک کردن در ۱۵۰ ml آب حل کنید. بعد از خنک سازی، تا حجم تقریباً ۲۰۰ ml رقیق کنید.

۸۰-۱-۵ محلول سدیم سولفید، با غلظت ۱۰۰ g/l، ۱ g سدیم سولفید ۹ آبه را در ۱۰ ml آب حل کنید. این محلول را هنگام نیاز به صورت تازه تهیه کنید.

۸۱-۱-۵ سولفوریک اسید، غلیظ، (ISO 6353-2 R 37) با کسر جرمی حداقل ۹۵٪

۸۲-۱-۵ محلول سولفوریک اسید (به نسبت ۱:۱)، ۲۰۰ ml سولفوریک اسید غلیظ (زیربند ۸۱-۱-۵) را با احتیاط و درحالی که هم می زنید، به ۲۰۰ ml آب در حالی که محلول را خنک می کنید، اضافه کنید.

۸۳-۱-۵ محلول سولفوریک اسید (به نسبت ۱:۳)، ۲۰۰ ml سولفوریک اسید غلیظ (زیربند ۸۱-۱-۵) را با احتیاط و درحالی که هم می زنید، به ۶۰۰ ml آب در حالی که محلول را خنک می کنید، اضافه کنید.

۸۴-۱-۵ محلول سولفوریک اسید (به نسبت ۱:۴)، ۵۰ ml سولفوریک اسید غلیظ (زیربند ۸۱-۱-۵) را با احتیاط و درحالی که هم می زنید، به ۲۰۰ ml آب در حالی که محلول را خنک می کنید، اضافه کنید.

۸۵-۱-۵ محلول سولفوریک اسید (به نسبت ۱:۵)، ۵۰ ml سولفوریک اسید غلیظ (زیربند ۸۱-۱-۵) را با احتیاط و درحالی که هم می زنید، به ۲۵۰ ml آب در حالی که محلول را خنک می کنید، اضافه کنید.

۸۶-۱-۵ محلول سولفوریک اسید (به نسبت ۱:۹)، ۲۰ ml سولفوریک اسید غلیظ (زیربند ۸۱-۱-۵) را با احتیاط و درحالی که هم می زنید، به ۱۸۰ ml آب در حالی که محلول را خنک می کنید، اضافه کنید.

۸۷-۱-۵ محلول سولفوریک اسید (به نسبت ۱:۱۵)، ۲۰ ml سولفوریک اسید غلیظ (زیربند ۸۱-۱-۵) را با احتیاط و درحالی که هم می زنید، به ۳۰۰ ml آب در حالی که محلول را خنک می کنید، اضافه کنید.

۵-۱-۸۸ محلول سولفوریک اسید (به نسبت ۱:۱۵۰)، ۵ ml سولفوریک اسید غلیظ (زیربند ۵-۱-۸۱) را با احتیاط و درحالی که هم می‌زنید، به ۷۵۰ ml آب در حالی که محلول را خنک می‌کنید، اضافه کنید.

۵-۱-۸۹ محلول L(+)-تارتاریک اسید، با غلظت ۱۰۰ g/l، ۱۰۰ g از L(+)-تارتاریک اسید را در آب حل کرده و تا حجم ۱ l رقیق کنید.

۵-۲ شناساگرها

۵-۲-۱ باریم دی‌فنیل آمین سولفونات

۵-۲-۲ آبی بروموفنول، با غلظت ۱ g/l، ۰/۴ g سدیم هیدروکسید را در ۱۰۰ ml آب حل کنید تا سدیم هیدروکسید با غلظت ۴ g/l تهیه شود. ۰/۱ آبی بروموفنول را با ۱/۵ ml محلول سدیم هیدروکسید (با غلظت ۴ g/l) بسایید، با آب تا حجم ۱۰۰ ml رقیق و مخلوط کنید.

۵-۲-۳ شناساگر کلسئین (الک شده)، ۳، ۳-بیس [N، N]-بیس (کربوکسیل متیل) آمینو متیل] فلوئورسین، ۰/۲ g کلسئین، ۰/۱۲ g تیمول فتالئین و ۲۰/۰ g پتاسیم کلرید را با ساییدن باهم مخلوط کنید.

