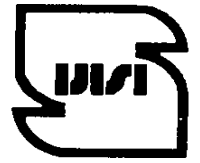




جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۸۶۷۲

چاپ اول

ISIRI

8672

1st . Edition

سنگدانه - تعیین مقدار سولفات - روش آزمون

**Aggregate - Determination of sulphate content -
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) می باشد .


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 می گیرد . 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 می شود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادها 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 « ۵ » تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل می گردد به تصویب رسیده باشد .

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد می باشد 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 استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید .


همچنین به منظور 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 ۱۶۳-۳۱۵۸۵ 


دفتر مرکزی : تهران - ضلع جنوبی میدان ونک، صندوق پستی ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵


تلفن مؤسسه در کرج : ۰۲۶۱-۲۸۰۶۰۳۱-۸ 

تلفن مؤسسه در تهران : ۰۲۱-۸۸۷۹۴۶۱-۵ 

دورنگار : کرج ۰۲۶۱-۲۸۰۸۱۱۴ - تهران ۰۲۱-۸۸۸۷۱۰۳ - ۰۲۱-۸۸۸۷۰۸۰ 

بخش فروش - تلفن : ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ - دورنگار : ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ 

پیام نگار : [Standard @ isiri.or.ir](mailto:Standard@isiri.or.ir) 

بهاء : ۳۶۲۵ 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](mailto:Standard@isiri.or.ir)

 **Price :** 3625 RLS

کمیسیون استاندارد "سنگدانه- تعیین مقدار سولفات - روش آزمون"

رئیس

نفیسی، غلامحسین
(دکترای شیمی تجزیه)

سمت یا نمایندگی

دانشگاه تربیت معلم تهران

اعضا

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران	توسلی، سعید (لیسانس مهندسی عمران)
مرکز تحقیقات ساختمان و مسکن	جعفرپور، فاطمه (لیسانس شیمی)
پژوهشکده توسعه صنایع شیمیایی ایران	زینالی، میرعلی اصغر (فوق لیسانس مهندسی شیمی)
جهاددانشگاهی	سعیدی نژاد، مجید (لیسانس مهندسی عمران)

دبیر

پژوهشکده توسعه صنایع شیمیایی ایران	بهرامی آده، نرمین (فوق لیسانس شیمی تجزیه)
------------------------------------	--

فهرست مندرجات..... صفحه

پیشگفتار..... ب

۱ هدف و دامنه‌ی کاربرد..... ۱

۲ مراجع الزامی..... ۱

۳ اساس روش..... ۲

۴ نمونه‌برداری..... ۳

۵ تعیین مقدار سولفات موجود در محلول (دو به یک آب به ماده) عصاره‌گیری شده از سنگدانه ... ۴

۶ تعیین مقدار کل سولفات با عصاره‌گیری اسیدی ۱۳

۷ دقت ۱۹

۸ گزارش آزمون..... ۱۹

پیوست الف آزمون نیمه کمی برای تعیین حضور یونهای سولفات ۲۰

پیوست ب جزئیات آزمونها برای تعیین دقت آزمونهای سولفات قابل حل در آب و مقدار کل

سولفات سنگدانه..... ۲۲

پیشگفتار

استاندارد " سنگدانه- تعیین مقدار سولفات - روش آزمون" که پیش‌نویس آن توسط پژوهشکده توسعه صنایع شیمیائی ایران (جهاددانشگاهی) در کمیسیون‌های مربوطه، تهیه و تدوین شده و در یکصد و چهل و چهارمین کمیته ملی استاندارد ساختمان و مصالح ساختمانی مورخ ۸۵/۲/۱۸ مورد تأیید قرار گرفته است. اینک 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.

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 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 باید همواره از آخرین تجدید نظر آنها استفاده کرد.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است :

1. BSI BS 812: Part 118: 1988 Testing aggregates- Methods for determination of sulphate content

سنگدانه- تعیین مقدار سولفات-روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارائه روش آزمون برای تعیین مقدار سولفات موجود در سنگدانه‌ها می‌باشد. در این استاندارد دو روش برای تعیین مقدار سولفات موجود در سنگدانه تشریح می‌شود. روش اول، برای تعیین سولفات قابل حل در آب موجود در سنگدانه می‌باشد، سنگدانه‌های طبیعی و مصنوعی که به عنوان مواد زهکشی یا پرکردن یا مستحکم کردن زیرسازی جاده‌ها یا پی‌ها به کار می‌روند. روش دوم، برای تعیین مقدار کل سولفات موجود در سنگدانه‌ها می‌باشد. این روش برای سنگدانه‌هایی به کار می‌رود که در بتن و سایر محصولات سیمانی به کار می‌روند.

یادآوری ۱: روش دوم برای تعیین مقدار کل سولفات به روش عصاره‌گیری اسیدی است. این روش برای تعیین مقدار سولفات قابل حل در آب (به دلیل حلالیت کم کلسیم سولفات در آب) کارایی ندارد. برای اهداف کاربردی برای سنگدانه‌های مورد استفاده در بتن، مقدار کل سولفات تعیین شده به وسیله این روش معادل مقدار سولفات قابل حل در آب در نظر گرفته می‌شود.

