



**ISIRI**

7147

1 St- Edition

جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

استاندارد ملی ایران

7147

چاپ اول

سنگدانه – تعیین نمکهای کلریدی محلول در آب

روش آزمون

**Aggregate – Determination of water – soluble  
chloride salts Test method**

## « بسمه تعالی »

### آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد. تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود. پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره (5) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد. مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید. مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور 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 استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آنها اجباری نماید. همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

> نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج – شهر صنعتی، صندوق پستی 31585-163  
دفتر مرکزی : تهران – ضلع جنوبی میدان ونک، صندوق پستی 14155-6139  
( تلفن مؤسسه در کرج: 0261-2806031-8  
( تلفن مؤسسه در تهران: 021-8879461-5  
) دورنگار: کرج 0261-2808114 – تهران 8887103 - 8887080 – 021  
Π بخش فروش – تلفن: 0261-2807045 دورنگار: 0261-2807045  
: پیام نگار: [Standard @ isiri.or.ir](mailto:Standard@isiri.or.ir)  
× بهاء: 2875 ریال

> **Headquarters :** **Institute Of Standards And Industrial Research Of Iran**  
**P.O.Box:** 31585-163 **Karaj – IRAN**  
( **Tel:** 0098 261 2806031-8  
) **Fax:** 0098 261 2808114  
**Central Office :** **Southern corner of Vanak square, Tehran**  
**P.O.Box:** 14155-6139 **Tehran-IRAN**  
( **Tel:** 0098 21 8879461-5  
) **Fax:** 0098 21 8887080, 8887103  
: **Email:** **Standard @ isiri.or.ir**  
Ø **Price:** 2875 **RLS**

کمیسیون استاندارد سنگدانه - تعیین نمکهای کلریدی محلول در آب - روش آزمون

رئیس	سمت یا نمایندگی
نفیسی، غلامحسین (دکتری شیمی تجزیه)	دانشگاه تربیت معلم
<b>اعضاء</b>	
بشارتلو، نرجس (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	پژوهشکده توسعه صنایع شیمیائی ایران
زمانی، آرش (فوق لیسانس، مهندسی عمران - سازه)	مهندسان مشاور سازه
زینالی دانالو، میرعلی اصغر (فوق لیسانس مهندسی شیمی)	پژوهشکده توسعه صنایع شیمیائی ایران
قهری، هما (لیسانس شیمی)	کارشناس موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
کاظمیان، حسین (دکتری شیمی تجزیه)	سازمان انرژی اتمی
نظریها، مهرداد دکتری، عمران (هیدرولیک)	جهاددانشگاهی واحد صنعتی امیرکبیر
<b>دبیر</b>	
بهرامی آده، نرمین (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	پژوهشکده توسعه صنایع شیمیائی ایران

## پیشگفتار

استاندارد “ سنگدانه – تعیین نمکهای کلریدی محلول در آب – روش آزمون ” که به وسیله پژوهشکده توسعه صنایع شیمیائی ایران (جهاددانشگاهی) تهیه و تدوین شده و در هشتاد و هفتمین جلسه کمیته ملی استاندارد مورخ 82/10/7 مورد تأیید قرار گرفته است. اینک به استناد بند یک ماده 3 قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه 1371 بعنوان استاندارد ملی ایران منتشر می گردد. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم مورد تجدید نظر قرار خواهند گرفت و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوطه مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ملی ایران همواره باید از آخرین چاپ و تجدید نظر آنها استفاده نمود. در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه حتی المقدور بین این استاندارد و استانداردهای بین المللی و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود. برای تهیه این استاندارد از مراجع استفاده شده است.

1. BS 812 : Testing Aggregates, Part 117 : 1998 Methods for determination of Water-soluble chloride salts

فهرست مطالب..... صفحه

پیشگفتار..... ب

- 1 هدف و دامنه‌ی کاربرد.....1
- 2 مراجع الزامی.....1
- 3 اساس روش.....2
- 4 نمونه برداری.....2
- 5 وسایل و دستگاههای لازم.....3
- 6 مواد لازم.....4
- 7 استاندارد کردن محلول تیوسیانات.....6
- 8 آماده کردن نمونه.....6
- 9 روش آزمون.....7
- 10 محاسبه و ارایه نتایج.....9
- 11 دقت.....10
- 12 گزارش آزمون.....10
- 11 پیوست الف آزمون کیفی برای تشخیص وجود یونهای کلرید.....11
- 13 پیوست ب آزمونهای میدانی برای تعیین مقدار یونهای کلرید.....13
- 16 پیوست ج روش آزمون تعیین کلرید موجود در سنگدانه‌ها- استخراج با نیتریک اسید.....16
- 19 پیوست د شرح آزمون تعیین دقت روش اندازه گیری مقدار کلرید سنگدانه‌ها.....19

## سنگدانه - تعیین نمکهای کلریدی محلول در آب - روش آزمون

### 1 هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین کلرید موجود در سنگدانه است.

### 2 مراجع الزامی

مدارک زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع شده است. بدین ترتیب این مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و یا/تجدید نظر، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهدا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است :

2-1 BS 812 , 1984. Testing Aggregates

Part 102 Guid to Sampling and Testing aggregates.

2-2 BS 5781 Measurment and Calibration Systems.

Part 1. Specification for System Requirements.

2-3 BS 410 .Specification for Test Sieves.