۵-۲-۴ محلول اشباع ۴، ۴-دی‌نیتروفنول، ۱ g از ۴، ۴-دی‌نیتروفنول را در ۱۰۰ ml آب داغ حل کرده، خنک و صاف کنید.

۵-۲-۵ شناساگر دی‌تیزون، با غلظت ۰/۲۵ g/l، ۰/۱۲۵ g دی‌تیزون را در ۵۰ ml اتانول (با کسر جرمی ۹۵٪) حل کنید. محلول به مدت حداقل یک هفته نگه‌داشته می‌شود.

۵-۲-۶ محلول اریوکروم بلک T، با غلظت ۲ g/l، ۰/۲۰ g اریوکروم بلک T را در ۱۰۰ ml اتانول حل کرده و ۰/۵ g هیدروکسیل آمونیوم کلرید اضافه کنید. این محلول را دربطری شیشه‌ای سیاه دارای درپوش نگه‌داری کنید.

۵-۲-۷ محلول نارنجی متیل، با غلظت ۰/۵ g/l، ۰/۰۵ g نارنجی متیل را در ۱۰۰ ml آب داغ حل کرده، خنک و صاف کنید.

۵-۲-۸ شناساگر متیل تیمول آبی کمپلکسون، ۰/۲ g متیل تیمول آبی کمپلکسون و ۲۰ g پتاسیم نترات را با ساییدن با هم مخلوط کنید.

۹-۲-۵ محلول نارنجی متیل، با غلظت 0.4 g/l ، 0.1 g نارنجی متیل را در 50 ml اتانول (با کسر حجمی حداقل ۹۵٪) حل کرده و با آب مطابق زیربند ۴-۳-۵ استاندارد ISO 6353-1 تا حجم 250 ml رقیق کنید. این محلول را در بطری شیشه‌ای تیره نگهداری کنید.

۱۰-۲-۵ محلول قرمز متیل، با غلظت 0.1 g/l ، 25 mg پودر نرم قرمز متیل را در 0.95 ml محلول سدیم هیدروکسید (2 g/l) و 5 ml اتانول (با کسر جرمی ۹۵٪) گرم کرده و مطابق زیربند ۴-۳-۶ استاندارد ISO 6353-1 با آب تا حجم 250 ml رقیق کنید. این محلول را در بطری شیشه‌ای تیره نگهداری کنید.

۱۱-۲-۵ محلول p-نیتروفنول، با غلظت 2 g/l ، 0.2 g از p-نیتروفنول را در 100 ml آب حل کنید.

۱۲-۲-۵ شناساگر سولوکروم بلک 6B، (مانند اریوکروم بلو- بلک B)، 0.5 g سولوکروم بلک 6B را و 20 g سدیم کلرید را با ساییدن با هم مخلوط کنید.

۱۳-۲-۵ محلول نارنجی زایلنول، با غلظت 1 g/l ، 0.1 g زایلنول نارنجی را با آب حل کرده و تا حجم 100 ml اتانول رقیق کنید. این محلول را در جای تاریک و در یخچال نگهداری کنید. بعد از ۴ هفته محلول را دور بریزید.

۶ نمونه برداری

۱-۶ کلیات

یک نمونه آزمایشگاهی مطابق استاندارد ISO 5022 برای محصولات دیرگداز شکل دار و مطابق استاندارد ISO 8656-1 برای محصولات دیرگداز بی شکل و مواد خام یا با هر روشی مورد توافق طرفین ذی نفع بردارید.

۲-۶ آجر دیرگداز یا مواد خام آن

نمونه آزمایشگاهی حاصل از زیربند ۶-۱ را با عبور از الک 6.7 mm مطابق الزامات استاندارد ISO 3310-1 خرد کنید و با تقسیم کردن یا یک چهارم کردن کاهش دهید. نمونه کاهش یافته را با عبور از الک $300 \mu\text{m}$ مطابق با الزامات استاندارد ISO 3310-1 آسیاب کنید.

۳-۶ محصولات دیرگداز بی شکل

۱-۳-۶ محصولات دیرگداز بی شکل خشک

رویه‌های مشخص شده در زیربندهای ۶-۱ و ۶-۲ را انجام دهید.