یادآوری ۲: در پیوست الف دو روش برای آزمون نیمه کمی توضیح داده شده است. قویاً توصیه می‌شود که قبل از مراجعه به آزمون توضیح داده شده در متن اصلی، یکی از این دو روش به عنوان بررسی اولیه استفاده شود. زیرا که ممکن است برای تطابق^۱ با یک ویژگی خاص لازم باشد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/یا

^۱ Checking

تجدیدنظر، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای 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، آخرین چاپ و/ یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۵: سال ۱۳۸۲ الکلهای آزمون- تورفلزی، صفحه فلزی مشبک

و ورق الکتروفرمی- اندازه اسمی چشمه‌ها

۲-۲ استاندارد ملی: ۱۷۲۸: سال ۱۳۵۶ ویژگی‌ها و روشهای آزمون آب برای مصارف

آزمایشگاهی

۳-۲ استاندارد ملی ۱۹۵۶: سال ۱۳۵۶ بورتها

۴-۲ استاندارد ملی ۱۹۶۲: سال ۱۳۶۹ ویژگیهای پی‌پت‌های زینهدار

۵-۲ استاندارد ملی ۷۲۵۸: سال ۱۳۸۳ شیشه‌آلات آزمایشگاهی- استوانه‌های مدرج

- 2-6 BS 812-101: 1984, Testing Aggregates Guide To Sampling and Testing Aggregates, Revised Withdrawn.
- 2-7 BS 812-117: 1984, Testing Aggregates - Methods for Determination of Water-Soluble Chloride Salts.
- 2-8 BS 5497-1: 1979, Precision of Test Methods - Guide for the Determination of Repeatability and Reproducibility for a Standard Test Method by Interlaboratory
- 2-9 BS 5781-1: 1979, Measurement and Calibration Systems: Specification for System Requirements, Revised Withdrawn.
- 2-10 BS 8110-1: 1985, Structural Use of Concrete: Code of Practice for Design and Construction.

۳-۱ روش برای سولفاتهای محلول در آب

یک نمونه سنگدانه با دو برابر جرمش آب مقطر یا آب بدون املاح عصاره‌گیری می‌شود تا یونهای سولفات قابل حل در آب از آن، جدا گردد. مقدار سولفات محلول در آب با روش تبادل یونی یا با روش وزن‌سنجی به یکی از راههای زیر تعیین می‌شود.

الف) مقداری از محلول حاصل از عصاره‌گیری به ستون تبادل یونی منتقل می‌شود و محلول رد شده از ستون، با استفاده از محلول استاندارد سدیم هیدروکسید تیترو می‌شود.

ب) به مقداری از محلول حاصل از عصاره‌گیری، هیدروکلریک‌اسید رقیق افزوده می‌شود. سپس محلول باریم‌کلرید، اضافه شده و رسوب جمع‌آوری، خشک و وزن می‌شود.

روش تبادل یونی، وجود یونهای سولفات را اندازه می‌گیرد. وقتی که آنیونهای دیگر در نمونه موجود باشد (رجوع به یادآوری ذیل)، از این روش استفاده نمی‌شود. هنگامی که سنگدانه‌های حاوی سولفیدها (نظیر سرباره^۱) مورد آزمون قرار می‌گیرند روش گراویمتری نیز کاربرد دارد.

یادآوری: آنیونهای اسیدهای قوی مانند کلریدها، نیتراتها و فسفاتها در روش تبادل یونی ایجاد مزاحمت کرده مسلماً به عنوان سولفات اندازه‌گیری می‌شوند. اما هنگامی که یون کلرید، تنها یون دیگر موجود بوده و به طور کمی تعیین شده باشد، روش تبادل یونی توصیف شده در صورتی قابل استفاده است که نتایج بر طبق روش ارائه شده در بند ۵-۶-۲ تصحیح شده باشد.

^۱ Slags

۳-۲ روش اندازه‌گیری مقدار کل سولفات

سولفات‌ها، به وسیله هیدروکلریک اسید رقیق از نمونه‌ی سنگدانه‌های خرد شده، عصاره‌گیری می‌شود. محلول باریم‌کلرید به محلول حاصل از عصاره‌گیری اضافه می‌گردد. رسوب باریم‌سولفات جمع‌آوری شده، خشک و وزن می‌شود و مقدار کل سولفات محاسبه می‌شود.

۴ نمونه‌برداری

نمونه استفاده شده برای آزمون (نمونه آزمون) بر طبق روش بند ۵-۲ تهیه می‌شود. اطمینان حاصل شود که در طی فرآیند نمونه‌برداری و تمام مراحل آزمون، از اتلاف رطوبت به جز از طریق تبخیر جلوگیری می‌شود تا رطوبت موجود در نمونه، معرف رطوبت ماده جامد باشد. **یادآوری:** این کار لازم است زیرا اگر سنگدانه‌های مورد آزمون دارای آب سطحی باشند، به طور طبیعی یونهای سولفات هم در آب سطحی و هم در آب جذب شده، حل می‌شوند. در نتیجه، نشت آب از توده مواد بر میزان سولفات تأثیر دارد.

۵ تعیین مقدار سولفات موجود در یک محلول حاصل از عصاره‌گیری (دو به

یک آب : سنگدانه)

یادآوری: کلسیم سولفات به دلیل حلالیت محدود آن بر تعیین مقدار، اثر چندانی ندارد. و شرایط عصاره‌گیری طوری انتخاب شده است که سنگدانه‌هایی که فقط شامل کلسیم سولفات طبقه‌بندی شده مطابق مرجع الزامی ۲-۱۰ هستند، عصاره‌گیری شوند.