2-4 BS 1797. Tables for Use in the Calibration of Volumetric Glassware.

## 2-5 BS 1881. Testing Concrete

Part 6\*: 1971. Analysis of Hardened Concrete

\* is under Revision and will be Replaced by BS 1881: Part 124.

## 2-6 BS 5497 Precision of Testing Methods.

Part 1: 1979 Guide for the Determination of Repeatability and Reproducibility for a Standard Test Method by Interlaboratory Tests.

## 2-7 BS 812 Testing Aggregates, Part 118: 1988 Methods for determination of sulfate

content

2-8\_ استاندارد ملی 1728 سال 1372 : آب مقطر آزمایشگاهی - ویژگیها و روشهای آزمون.

### 3 اساس روش

یونهای کلرید موجود در یک نمونه سنگدانه، با آب مقطر یا آب بدون یون استخراج می‌شوند. تجزیه‌ی محلول حاصل از استخراج، مبتنی بر روش ولهارد می‌باشد. در این روش، مقداری محلول نقره نیترات اضافی به محلول کلرید افزوده می‌شود و سپس نقره نیترات واکنش نداده در حضور معرف آمونیم آهن (III) سولفات با محلول استاندارد پتاسیم یا آمونیم تیوسیانات، به روش تیتراسیون برگشتی اندازه‌گیری می‌شود. مقدار کلرید محاسبه شده به عنوان یون کلرید موجود در سنگدانه گزارش می‌گردد.

### 4 نمونه برداری

نمونه مورد استفاده در این آزمون (نمونه آزمایشگاهی) می‌بایست بر اساس بند 2-1 تهیه شده باشد. در تمام مراحل آزمایش از اتلاف رطوبت، به جز از راه تبخیر، جلوگیری کنید تا رطوبت موجود در نمونه، معرف رطوبت ماده جامد باشد



یادآوری: کنترل رطوبت نمونه لازم است زیرا اگر سنگدانه‌ها دارای آب سطحی باشند، به طور طبیعی یونهای کلرید، هم در آب سطحی وهم در آب جذب شده، حل می‌شوند. در نتیجه نشت آب در مصالح فله‌ای، بر میزان کلرید تأثیر دارد.

5 وسایل و دستگاههای<sup>1</sup> لازم

1-5 وسایل و دستگاههای لازم برای آماده کردن آزمون و استخراج کلرید

1-1-5 آون با تهویه مناسب، برای کنترل دما در محدوده  $105 \pm 5$  درجه سلیسیوس.

2-1-5 ترازو، برای توزین تا 5 کیلوگرم با دقت 5 گرم، که باید به طور منظم براساس بند 2-2 تنظیم<sup>2</sup> شود.

3-1-5 الک آزمایشگاهی، با منافذ مربع شکل 20 میلی‌متری بر اساس بند 2-3.

4-1-5 هاون و دسته هاون، یا خرد کن مکانیکی مناسب.

یادآوری: زمانی که تمام سنگدانه‌ها از الک (طبق بند 3-1-5) عبور کنند، این وسیله لازم نیست.

5-1-5 دو بطری فلزی یا پلاستیکی، با دهانه گشاد و در پوش پیچی، ظرفیت بطری‌ها باید برای آزمایش سنگدانه‌های درشت 5 لیتر و برای آزمایش سنگدانه‌های ریز، 2 لیتر باشد.

6-1-5 دو عدد قیف، با قطر تقریباً 100 میلی‌متر، با کاغذ صافی از درجه متوسط (مانند واتمن شماره 40) متناسب با قطر قیف.

7-1-5 چند عدد بشر

2-5 وسایل لازم برای تعیین مقدار کلرید موجود در محلول استخراج شده (طبق بند 2-9)

1-2-5 پیپت، 100 میلی‌لیتری، درجه B از استاندارد بند 2-3.

- 2-2-5 چند عدد ارلن ماپر با درپوش، 250 میلی لیتری.
- 3-2-5 استوانه‌ی مدرج، 10 میلی لیتری، درجه B از استاندارد بند 2-3
- 4-2-5 بطری شستشو (بیست)، حاوی آب مقطر یا آب عاری از یون (طبق بند 2-8).
- 5-2-5 دو عدد بورت، 50 میلی لیتری، درجه B براساس استاندارد بند 2-3.
- 3-5 وسایل لازم برای استاندارد کردن محلول تیوسیانات (طبق بند 7)
- 1-3-5 پیپت، 25 میلی لیتری، درجه B براساس استاندارد بند 2-3
- 4-5 وسایل و دستگاههای لازم برای آماده کردن محلولهای مورد نیاز (طبق بند 6)
- 1-4-5 ترازو، برای اندازه گیری وزنه‌های تا 100 گرم با دقت 0/001 گرم. ترازو باید به طور منظم مطابق با استاندارد بند 2-2 تنظیم شود.
- 2-4-5 بالن حجمی، 1000 میلی لیتری دو عدد، درجه B براساس استاندارد بند 2-3.
- 3-4-5 بطری شیشه‌ای تیره رنگ، برای نگهداری محلول شناساگر.
- 4-4-5 بطری های شیشه‌ای دهان گشاد، برای نگهداری محلولهای شناساگر.
- 5-4-5 استوانه مدرج، 500 میلی لیتری، درجه B براساس استاندارد بند 2-3.
- 6-4-5 هود آزمایشگاهی.
- 6 مواد مورد نیاز
- 1-6 اصول کلی

یادآوری 1: در این استاندارد منظور از آب جهت محلول سازی یا شستشو، در همه بندها، آب مقطر یا آب عاری از یون می باشد و مواد بایستی با درجه خلوص تجزیه ای مورد استفاده قرار گیرند.