۲-۳-۶ محصولات دیرگداز بی شکل تر

نمونه آزمایشگاهی حاصل از زیربند ۶-۱ را روی یک صفحه مقاوم به گرما که با نمونه واکنش نمی‌دهد (به عنوان مثال صفحه پلی اتیلن تترافلوئورید) پهن کنید تا ضخامت ۱۰ mm را شکل دهد. سپس به مدت حداقل ۱۰ ساعت در حمام هوا در دمای $5^{\circ}\text{C} \pm 110^{\circ}\text{C}$ خشک کنید. نمونه را به صورت شرح داده شده در زیربند ۶-۲ خرد کنید.

۴-۶ آماده سازی آزمایش

نمونه آماده شده با استفاده از روش کار شرح داده شده در زیربند ۶-۱ را با یک چهارم کردن تا جرم حدود ۱۰ کاهش دهید و نمونه را با عبور از الک $106\text{ }\mu\text{m}$ مطابق الزامات استاندارد ISO 3310-1 آسیاب کنید. این آزمایش برای تجزیه است.

نمونه را به یک ظرف (به عنوان مثال بطری توزین $30\text{ mm} \times 50\text{ mm}$) منتقل کرده، به صورت لایه ای نازک پهن کنید و به مدت حداقل ۲ h در یک آون با دمای $5^{\circ}\text{C} \pm 110^{\circ}\text{C}$ خشک کنید. سپس در یک دسیکاتور خنک و نگهداری کنید.

۷ جرم نمونه

مقدار مورد نیاز از نمونه برای هر تجزیه شیمیایی را با تقریب 0.1 mg وزن کنید.

۸ روش اجرایی اصلی

۸-۱ تعداد اندازه گیری ها

هر تجزیه شیمیایی را دوبار انجام دهید.

۸-۲ آزمون شاهد

در حین هر تجزیه شیمیایی، یک آزمون شاهد انجام دهید. نتیجه آزمون شاهد از مقدار حاصل از اندازه گیری در هر مورد کم می شود تا نتیجه آزمون به دست آید.

۹ اندازه گیری مقدار کاهش جرم در اثر حرارت (وزن سنجی)

۹-۱ اصول آزمون

یک نمونه تا رسیدن به جرم ثابت در دمای $25^{\circ}\text{C} \pm 1025^{\circ}\text{C}$ گرم می شود و کاهش یا افزایش جرم اندازه گیری می شود.

۲-۹ روش اجرایی

یک بوته پلاتینی یا چینی را با استفاده از کوره به مدت ۱۵ دقیقه تا دمای $1025^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ گرم کنید. سپس در یک دسیکاتور خنک کرده و با استفاده از ترازوی الکترونیکی با تقریب 0.1 mg وزن کنید. 1.0 g از نمونه خشک آماده شده مطابق زیربند ۶-۱ را به بوته منتقل کرده و بوته و نمونه را با تقریب 0.1 mg وزن کنید.

بوته را بدون سرپوش در کوره مافلی الکتریکی قرار داده و دما را تا $1025^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ بالا ببرید. به مدت ۳۰ دقیقه در این دما نگه داشته و سپس سرپوش بوته را گذاشته و بگذارید خنک شود. جرم بوته و نمونه مشتعل شده را با تقریب 0.1 mg وزن کنید. این کاهش جرم در اثر حرارت را در فواصل زمانی ۱۵ دقیقه تکرار کنید تا به جرم ثابت برسید.

۳-۹ محاسبه نتایج

کاهش جرم در اثر حرارت، LOI، را برحسب درصد جرمی با استفاده از رابطه ۲ محاسبه کنید.

$$LOI = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (2)$$

که در آن:

m_1 جرم بوته خالی برحسب گرم؛

m_2 جرم بوته و نمونه برحسب گرم؛

m_3 جرم بوته و نمونه مشتعل شده برحسب گرم.

یادآوری- در صورت مشاهده افزایش جرم در اثر حرارت، یک علامت منفی قبل از مقدار عددی اضافه کنید.