۱-۵ وسایل و دستگاههای لازم

- ۱-۱-۵ وسایل و دستگاههای لازم برای آماده کردن آزمون و عصاره‌گیری سولفاتها
- ۱-۱-۱-۵ آون با تهویه مناسب، با کنترل دما در محدوده 5 ± 105 درجه سلسیوس
- ۲-۱-۱-۵ ترازو، برای اندازه‌گیری وزن تا پنج کیلوگرم با دقت پنج گرم.
- ۳-۱-۱-۵ الی آزمایشگاهی، با چشمه مربع شکل به قطر ۲۰ میلی‌متر.
- ۴-۱-۱-۵ هاون و دسته هاون، یا خردکن مکانیکی مناسب
- ۵-۱-۱-۵ دو بطری فلزی یا پلاستیکی، با دهانه گشاد و درپوش پیچی، ظرفیت بطری‌ها باید برای آزمون سنگدانه‌های درشت پنج لیتر و برای سنگدانه‌های ریز، دو لیتر باشد.
- ۶-۱-۱-۵ تکانه مکانیکی برای هم‌زدن محتویات داخل بطری‌های عصاره‌گیری.
- ۷-۱-۱-۵ دو عدد قیف، با قطر تقریباً ۱۰۰ میلی‌متر، با کاغذ صافی از درجه متوسط (مانند واتمن نمره ۴۰) متناسب با قطر قیف
- ۸-۱-۱-۵ چند عدد بشر
- ۲-۱-۵ وسایل لازم برای روش تبادل یونی (به بندهای ۳-۵ و ۱-۲-۵-۵ مراجعه شود).
- ۱-۲-۱-۵ پیپت، ۵۰ میلی‌لیتری، درجه B مطابق با بند ۲-۴.
- ۲-۲-۱-۵ یک ستون تبادل یونی و مخزن
- یادآوری: طرحی از دستگاه، در شکل شماره ۱ آمده است.
- ۳-۲-۱-۵ ارلن، ۵۰۰ میلی‌لیتری حداقل دو عدد
- ۴-۲-۱-۵ استوانه مدرج، ۱۰۰ میلی‌لیتری، درجه B مطابق با مرجع الزامی ۲-۵.
- ۵-۲-۱-۵ بورت، ۵۰ میلی‌لیتری، درجه B مطابق با مرجع الزامی ۲-۳.
- ۶-۲-۱-۵ چند عدد بشر
- ۳-۱-۵ وسایل لازم برای روش وزن‌سنجی (به بند ۲-۲-۵-۵ مراجعه شود).
- ۱-۳-۱-۵ پیپت، ۵۰ میلی‌لیتری، درجه B مطابق با مرجع الزامی ۲-۴.

۲-۳-۱-۵ وسایل فهرست شده، در بندهای ۱-۲-۱-۶ تا ۱۰-۲-۱-۶

۴-۱-۵ وسایل لازم برای تهیه مملولهای شیمیایی مورد نیاز (بند ۲-۲-۵ را ببینید)

۱-۴-۱-۵ ظرف پلاستیکی هوا بندی شده

۲-۴-۱-۵ بطری معرف شیشه‌ای کهربائی رنگ

۲-۵ مملولهای شیمیایی مورد نیاز

۱-۲-۵ کلیات

مواد باید با درجه خلوص تجزیه‌ای باشند و فقط آب مقطر، طبق مرجع الزامی ۲-۲، مورد استفاده قرار گیرد.

یادآوری ۱: در مواردی که به محلولهای دقیقاً استاندارد شده نیاز باشد، بهتر است این محلولها بر اساس دستورالعمل تولید کننده، تهیه گردند.

یادآوری ۲: اگر روش تبادل یونی به کار نمی‌رود، معرفهای ارائه داده شده در بندهای (۱-۲-۲-۵) تا (۷-۲-۲-۵) مورد نیاز نیستند.

۲-۲-۵ مملولهای شیمیایی

۱-۲-۲-۵ رزین تبادل کاتیونی، اسید قوی (ماده مناسب ژئولیت ۲۲۵ یا آمبرلیت^۱ IR-120 می باشد).

۲-۲-۲-۵ مملول هیدروکلریک اسید (غلظت HCl تقریباً چهار مول بر لیتر است)، مقدار ۳۶۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (با چگالی نسبی ۱٫۱۸) را با آب مقطر تا یک لیتر رقیق کنید.

۳-۲-۲-۵ مملول هیدروکلریک اسید، مقدار ۲۰۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (با چگالی نسبی ۱٫۱۸) را با آب مقطر تا یک لیتر رقیق کنید.

^۱ Amberlite

۴-۲-۲-۵ نیتریک اسید (غلظت نیتریک اسید تقریباً یک مول بر لیتر است)، مقدار ۱۵ میلی لیتر

نیتریک اسید غلیظ (با چگالی نسبی ۱٫۴۲) را با آب مقطر تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۵-۲-۲-۵ محلول سدیم هیدروکسید (غلظت سدیم هیدروکسید تقریباً یک دهم مول بر لیتر است)،

دو گرم سدیم هیدروکسید را در ۵۰۰ میلی لیتر آب حل کنید. غلظت دقیق آن را (بر حسب مول در

لیتر) با تیتراسیون با پتاسیم هیدروژن فتالات یا با یک محلول استاندارد اسید تعیین کنید. و محلول را

در ظروف پلاستیکی هوابندی شده نگهداری کنید.