یادآوری 2: در مواردی که به محلولهای دقیقاً استاندارد شده نیاز باشد، بهتر است محلولهای استاندارد شده براساس دستورالعمل تولید کننده، تهیه گردند. با این وجود، معرف تیوسیانات می بایست به طور منظم طبق بند 5-7، استاندارد شود.

2-6 مواد لازم

1-2-6 محلول نقره نیترات، (غلظت 0/100 مولار)

حدود 20 گرم نقره نیترات را در دمای  $105 \pm 5$  درجه سلیسیوس به مدت 1 تا 2 ساعت خشک کنید، پس از سرد شدن 16/987 گرم از آن را در آب مقطر حل کنید و محلول را در یک بالن حجمی (طبق بند 2-4-5) تا 1000 میلی لیتر رقیق نمایید. محلول را به بطریهای تیره رنگ (طبق بند 3-4-5) منتقل و دور از نور مستقیم خورشید نگهداری کنید.

2-2-6 محلول تیوسیانات (غلظت  $\text{NH}_4\text{SCN}$  یا  $\text{KSCN}$  تقریباً 0/1 مولار)

مقدار 10/5 گرم پتاسیم تیوسیانات یا 8/5 گرم آمونیوم تیوسیانات را در آب مقطر حل کرده در یک بالن حجمی (طبق بند 5-2-4) تا 1000 میلی لیتر رقیق کنید.

3-2-6 نیتریک اسید (تقریباً 6 مولار)

100 میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ (70 درصد، 1/42 گرم در میلی لیتر) را با آب مقطر تا 250 میلی لیتر رقیق کنید، اسید رقیق شده را در محفظه هود (طبق بند 6-4-5) تا وقتی که بی رنگ شود، بجوشانید. محلول را قبل از ذخیره کردن سرد کنید.

4-2-6 4,5,3- تری متیل هگزان 1-آل

5-2-6 محلول شناساگر آمونیم آهن (III) سولفات

مقدار 50 گرم آمونیوم آهن (III) سولفات را به حدود 60 گرم آب اضافه کرده ضمن هم‌زدن گرم نمایید تا حل شود سپس 10 میلی‌لیتر نیتریک اسید 6 مولار (طبق بند 6-2-3) به آن اضافه کنید. بعد از سرد شدن محلول، آن را در بطری (طبق بند 4-4-5) ذخیره نمایید.

## 7 استاندارد کردن محلول تیوسیانات

1-7 25 میلی‌لیتر محلول نقره نیترات (طبق بند 7-2-1) را به ارلن مایر 250 میلی‌لیتری

(طبق بند 5-2-2) منتقل نموده به آن 5 میلی‌لیتر نیتریک اسید 6 مولار (طبق بند 6-2-3) و 1 میلی‌لیتر محلول شناساگر آمونیم آهن (III) سولفات (طبق بند 6-2-5) اضافه کنید.

2-7 محلول تیوسیانات (طبق بند 6-2-2) را بوسیله یک بورت (5 طبق بند 2-5) تا مشاهده اولین تغییر رنگ پایدار، از سفید شیری به قهوه‌ای کم‌رنگ، اضافه کنید.

3-7 حجم محلول تیوسیانات اضافه شده را یادداشت نمایید.

4-7 غلظت محلول تیوسیانات، T (بر حسب مولار)، را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$T = \frac{2/5}{V_1}$$

که در آن:

$V_1$  حجم تیوسیانات اضافه شده (بر حسب میلی‌لیتر).

5-7 محلول را هر هفته استاندارد کنید. اگر آزمایشها در فواصل زمانی طولانی‌تری انجام شود، محلول را قبل از استفاده استاندارد کنید.

## 8 آماده کردن آزمون

1-8 نمونه آزمایشگاهی رادردمای  $105 \pm 5$  درجه سلیسیوس برای حذف آب سطحی آن، خشک کنید.

2-8 مقدار نمونه آزمایشگاهی را بر اساس روش نمونه برداری بند 1-2، کاهش دهید، به نحوی که مقدار آن کمتر از جرم

داده شده متناسب با اندازه اسمی سنگدانه، مطابق جدول (1)، نباشد

جدول 1- حداقل جرم نمونه اولیه	
حداقل جرم نمونه kg	بیشترین اندازه اسمی سنگدانه mm
50	63
35	50
15	40
5	28 یا کمتر

3-8 نمونه‌ها را با الک (طبق بند 5-1-3) الک نمایید. نمونه‌های درشت‌تر را با آسیاب تا اندازه‌ی مناسب خرد کرده، الک

کنید. همه نمونه‌های الک شده را به خوبی مخلوط نمایید و با یک روش نمونه برداری مناسب، دو آزمونه‌ی حدود 2 کیلوگرمی

از سنگدانه‌های درشت یا دو آزمونه‌ی حدود 500 گرمی از سنگدانه‌های ریز تهیه نمایید. نمونه‌ها را در دمای  $105 \pm 5$  درجه

سلیسیوس خشک کنید تا به ماده‌ای خشک با جرم ثابت با دقت 0/1 درصد برسید.