۱۰ بیان نتایج آزمون

نتایج آزمون را برحسب ترکیب درصد برپایه خشک محاسبه کرده و نتیجه را به صورت میانگین دو اندازه گیری مطابق استاندارد ISO 31-0 به صورت زیر بیان کنید:

الف- در صورتی که قسمت عدد صحیح درصد دورقمی است، نتیجه را تا دو رقم اعشار بیان کنید؛

ب- در صورتی که قسمت عدد صحیح درصد یک رقمی است، نتیجه را تا دو رقم اعشار بیان کنید.

۱۱ بررسی و پذیرش نتایج آزمون

در صورتی که اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون کمتر از حد خطای داده شده در جدول ۱ باشد، میانگین نتیجه آزمون را به عنوان نتیجه نهایی گزارش کنید.

در صورتی که اختلاف مطلق بین دو نتیجه نهایی معادل یا بزرگتر از حد خطای داده شده در جدول ۱ باشد، دو نمونه دیگر آزمون کنید. در صورتی که اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون معادل یا کمتر از مقادیر داده شده در جدول ۱ باشد، میانگین حسابی ۴ نتیجه آزمون را به عنوان مقدار نهایی گزارش کنید. در صورتی که گستره ۴ نتیجه آزمون از مقادیر داده شده در جدول ۱ بیشتر شود، میانه نتایج آزمون را به عنوان مقدار نهایی گزارش کنید.

جدول ۱- اختلاف مجاز در مقادیر آزمون

کسر جرمی %	جزء % جرمی													
	LOI	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO یا Cr ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	HfO ₂	ZrO ₂	P ₂ O ₅	B ₂ O ₃
زیر ۰٫۱	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۱	۰٫۰۱	۰٫۰۱	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۱	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۲
۰٫۲ □	۰٫۰۵	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۲	۰٫۰۲	۰٫۰۵	۰٫۰۵
۰٫۵ □	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۳	۰٫۰۳	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۳	۰٫۰۵	۰٫۰۵
۲ □	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۴	۰٫۰۴	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۰۵
۵ □	۰٫۱۰	۰٫۱۰	۰٫۱۰	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۱	۰٫۱۰	۰٫۱۰	۰٫۱۰	۰٫۱۰	۰٫۱۰	۰٫۱	۰٫۱۰	
۱۰ □	۰٫۲۰	۰٫۲۰	۰٫۲۰	۰٫۲۰	۰٫۲	۰٫۲	–	۰٫۲۰	۰٫۲۰	۰٫۲۰	۰٫۲۰	۰٫۲	–	

کسر جرمی %	جزء % جرمی													
	LOI	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO یا Cr ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	HfO ₂	ZrO ₂	P ₂ O ₅	B ₂ O ₃
□ ۲۰	۰٫۲	۰٫۲۰	۰٫۲	۰٫۲	–	۰٫۲	–	۰٫۲	۰٫۲۰	۰٫۲۰	۰٫۲	۰٫۲	–	
□ ۵۰	۰٫۲	۰٫۲۰	۰٫۲	۰٫۲	–	۰٫۴	–	۰٫۲	–	–	۰٫۴	۰٫۴	–	
بالای ۵۰	۰٫۲	۰٫۳	۰٫۳	–	–	–	–	۰٫۲	–	–	۰٫۲	–	–	

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد.

الف- هرگونه اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه مورد آزمون؛

ب- ارجاع به این استاندارد؛

پ- روش استفاده شده (تجزیه شیمیایی تر، ICP یا AAS) با ارجاع به قسمت مناسب سایر استانداردهای ارائه دهنده روش‌های آزمون یعنی استانداردهای ISO 10058-1، ISO 10058-2 و ISO 10058-3، ISO 20565-1، ISO 20565-2 و ISO 20565-3، ISO 21079-1، ISO 21079-2 و ISO 21079-3 و ISO 21587-1، ISO 21587-2 و ISO 21587-3؛

ت- نتایج آزمون شامل اندازه‌گیری‌های مجزا و مقادیر میانگین آنها، محاسبه شده به صورت مشخص شده در هر روش و بیان شده مطابق بند ۱۰؛

ث- هرگونه انحراف از روش تعیین شده؛

ج- هرگونه خصوصیات غیرمعمول مشاهده شده در طول آزمون؛

چ- تاریخ آزمون.