۶-۲-۲-۵ معرف، با قابلیت تغییر رنگ مشخص در محدوده pH از چهار تا پنج.

یادآوری: محلول متیل اورانژ صاف شده به عنوان معرف، مناسب است.

۷-۲-۲-۵ محلول نقره نیترات، پنج دهم گرم نقره نیترات را در ۱۰۰ میلی لیتر آب حل کنید.

محلول را در بطری‌های شیشه‌ای کهربایی رنگ نگهداری کنید.

۳-۵ تهیه ستون تبادل یونی

یادآوری: زمانی که از ستون تبادل یونی استفاده نمی‌شود به کار بردن این روش لازم نیست.

۱-۳-۵ مقدار کافی از رزین تبادل کاتیونی، را که برای پر کردن نصف ستون لازم است در یک

بشر بریزید و پس از اضافه کردن آب، آن را به آرامی هم بزنید. سوسپانسیون رزین معلق در آب را

داخل ستون بریزید زمانی که رزین ته نشین شود باید به ارتفاع ۲۰ میلی متر آب روی رزین باقی بماند.

(آب اضافی تخلیه شود).

یادآوری: برای جلوگیری از خشک شدن رزین لازم است ارتفاع آب بالای رزین در حدود ۲۰ میلی متر

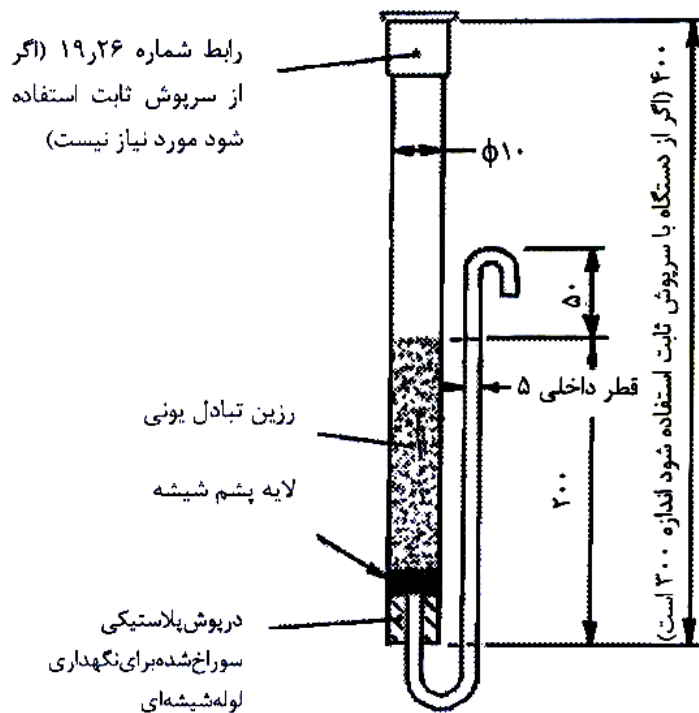
باشد.

۲-۳-۵ برای فعال کردن رزین تبادل کاتیونی آن را با ۱۰۰ میلی لیتر محلول هیدروکلریک اسید

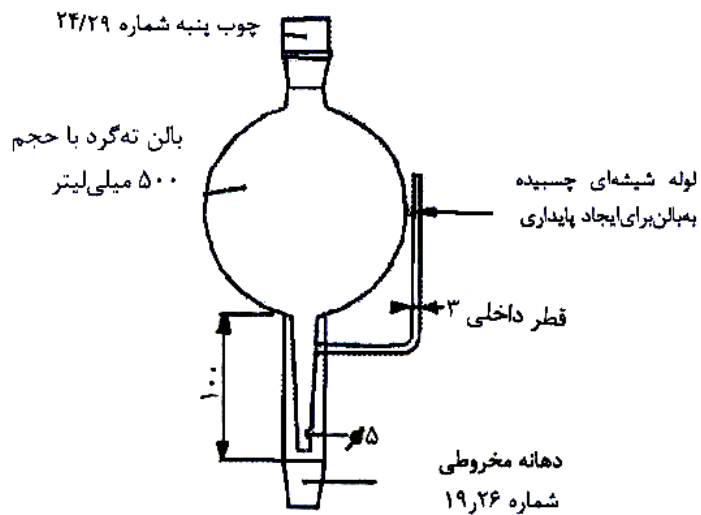
شستشو دهید. و به دنبال آن با آب مقطر بشوئید. اسید را در مخزن ریخته و اجازه دهید تا اسید کاملاً

از ستون عبور کند. مخزن را با آب مقطر آبکشی و پر کرده و آب را از ستون عبور دهید تا زمانی که آب خارج شده از ستون با افزودن یک میلی‌لیتر محلول نقره نیترات که با پنج قطره نیتریک اسید، اسیدی شده است کدر نشود.

۳-۳-۵ رزین تبادل کاتیونی را بعد از چهار بار استفاده متوالی مطابق (۲-۳-۵) فعال کنید.



الف- ستون تبادل یونی



ب- دستگاه با سرپوش ثابت برای استفاده با ستون تبادل یونی

تمام ابعاد در واحد میلی متر می باشد

شکل شماره ۱- ستون تبادل یونی برای سولفات‌های محلول در آب

۴-۵ تهیه نمونه

۱-۴-۵ نمونه آزمایشگاهی را در دمای 105 ± 5 درجه سلسیوس قرار دهید تا آب سطحی آن تبخیر شود.