9- روش آزمون

یادآوری: در پیوست الف یک آزمون کیفی و در پیوست ب روش سریعتری نسبت به آنچه در متن اصلی آمده، توضیح داده

شده است. برای کنترل اولیه، قبل از استفاده از آزمایشهای توصیف شده در متن اصلی که هر کدام ممکن است به شرایط

خاصی احتیاج داشته باشند، آزمایشهای موجود در پیوست ب توصیه می شود. از این آزمایشهای سریع می توان به طور منظم برای کنترل کیفیت استفاده کرد.

#### 1-9 تهیه محلولهای استخراج شده

1-1-9 برای سنگدانه های درشت، از دو بطری فلزی یا پلاستیکی با دهانه گشاد 5 لیتری و برای سنگدانه های ریز از دو بطری 2 لیتری (طبق بند 5-1-5) استفاده کنید. هر بطری را وزن کنید و جرم آن را با تقریب 5 گرم یادداشت نمایید.

2-1-9 آزمون هایی را که طبق بند 3-8 تهیه شده اند به بطری ها منتقل کنید، بطری ها را وزن کرده عدد حاصل را با تقریب 5 گرم یادداشت کنید. جرم سنگدانه های هر بطری را محاسبه کنید.

3-1-9 به هر بطری، مقداری آب مقطر معادل جرم آزمون اضافه کنید. درب بطری را محکم ببندید و به مدت حداقل 24 ساعت محتویات بطری را هر چند وقت یک بار با تکان دادن، مخلوط کنید.

یادآوری 1: از همزن مکانیکی پیوسته<sup>1</sup> یا دستگاه چرخاننده<sup>2</sup> که قابلیت استخراج با راندمان بیشتری دارد، می توان استفاده کرد.

یادآوری 2: برای بعضی از انواع سنگدانه ها، مانند سنگدانه های نواحی بیابانی داغ ممکن است تمام کلرید بعد از 24 ساعت استخراج نشود. در چنین مواردی، روش دیگری برای تعیین مقدار کلرید با استفاده از نیتریک اسید که در پیوست ج آمده است، مورد استفاده قرار می گیرد.

4-1-9 محلولهای استخراج شده را با کاغذ صافی خشک از درجه متوسط (5-1-6) در بشرهای خشک و تمیز صاف کنید تا حداقل 100 میلی لیتر محلول استخراج شده ی شفاف یا شیری کم رنگ، جمع آوری شود.

2-9 تعیین مقدار کلرید موجود در محلول های استخراج شده

---

۱- Cotinuous Mechanical Agitation

۲- Rolling Equipment

1-2-9 100 میلی لیتر از محلول صاف شده را به وسیله پمپ (طبق بند 5-2-1) بردارید و به یک ارلن مایر (طبق بند 5-2-2) منتقل کنید.

2-2-9 5 میلی لیتر نیتریک اسید را به محلول (طبق بند 9-2-1) بیافزایید سپس محلول نقره نیترات را، با بورت (طبق بند 5-2-5) تا رسوب کامل کلریدها، اضافه کنید. کمی نقره نیترات بیشتر، بریزید. این مقدار نقره نیترات اضافی، باید با حداقل 3 میلی لیتر محلول تیوسیانات تیترا شود.

یادآوری: وقتی سنگدانه‌های حاوی سولفید (نظیر سرباره‌ی کوره‌ها<sup>۳</sup>) آزمایش می‌شوند، پس از اضافه کردن نیتریک اسید و قبل از اضافه کردن نقره نیترات، محلول را به مدت 3 تا 5 دقیقه در محفظه‌ی هود (طبق بند 5-4-6) بجوشانید. بدین ترتیب احتمالاً رسوب سفیدی از گوگرد تشکیل می‌شود ولی نیازی به صاف کردن این رسوب نمی‌باشد. محلول را سرد کرده به آن محلول نقره نیترات (طبق بند 6-2-1) اضافه کنید.

3-2-9 حجم کلی محلول نقره نیترات اضافه شده ( $V_2$ ) را ثبت نمایید.

4-2-9 مقدار 2 میلی لیتر از 5,5,3- تری متیل هگزان 1-آل (طبق بند 6-2-4) را به ارلن مایر اضافه کرده دهانه ارلن را بسته آن را به شدت تکان دهید تا رسوب تشکیل شود.

5-2-9 در پوش ارلن مایر را با احتیاط باز کنید تا محلول بیرون نریزد سپس آن را با آب مقطر بشویید و آب حاصل را به محلول اضافه کنید.

6-2-9 به محلول مرحله‌ی قبل، 5 میلی لیتر محلول شناساگر آمونیم آهن (III) سولفات اضافه کنید. سپس آن را با محلول تیوسیانات موجود در بورت، تا مشاهده اولین تغییر رنگ از سفید شیری به قهوه‌ای کم رنگ تیترا کنید. شدت رنگ محلول حاصل، مشابه رنگی است که برای استاندارد کردن محلول تیوسیانات در بخش 7 توضیح داده شد.

7-2-9 حجم محلول تیوسیانات اضافه شده ( $V_3$ ) را ثبت کنید.

8-2-9 آزمایش را با محلول استخراج شده از آزمونه‌ی دوم تکرار کنید.

10 محاسبه و ارائه‌ی نتایج

1-10 غلظت یونهای کلرید،  $C$ ، موجود در محلول استخراج شده از آزمونه، که در آن نسبت سنگدانه خشک به آب 1 به 1

می باشد را بر حسب درصد جرمی سنگدانه‌ی خشک از معادله زیر محاسبه کنید:

$$C=0/003546(V_2 - 10 TV_3)$$

که در آن:

$V_2$ : عبارت است از حجم محلول نقره نیترات اضافه شده، بر حسب میلی لیتر.

$V_3$ : عبارت است از حجم محلول استاندارد تیوسیانات اضافه شده، بر حسب میلی لیتر.

$T$ : عبارت است از غلظت محلول استاندارد تیوسیانات بر حسب مولار.

2-10 میانگین دو مقدار اندازه‌گیری شده‌ی یون کلرید را با تقریب 0/01 درصد گزارش کنید و براساس درخواست، نتایج

آزمایش را با تعداد ارقام معنی‌دار بیشتری گزارش نمایید. برای مقادیر میانگین غلظت یون کلرید تا 0/15 درصد، اگر تفاوت

بین نتایج جداگانه بیش از 0/1 درصد باشد، آزمایش را با آزمونه‌های جدید تکرار کنید.

برای مقادیر متوسط یون کلرید بیش از 0/15 درصد، اگر تفاوت بین نتایج آزمایشها بیش از 0/2 درصد باشد، آزمایش را تکرار

کنید.

11 دقت

1-11 آزمایش دقت روی پنج سنگدانه در 10 آزمایشگاه انجام شده است. جزئیات این آزمایش و داده‌های آن در پیوست د

آمده است.

2-11 کاربرد داده‌های دقت در بخش پنج از استاندارد بند 2-1 توصیف شده است.

12 گزارش آزمون



در ارائه‌ی گزارش آزمون تعیین کلرید محلول در آب، ذکر شماره‌ی استاندارد مورد استفاده و وجود یا عدم وجود تأییدیه‌ی معتبر نمونه‌برداری ضروری است. در صورت وجود تأییدیه، رونوشت آن به گزارش پیوست شود.

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد: الف) کلیه مشخصات نمونه (شامل اندازه ذرات، نام و نوع منطقه نمونه‌برداری شده، مقدار نمونه برداشته شده و نتایج آزمونهای میدانی مربوط) ب) مقدار یون کلرید محلول در آب بر حسب درصد جرمی سنگدانه‌ی خشک.ج) نام و نام خانوادگی و امضاء آزمایش کننده.

## پیوست‌ها

### پیوست الف

#### آزمون کیفی برای تشخیص وجود یونهای کلرید

#### (اطلاعاتی)

الف-1 وسایل و معرفها

الف-1-1 ظرف پلاستیکی، 10 لیتری.

الف-1-2 بشر پلاستیکی.

الف-1-3 محلول نقره نیترات، (0/1 مولار)، همانطور که در بند 6-2-1 توصیف شد.

الف-1-4 نیتریک اسید، (تقریباً 6 مولار)، همانطور که در بند 6-2-3 توصیف شد.

الف-1-5 کاغذ صافی از درجه متوسط (مانند واتمن شماره 40).

الف-2 روش آزمون

الف-2-1 تقریباً 5 کیلوگرم سنگدانه‌ی درشت، یا 1 کیلوگرم سنگدانه‌ی ریز را در ظرف پلاستیکی (طبق بند الف-1-1)

قرار دهید و معادل آن آب مقطر یا آب بدون یون اضافه کنید. محتویات ظرف را به مدت 4 ساعت به طور متناوب تکان دهید.

اجازه دهید محلول بی حرکت شود. سپس مقداری از محلول شناور را به بشر پلاستیکی (طبق بند الف-1-2) سرریز کنید.

الف-2-2 در صورت لزوم، محلول را با کاغذ صافی (طبق بند الف-1-5) صاف کنید تا حدود 25 میلی لیتر محلول شفاف

جمع شود. محلول را با نیتریک اسید (طبق بند الف-1-4)، اسیدی کنید و حدود 5 قطره محلول نقره نیترات (طبق بند الف-

1-3) به آن اضافه کرده مدت 10 دقیقه صبر کنید.

یادآوری: اگر محلول استخراج شده برای اندازه‌گیری مقدار سولفات با روش توضیح داده شده در بخش 5 از مرجع بند 2-3 در دسترس باشد، روش توضیح داده شده در بند الف-2-1 را حذف کرده آزمون تشخیص حضور کلریدها (روش الف-2-2) را با 25 میلی‌لیتر از همان محلول انجام دهید.

الف-3 نتایج

اگر بعد از 10 دقیقه محلول کدر نشود، مقدار یون کلرید سنگدانه ناچیز است.

### پیوست ب

## آزمونهای میدانی برای تعیین مقدار یونهای کلرید

### (اطلاعاتی)

ب-1 وسایل، دستگاهها و معرفیها

ب-1-1 ظرف پلاستیکی، 10 لیتری.

ب-1-2 آب، (ترجیحاً عاری از یون کلرید)، اگر چنین آبی در دسترس نیست، می‌بایست میزان کلرید موجود در آب با روش توصیف شده در بند 2-9 تعیین شود.

ب-1-3 بشرهای پلاستیکی، 100 تا 250 میلی‌لیتری مناسب است.

ب-1-4 کاغذ صافی، از درجه متوسط (مانند واتمن شماره 40).

ب-1-5 ترازو، برای اندازه‌گیری وزنه‌های 10 کیلوگرم با دقت 50 گرم.

ب-1-6 کیت یا نوارهای آزمون کلرید

یادآوری: دو ماده تجاری مناسب عبارتند از:

(الف) نوارهای آزمون کوانتاب<sup>1</sup>، نوع 1175.