۲-۴-۵ مقدار نمونه را طبق مرجع الزامی ۲-۶ کاهش دهید، به نحوی که مقدار آن از جرم داده شده متناسب با اندازه اسمی سنگدانه، مطابق جدول شماره ۱ (۱) کمتر نباشد.

جدول شماره ۱. حداقل جرم نمونه اولیه برای روش سولفات مملول در آب

حداقل جرم نمونه بر حسب کیلوگرم	بیشترین اندازه اسمی سنگدانه بر حسب میلی متر
۵۰	۶۳
۳۵	۵۰
۱۵	۴۰
۵	۲۸ یا کمتر

۳-۴-۵ نمونه‌ها را با الک ۲۰ میلی متری (۳-۱-۱-۵) الک نمائید. نمونه‌های درشت‌تر را با آسیاب تا اندازه‌ای مناسب برای عبور از الک خرد کنید، از آسیاب کردن زیادی خودداری کنید همه نمونه‌های الک شده را به خوبی مخلوط نمائید و با یک روش کاهش نمونه، دو آزمونه‌ی حدود دو کیلوگرمی از سنگدانه‌های درشت یا دو آزمونه حدود ۵۰۰ گرمی از سنگدانه‌های ریز تهیه نمائید. نمونه‌ها را در دمای 105 ± 5 درجه سلسیوس خشک کنید تا ماده‌ای خشک با جرم ثابت با دقت یک دهم درصد به دست آید. نمونه‌ی نهایی به دست آمده آزمونه‌ی مورد نظر می‌باشد.

۵-۵ روش آزمون (روش تجزیه‌ای)

۱-۵-۵ تهیه مملولهای ماصل از عصاره‌گیری

۱-۱-۵-۵ برای سنگدانه‌های درشت، از دو بطری فلزی یا پلاستیکی دهانه گشاد پنج لیتری و برای سنگدانه‌های ریز از دو بطری دو لیتری استفاده کنید. هر بطری را وزن کنید جرم آن را با تقریب پنج گرم یادداشت کنید.

۲-۱-۵-۵ نمونه‌هایی را که مطابق بند (۵-۴) تهیه شده‌اند به بطری‌ها منتقل کنید. بطری و محتویات آنرا وزن کرده، وزن آنها را با تقریب پنج گرم یادداشت کنید. جرم سنگدانه‌های هر بطری را محاسبه کنید.

۳-۱-۵-۵ به هر بطری، مقداری آب مقطر معادل تقریباً دو برابر جرم نمونه اضافه کنید. درب بطری را محکم ببندید و به مدت حداقل ۲۴ ساعت محتویات بطری را به طور مداوم با تکان دادن یا غلطاندن مخلوط کنید.

یادآوری: اگر از دستگاه هم‌زن مکانیکی استفاده نشود و نمونه و آب در تماس با یکدیگر فقط گاهی هم‌زده شوند (به خصوص اگر منبع سولفات، برای مثال، کریستالهای بزرگ سنگ گچ^۱ باشد) تمامی سولفات‌ها که به طور تئوری می‌تواند در آب حل شود، در ۲۴ ساعت عصاره‌گیری نمی‌شود.

۴-۱-۵-۵ محلولهای حاصل از عصاره‌گیری را با کاغذ صافی خشک از درجه متوسط در بشرهای خشک تمیز صاف کنید تا حداقل ۱۰۰ میلی‌متر محلول حاصل از عصاره‌گیری که شفاف است جمع‌آوری شود.

^۱ Gypsum

۲-۵-۵ تعیین مقدار سولفات در مملولهای ماصل از عصاره‌گیری

۱-۲-۵-۵ روش تبادل یونی

۵۰ میلی‌لیتر از محلول حاصل از عصاره‌گیری را توسط پی‌پت در بالای ستون تبادل یونی ریخته و فرصت دهید از درون ستون عبور کند. رزین را با دو حجم ۷۵ میلی‌لیتری از آب مقطر شسته و تمام محلول و محلولهای شستشو را در یک ارلن که در زیر ستون قرار دارد جمع کنید.

سه تا پنج قطره معرف به محتویات ارلن افزوده و با محلول سدیم هیدروکسید استاندارد، تا تغییر رنگ محلول، تیترا کنید.

ارلن را زیر خروجی ستون قرار داده و ۷۵ میلی‌لیتر دیگر آب مقطر در ستون بریزید تا از رزینها عبور کند. اگر تغییرات رنگ معرف نشان داد که اسید بیشتری از رزینها شسته شده است، مجدداً آن را تا خنثی شدن تیترا کنید. حجم کل محلول سدیم هیدروکسید استاندارد مصرفی را یادداشت کنید (V_1)

آزمون را مجدداً با ۵۰ میلی‌لیتر دیگر محلول صاف شده انجام داده و حجم محلول سدیم هیدروکسید استفاده شده را یادداشت کنید. (V_2)

میانگین حجم V_1 و V_2 را حساب کنید (V) اگر مقدار V_1 و V_2 بیشتر از پنج‌دهم میلی‌لیتر تفاوت داشته باشد آزمون را مجدداً به طور کامل با آزمون‌های دوم تکرار کنید.