(ب) آزمایشگر هچ، کلرید P-7<sup>2</sup>

ب- 2 روش کار

مقدار 2 کیلوگرم از سنگدانه‌های ریز یا 4 کیلوگرم از سنگدانه‌های درشت (یا مخلوطی از ریز و درشت) را درون یک ظرف تمیز با وزن معلوم بریزید. 2 کیلوگرم آب<sup>3</sup> به ظرف اضافه کنید. محتویات ظرف را برای سنگدانه‌های ریز به مدت حداقل 15 دقیقه و برای سنگدانه‌های درشت یا مخلوط، حداقل 10 ساعت به طور متناوب تکان دهید.

یادآوری 1: آزمایش استخراج را برای سنگدانه‌های درشت یا مخلوط می‌توان به مدت 1 ساعت انجام داد.

به شرط این که رابطه‌ی بین مقدار کلرید استخراج شده در 1 و 10 ساعت مشخص و استفاده از آن مجاز باشد.

یادآوری 2: زمان‌های کوتاه‌تر استخراج ممکن است موجب کمتر شدن مقادیر کلرید بدست آمده نسبت به آزمایش استاندارد

شود. وقتی آزمون استخراج در مدت زمان لازم انجام شد، اجازه دهید سنگدانه‌ها بی حرکت شوند و مقداری از مایع شناور را به یک بشر منتقل کنید.

ب-2-2 اندازه‌گیری کلرید در محلول استخراج شده

ب-2-2-1 استفاده از نوار آزمون کوانتاب

کاغذ صافی (طبق بند ب-1-4) را به شکل مخروط تا بزنید و رأس آن را در مایع مورد آزمون قرار دهید. یک نوار آزمون را در محلول شفاف‌ی که در ته مخروط صافی جمع می‌شود، قرار دهید. همواره دستورالعمل‌های سازنده را در نظر داشته باشید. زمانیکه بالا رفتن محلول در نوار متوقف شد، ارتفاع ستون سفید را یادداشت کنید. عدد خوانده شده را با نمودار تنظیم نوار آزمون، مقایسه کنید، تا از همسانی شماره مرجع و شماره بطری نوار آزمون، اطمینان حاصل کنید. غلظت کلرید را بر حسب میلی‌گرم در لیتر یادداشت کنید.

ب-2-2-2 استفاده از آزمایشگر هچ (روش موهر)<sup>1</sup>

---

۱- Quantab(Miles Laboratories Stoke Poges , Bucks)

۲- Hatch Tester, Chloride  $\gamma$ -p(Camlab Ltd, Cambridge)

۳- در این استاندارد به دلیل اینکه محاسبات برحسب وزنی می‌باشد بنابراین مقدار آب نیز برحسب کیلوگرم بیان شده است.

۱- Mohr Method

دستورالعملهای سازنده را در نظر بگیرید. استوانه‌ی مدرج پلاستیکی را با مایع مورد آزمون پر کنید و محتویات آن را در بطری اختلاط بریزید، اگر مایع آزمون خیلی کدر باشد، بهتر است قبل از پر کردن استوانه‌ی مدرج، مقداری از مایع را صاف کنید. محتویات یک معرف «پیلوز<sup>1</sup>» را درون بطری اختلاط بریزید، وقتی که رنگ آن زرد شد، مقداری نقره نیترات را قطره قطره به محتویات بطری اضافه کنید و بعد از افزودن هر قطره، بطری را تکان دهید. این کار را تا زمانی که رنگ محتویات بطری به قهوه‌ای متمایل به قرمز تغییر کند، ادامه دهید. تعداد قطره‌های مورد نیاز برای این تغییر رنگ را یادداشت کنید. با ضرب کردن تعداد قطره‌ها در عدد 30، غلظت کلرید موجود در مایع مورد آزمون را بر حسب میلی گرم در لیتر محاسبه کنید.

یادآوری: با ضرب کردن تعداد قطره‌ها در عدد 50، غلظت بر حسب میلی گرم سدیم کلرید در هر لیتر به دست می‌آید.

ب-2-3 محاسبات

ب-2-3-1 در صورت لزوم، برای تصحیح، غلظت کلرید موجود در آب مصرفی را از مقدار به دست آمده کم کنید، به این ترتیب مقدار تصحیح شده‌ی غلظت کلرید بر حسب میلی گرم در لیتر، در محلول استخراج شده به دست می‌آید.

ب-2-3-2 سنگدانه‌های درشت یا مخلوطی از ریز و درشت (4 کیلوگرم نمونه)

میلی گرم یون کلرید در هر لیتر محلول استخراج شده

$$\text{درصد یون کلرید} = \frac{\text{میلی گرم یون کلرید}}{20000}$$

ب-2-3-3 سنگدانه‌های ریز (2 کیلوگرم نمونه)

$$\text{درصد یون کلرید} = \frac{\text{میلی گرم یون کلرید در هر لیتر محلول استخراج شده}}{10000}$$

اگر مقدار رطوبت موجود در سنگدانه معلوم باشد، با این فرض که این رطوبت، محلول استخراج شده را رقیق می‌کند می‌توان نتایج را بر اساس جرم خشک با ضرب کردن یک ضریب، اصلاح کرد.

اگر رطوبت (M) به صورت درصدی از جرم سنگدانه باشد، ضرایب تصحیح عبارتند از:

$$\text{الف- برای سنگدانه‌های درشت} \quad \frac{100+2M}{100-M}$$

$$\text{ب- برای سنگدانه‌های ریز} \quad \frac{100+M}{100-M}$$

## 1- Pillows Reagent\*

\* جهت دستیابی به اطلاعات بیشتر درباره این معرف به این سایت مراجعه شود:

<http://www.hach.com/reagents.htm>

## پیوست ج

روش آزمون تعیین کلرید موجود در سنگدانه‌ها - استخراج با نیتریک اسید

(کلرید این سنگدانه‌ها با آب قابل استخراج نیست.)

(اطلاعاتی)

### ج-1 مقدمه

آزمون تعیین مقدار کلرید محلول در آب، توصیف شده در این استاندارد، برای سنگدانه‌هایی مناسب است که کلرید موجود در آنها از تماس مستقیم یا غوطه‌وری در شورابه (مانند سنگدانه‌های کف دریا) ناشی می‌شود.

استفاده از نیتریک اسید در تعیین مقدار کلرید موجود در سنگدانه‌های ریز مناطق بیابانی، ممکن است به نتایج بهتری در مقایسه با روش استخراج با آب، منجر شود. این موضوع سبب می‌شود هنگام انطباق نتایج حاصل از سنگدانه‌های مورد آزمون با نتایج بدست آمده از آزمون بتن حاوی همان سنگدانه براساس بند 2.5، مشکلاتی به وجود آید. در چنین مواردی، برای تعیین مقدار کلرید، استفاده از روش زیر که در آن نیتریک اسید مورد استفاده قرار می‌گیرد، توصیه می‌شود.

### ج-2 دستگاهها و محلولهای شیمیائی

ج-2-1 الک، 20، 5، 1 میلی‌متری و 150 میکرومتری، بر اساس بند 2.5.

ج-2-2 ترازو، برای توزین تا 100 گرم با دقت 0/001 گرم، که باید به طور منظم بر اساس بند 2.5 تنظیم شود.

ج-2-3 بشر، 500 میلی‌لیتری.

ج-2-4 قیف، با قطر تقریباً 100 میلی‌متر به همراه کاغذ صافی باند درشت متناسب با اندازه‌ی قیف. (مانند واتمن شماره

ج-2-5 ارلن دردار، 250 میلی لیتری.

ج-2-6 بورت، 50 میلی لیتری، بر اساس بند 2-4.

ج-2-7 محلولهای شیمیایی، همانطور که در قسمت 6 توصیف شد.

ج-3 روش کار

نمونه‌ی سنگدانه را با استفاده از روش 3-6 بند 2-3 به اندازه‌ای خرد کنید که از الک 150 میکرومتر عبور کند.

مقدار  $5 \pm 0/005$  گرم از این نمونه‌ی آزمایشی را در بشر 500 میلی لیتری بریزید، با 50 میلی لیتر آب مقطر مخلوط کرده سپس 15 میلی لیتر نیتریک اسید به آن بیافزائید. تا نزدیکی جوشیدن گرم کرده به مدت 10 تا 15 دقیقه آن را گرم نگه دارید. محلول را با استفاده از یک کاغذ صافی زیر درون ارلن صاف کنید، نمونه را چند بار با آب داغ بشوئید. محلول زیر صافی را سرد کرده با استفاده از یک بورت، به اندازه‌ای محلول نقره نیترات اضافه کنید تا تمامی کلرید رسوب کند، سپس کمی نقره نیترات بیافزائید (طبق بند 2-9-2 را ببینید). کار را بر اساس روش‌های توصیف شده در بند 3-2-9 تا بند 7-2-9 را ادامه دهید.

ج-4 محاسبه و ارائه‌ی نتایج

ج-4-1 مقدار کلرید موجود در سنگدانه (C)، بر حسب درصدی از جرم سنگدانه خشک، از رابطه‌ی زیر محاسبه می‌شود:

$$C=0/07092(V_2-10TV_3)$$

که در آن:

$V_2$ : حجم محلول نقره نیترات اضافه شده، بر حسب میلی لیتر.

$V_3$ : حجم محلول استاندارد تیوسیانات اضافه شده، بر حسب میلی لیتر.

T: غلظت محلول استاندارد تیوسیانات، بر حسب مولار. ج-4-2 نتایج را همانند بند 2-10 بیان کنید.

پیوست د

## شرح آزمون تعیین دقت روش اندازه‌گیری مقدار کلرید سنگدانه‌ها

(محلول در آب)

(اطلاعاتی)

د-1 داده‌های دقیق درج شده در جدول (2) نتایج تعدادی آزمایش هستند که در سالهای

1984-1985 میلادی توسط 10 آزمایشگاه انجام شده است. روش آزمایش مشخص گردید و داده‌ها با اصول ذکر شده در بند

2\_6 تحلیل شد.

د-2 نمونه‌های رسیده بسته‌های<sup>1</sup> تقریباً 200 کیلوگرمی بودند. از هر نمونه اولیه، 20 نمونه آزمایشی با جرم 5 تا 10 کیلوگرم آماده گردید و به هر آزمایشگاه دو نمونه فرستاده شد. این آزمایشگاه‌ها، هر نمونه را به چهار قسمت تقسیم کردند. یک قسمت برای تعیین یون کلرید، یک قسمت برای تعیین سولفات محلول در آب و دو قسمت برای تعیین کل سولفات براساس روش بند 2\_3 به کار رفت.