۲-۲-۵-۵ روش وزن‌سنجی

۵۰ میلی‌لیتر از محلول حاصل از عصاره‌گیری را در یک بشر ۵۰۰ میلی‌لیتری ریخته و با آب مقطر به حجم ۳۰۰ میلی‌لیتر برسانید ۱۰ میلی‌لیتر محلول هیدروکلریک اسید افزوده و روش کار شرح داده شده در (۲-۴-۶) یا (۹-۴-۶) را انجام دهید.

یادآوری هرقتهی سنگدانه‌ها دارای سولفید باشند بند (۲-۴-۶) را ببینید.

آزمون را با آزمون‌های دوم تکرار کنید.

۴-۵ محاسبه و ارائه نتایج

۱-۴-۵ اگر آنیونهای دیگر وجود نداشته باشند، غلظت یونهای سولفات (بر حسب گرم در لیتر

SO₃) موجود در محلول حاصل از عصاره‌گیری (روش تبادل یونی) را از رابطه زیر محاسبه کنید:

$$\text{SO}_3 \text{ غلظت} = 0.8 \text{ mV}$$

که در آن

V: حجم محلول سدیم هیدروکسید بر حسب میلی‌لیتر

m: غلظت محلول سدیم هیدروکسید بر حسب مول در لیتر

۲-۴-۵ اگر تنها یون اضافی دیگر کلر باشد. غلظت یونهای سولفات (بر حسب گرم در لیتر SO₃)

موجود در محلول حاصل از عصاره‌گیری را از رابطه زیر محاسبه کنید:

$$\text{SO}_3 \text{ غلظت} = 0.8 \text{ mV} - 5.64 \text{ C}$$

که در آن C، مقدار یون کلرید بر حسب درصد جرمی سنگدانه‌ی خشک می‌باشد.

۳-۴-۵ هنگامی که از روش وزن‌سنجی استفاده شده است، غلظت یونهای سولفات (بر حسب

گرم در لیتر SO₃) موجود در محلول حاصل از عصاره‌گیری را از رابطه زیر محاسبه کنید:

$$\text{SO}_3 \text{ غلظت} = 6.86 \text{ m}_2$$

که در آن m₂: جرم رسوب به دست آمده از قسمت (۶-۴-۹) است (بر حسب گرم)

۴-۴-۵ متوسط مقدار سولفات را در محلولهای حاصل از عصاره‌گیری دو به یک، با تقریب

یک‌دهم گرم بر لیتر ارائه کنید. اگر هر کدام از نتایج و I₁ (محاسبه شده از ب-۵) بیشتر از یک‌دهم

گرم بر لیتر تفاوت داشتند، آزمون را با آزمون جدید تکرار کنید. (۵-۴ را ببینید).

یادآوری: اگر سنگدانه‌ای شامل کریستالهای مجزای سنگ گچ باشد ممکن است به دست آوردن نتایج

نزدیک به هم در آزمونهای مختلف، مشکل باشد.

۶ تعیین مقدار کل سولفات به روش عصاره‌گیری اسیدی

۱-۶ وسایل و دستگاه‌های لازم

۱-۱-۶ وسایل و دستگاه‌های لازم برای تهیه نمونه آزمون (رجوع به بند ۶-۳)

۱-۱-۱-۶ آون با تهویه مناسب، با کنترل دما در محدوده 5 ± 105 درجه سلسیوس

۲-۱-۱-۶ ترازو، برای اندازه‌گیری وزنه‌های تا پنج کیلوگرم با دقت پنج گرم.

۳-۱-۱-۶ الک آزمایشگاهی، ۲۰ میلی‌متر، پنج میلی‌متر، یک میلی‌متر و ۱۵۰ میکرومتر.

۴-۱-۱-۶ هاون و دسته‌هاون یا فردکن مکانیکی مناسب

۲-۱-۶ دستگاهها و وسایل لازم برای آنالیز آزمون

۱-۲-۱-۶ ترازو، برای اندازه‌گیری وزنه‌های تا ۱۰۰ گرم با دقت ۰٫۰۰۱ گرم. ترازو باید به طور منظم

کالیبره شود.

۲-۲-۱-۶ چند عدد بشر، با ظرفیت‌های ۲۵۰ و ۵۰۰ میلی‌لیتری.

۳-۲-۱-۶ گرمکن برقی، با قابلیت کنترل برای جوشاندن محتویات بشر بدون حرارت اضافی

۴-۲-۱-۶ هود

۵-۲-۱-۶ دو عدد قیف، با قطر تقریباً ۱۰۰ میلی‌متر، با کاغذ صافی با درجه متوسط متناسب با

قطر قیف

۶-۲-۱-۶ پیپت قطره‌چکان، به حجم ده میلی‌لیتر

۷-۲-۱-۶ بوتله‌های صافی سیلیسی هم‌جوش شده^۱، با درجه تخلخل چهار، با قطر تقریباً ۳۵ میلی‌متر

و ارتفاع تقریباً ۴۰ میلی‌متر.

^۱ sintered silica filtering crucibles

یادآوری: اگر صاف کردن با کاغذهای صافی درجه ریز انجام شود این صافی مورد نیاز نیست.

۸-۲-۱-۶ بوتله، به قطر تقریبی ۳۵ میلی متر، ارتفاع تقریبی ۴۰ میلی متر و با قابلیت ثابت ماندن جرم تا دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس.