جدول 2- داده‌های دقیق، تعیین کلرید محلول در آب

سنگدانه	n	$\bar{X}$	$r_1$	$R_1$	$R_2$	$\sqrt{V_r}$	$\sqrt{V_L}$	$\sqrt{V_s}$
سنگ‌آهک خاکستری کم رنگ 14 میلی‌متر (D)	8	0/0005	0/0005	0/0013	0/0015	0/0018	0/0043	0/0025
شیل زغال سنگ <sup>1</sup> 28 میلی‌متر (C)	8	0/0025	0/0009	0/0013	0/0016	0/0031	0/0034	0/0035
شن و ماسه کف دریا 14 میلی‌متر (B)	10	0/033	0/003	0/007	0/009	0/0012	0/0023	0/0019
مخلوط سنگ‌آهک خاکستری شکسته	10	0/046	0/003	0/010	0/011	0/0011	0/0034	0/0020

۱- Lots

۱- Colliery Shale



								همراه با شن و صدف خرد شده 5 میلی متر (E)
0/006	0/030	0/0006	0/086	0/084	0/002	0/058	7	سربره کوره 14 میلی متر (A)
<p>n: تعداد آزمایشگاه‌هایی است که نتایج آنها در محاسبه داده‌های دقیق آمده است.</p> <p><math>\bar{X}</math>: میانگین همه‌ی داده‌ها.</p> <p><math>T_1</math>: تکرارپذیری<sup>2</sup>، معیاری از تفاوت‌های اندازه‌گیری داخل آزمایشگاهی.</p> <p><math>R_2, R_1</math>: تجدیدپذیری<sup>3</sup>، معیاری از تفاوت‌های اندازه‌گیری بین آزمایشگاهی.</p> <p><math>V_{T1}</math>: انحراف‌های تکرارپذیری داخل آزمایشگاهی.</p> <p><math>V_L</math>: انحراف ناشی از تفاوت‌های بین آزمایشگاهی.</p> <p><math>V_S</math>: انحراف ناشی از خطاهای نمونه‌برداری.</p>								

د-3 روشهای تعیین داده‌های خارج از دامنه که در بند 2-6 آمده است، برای این داده‌ها مورد استفاده قرار گرفت.

خلاصه‌ای از این نتایج در جدول (3) ارائه شده است.

جدول 3- نتایج کنار گذاشته شده از محاسبات داده‌های دقت جدول (2)

دامنه بین نمونه‌ای <sup>4</sup>		دامنه بین نمونه‌ای <sup>5</sup>	میانگین آزمایشگاهی	سنگداز ه	آزمایش گاه
نمونه آزمایش گاهی 2	نمونه آزمایش گاهی 1				
			خارج از دامنه <sup>3</sup>	C	L <sub>1</sub>

۲- Repeatability

۳- Reproducibility

۱- Between- Test- Portion Range

۲- Between-Sample Range

۳- Quiltier

			خارج از دامنه	D	L <sub>1</sub>
	خارج از دامنه			C	L <sub>3</sub>
	خارج از دامنه			D	L <sub>3</sub>
خارج از دامنه	خارج از دامنه			A	L <sub>7</sub>
		کنار گذاشته شده (نمونه از دست رفته)		A	L <sub>9</sub>
	خارج از دامنه			A	L <sub>10</sub>
خارج از دامنه				B	L <sub>10</sub>

د-4 از آنجائی که مقادیر کمی از سنگدانه‌ها در این آزمون استفاده شده‌اند، تخمین  $V_s$  فقط تغییراتی را نشان می‌دهد که

ناشی از تقسیم نمونه‌های 100 تا 200 کیلوگرمی به نمونه‌های

آزمایشگاهی 5 تا 10 کیلوگرمی است. همچنین سهم تغییرات کاهش نمونه بر تخمین  $V_{II}$ ، تنها مربوط به تغییرات ناشی از

تقسیم نمونه‌های آزمایشگاهی 5 تا 10 کیلوگرمی به دو آزمون می‌باشد. در عمل، ممکن است مقادیر بزرگتری از  $V_s$  (و)

شاید  $(V_{I'})$  را که در این آزمون به دست می‌آید، انتظار داشته باشید.

د-5 مواد رسیده همان موادی است که در آزمون دقت بند 2-3 (آزمون سولفات) بکار رفته است، اما گستره‌ی مقدار

کلرید بدست آمده با این مواد با نتایج عملی یکسان نبود.

برای دست‌یابی به دقت، کار بیشتری نیاز است.

د-6 داده‌های دقیق از جدول (2) برای چهار ماده (سنگ آهک، شیل، ماسه و شن) در رابطه‌های زیر صدق می‌کند:

$$r_1 = 0/0007 + 0/060 \bar{X}$$

$$R_1 = 0/0010 + 0/191 \bar{X}$$

$$R_2 = 0/0013 + 0/224 \bar{X}$$

از این روابط می‌توان برای درون یابی مقادیر  $r_1$ ،  $R_1$  و  $R_2$  برای سطوحی از یون کلرید (درصد  $\bar{X}$ ) بین نتایجی که در جدول

(2) آمده، استفاده کرد. مقادیر  $R_1$  و  $R_2$  برای سربراهی کوره نسبت به مقادیری که از روابط بدست می‌آیند، بیشتر است. این

مسئله به خاطر وجود سولفیدها است. این مشکل با روش توضیح داده شده در بند 9-2-2 بر طرف می‌شود.