یادآوری: در صورت استفاده از بوتله‌های صافی سیلیسی هم‌جوش، استفاده از بوتله‌های (بند ۶-۱-۲-۱) لازم نیست.

۹-۲-۱-۶ وسیله مناسب برای سوزاندن رسوب، ترجیحاً کوره الکتریکی مافلی، با قابلیت ثابت نگه داشتن دما در ۸۰۰ درجه سلسیوس.

۱۰-۲-۱-۶ دسیکاتور

۳-۱-۶ وسایل و دستگاه‌های لازم برای تهیه واکنشگرها (بند ۶-۲-۲ را ببینید)

۱-۳-۱-۶ بطری شیشه‌ای تیره رنگ برای نگهداری مملول معرف

۲-۶ واکنشگرها

۱-۲-۶ کلیات، واکنشگرهای مورد استفاده باید با خلوص تجزیه‌ای باشند و تنها از آب مقطر استفاده شود.

۲-۲-۶ مملولهای شیمیایی مورد نیاز

۱-۲-۲-۶ مملول باریم کلرید ۵ درصد، ۵۰ گرم باریم کلرید را در یک لیتر آب حل کنید و در صورت لزوم قبل از استفاده صاف کنید.

۲-۲-۲-۶ هیدروکلریک اسید رقیق، مقدار ۱۰۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (با چگالی نسبی ۱٫۱۸) را تا یک لیتر با آب رقیق کنید.

۳-۲-۲-۶ مملول نقره نیترات، مقدار پنجم گرم نقره نیترات را در ۱۰۰ میلی لیتر حل کنید. محلول را در ظروف شیشه‌ای کهربائی رنگ (۶-۱-۳-۱) نگهداری کنید.

۳-۶ تهیه نمونه

۱-۳-۶ نمونه را در دمای 5 ± 10.5 درجه سلسیوس قرار دهید تا آب سطحی آن تبخیر شود.

۲-۳-۶ مقدار نمونه را طبق مرجع الزامی ۲-۵ کاهش دهید، به نحوی که مقدار آن از جرم داده

شده متناسب با حداکثر اندازه اسمی سنگدانه کمتر نباشد. (مطابق جدول شماره (۲))

جدول شماره ۲ - حداقل جرم نمونه اولیه برای مقدار کل سولفات

حداقل جرم نمونه بر حسب کیلوگرم	بیشترین اندازه اسمی سنگدانه بر حسب میلی متر
۵۰	۶۳
۳۵	۵۰
۱۵	۴۰
۵	۲۸
۲	۲۰
۱	۱۴
۰٫۵	۱۰
۰٫۲	۵ یا کمتر

۳-۳-۶ نمونه را با الک ۲۰ میلی متری الک نمائید. نمونه‌های درشت‌تر را با آسیاب تا اندازه‌ای

مناسب برای عبور از الک خرد کنید. نمونه‌های الک شده را به خوبی مخلوط کنید. با یک روش کاهش

نمونه، دو نمونه‌ی حداکثر دو کیلوگرمی تهیه کنید. نمونه‌ها را در دمای 5 ± 10.5 درجه سلسیوس

خشک کنید تا به جرم ثابت برسد (اختلاف دو اندازه‌گیری در حدود یک دهم درصد باشد). تمام

سنگدانه‌های درشت را به میزانی خرد کنید که از الک پنج میلی متری بگذرد، نمونه‌ها را مخلوط کرده

و مقدار آنها را تا ۲۰۰ گرم کاهش دهید. سنگدانه‌ها را تا اندازه‌ای خرد کنید که از الک یک میلی‌متری عبور کنند. و نمونه‌ای در حدود ۱۰۰ گرم از آن تهیه و مجدداً آنها را آسیاب کرده تا از الک ۱۵۰ میکرومتری رد شود. نمونه‌ نهایی به دست آمده، آزمونه‌ی مورد نظر می‌باشد.

یادآوری: با استفاده از یک دستگاه آسیاب مکانیکی مناسب، امکان حذف بعضی از این مراحل وجود دارد. برای مثال با استفاده از یک سنگ شکن فکی^۱ می‌توان تمام نمونه را به اندازه‌ی پنج میلی‌متر خرد کرد بدون آنکه به خرد کردن و الک کردن اولیه به اندازه‌ی ۲۰ میلی‌متر نیاز باشد. به همین ترتیب می‌توان با استفاده از یک آسیاب دیسکی، ۲۰۰ گرم نمونه‌ی قابل عبور از الک پنج میلی‌متری را به اندازه‌ی ۱۵۰ میکرومتر خرد کرد و مرحله‌ی خرد کردن تا عبور کردن از الک یک میلی‌متری را حذف نمود. در اینجا هدف تهیه‌ی آزمونه‌ای است که کاملاً نماینده‌ی نمونه‌ی آزمایشگاهی باشد.

۴-۶ روش کار تجزیه‌ای

۱-۴-۶ مقدار سه گرم از آزمونه (تهیه شده در بند ۶-۳) را با دقت یک هزارم گرم وزن کرده و وزن آن را یادداشت کنید (m_1) آن را در بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری بریزید ۱۰۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک‌اسید افزوده و به هم بزنید. این کار را با آزمونه‌ی سه گرمی دیگری نیز تکرار کنید و روش کار را برای هر دو آزمونه ادامه دهید.

یادآوری: سنگدانه‌هایی که حاوی مقدار قابل توجهی از کربنات می‌باشند، در این مرحله ایجاد کف می‌کنند. در این گونه موارد، اسید به آرامی و در حالی که مخلوط به طور پیوسته بهم زده می‌شود، اضافه می‌گردد.

¹ Jaw-Crusher

یادآوری ۲: سنگدانه‌های حاوی سولفید با افزودن اسید، گاز H_2S آزاد می‌کنند که این گاز از طریق استشمام قابل شناسایی است. در این حالت با استفاده از این روش احتمال دارد به دلیل اکسیداسیون سولفید مقدار سولفات بیشتر از آنچه موجود است تخمین زده شود.

اگر سنگدانه‌ها حاوی سولفید باشند، ۱۰۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید رقیق را در یک بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری ریخته و تا نقطه جوش حرارت دهید. سپس بشر حاوی اسید را از روی منبع حرارت برداشته و در حالی که آن را تکان می‌دهید. نمونه تجزیه‌ای را که در حدود سه گرم وزن دارد درون اسید بریزید.

۲-۴-۶ محلول را زیر هود حرارت دهید تا به مدت ۱۵ دقیقه به آرامی بجوشد. آنرا با صافی درجه متوسط صاف کنید مطمئن شوید که محلول زیر صافی شفاف است. در غیر این صورت مجدداً آنرا با استفاده از یک کاغذ صافی با بافت ریزتر صاف کنید. محتویات روی کاغذ صافی را با آب مقطر داغ بشوئید. محلول زیر صافی را در یک بشر ۵۰۰ میلی‌لیتری بریزید سپس با آب مقطر تا ۳۰۰ میلی‌لیتر رقیق کنید.

یادآوری: در موقع آنالیز نمونه حاصل از عصاره‌گیری برای تعیین سولفات قابل حل در آب (مطابق بند ۲-۲-۵-۵) معمولاً صاف کردن لازم نیست مگر اینکه سنگدانه‌ها حاوی سولفید باشند (مانند سرباره). وقتی که چنین سنگدانه‌هایی مورد آزمایش قرار می‌گیرند، محلول را بعد از جوشیدن، به مدت ۳۰ دقیقه در محل گرمی قرار دهید. اگر رسوب سفید رنگی پدیدار شد، آن را با کاغذ صافی درجه متوسط صاف کنید و کاملاً با آب مقطر داغ بشوئید و در ادامه طبق روش توضیح داده شده در بند ۳-۴-۶ عمل کنید.

۳-۴-۶ محلول را جوشانده در حالی که آن را به هم می‌زنید ده میلی‌لیتر محلول باریم کلرید (۱-۲-۲-۶) را قطره‌قطره به آن بیفزایید. جوشاندن را ادامه دهید تا رسوب به صورت کامل تشکیل

شود سپس بگذارید محلول در دمای کمتر از نقطه جوش به مدت حداقل ۳۰ دقیقه بماند سپس به مدت ۲۴ ساعت یا یک شب بگذارید تا سرد شود.

۴-۴-۶ رسوب باریم سولفات را با دقت کامل توسط یک بوته‌ی صافی سیلیس همجوش شده که قبلاً وزن شده است، با استفاده از عمل مکش صاف کنید. در روش دیگر، رسوب را به روی یک کاغذ صافی مناسب که در روی قیف شیشه‌ای قرار دارد انتقال دهید و صاف کنید.

۵-۴-۶ در هر حالت رسوب را چندین بار با آب مقطر داغ بشوئید تا محلول شستشو عاری از یون کلرید باشد که با افزودن یک قطره محلول نقره نترات (۶-۲-۲-۳) و تیره نشدن آن، مشخص می‌شود. اگر از بوته‌ی صافی سیلیس همجوش شده استفاده شده است، بوته را از روی ظرف صافی بردارید و آن را در دمای 5 ± 105 درجه سلسیوس برای مدت ۳۰ دقیقه خشک کنید و به تدریج دما را تا ۸۰۰ درجه سلسیوس بالا ببرید. برای این کار از کوره الکتریکی مافلی یا وسیله مناسب دیگری استفاده کنید. حرارت دادن را تا زمانی که کاهش وزن صورت نگیرد ادامه دهید. مدت ۱۵ دقیقه در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس کافی است.

۶-۴-۶ بوته را در یک دسیکاتور سرد کرده و آن را با تقریب یک هزارم گرم وزن کنید. جرم رسوب (m_2) را با توجه به افزایش جرم بوته محاسبه کنید.

۷-۴-۶ اگر رسوب را با کاغذ صافی، صاف کرده‌اید، کاغذ صافی و رسوب را به بوته‌ای که قبلاً حرارت داده شده و به وزن ثابت رسانیده شده است منتقل کنید. (۶-۱-۲-۸)

۸-۴-۶ اگر از کوره الکتریکی مافلی^۱ استفاده می‌شود، ابتدا بوته و محتویات آن را در کوره‌ی هم دما با محیط قرار دهید و به تدریج دما را تا ۸۰۰ درجه سلسیوس بالا ببرید. اگر از چراغ بنزن یا چراغ دیگری استفاده می‌شود، ابتدا کاغذ صافی و رسوب را به آهستگی بالای یک شعله کوچک گرفته و

^۱ Muffle

در حالی که کاغذ صافی به آرامی به صورت زغال در می آید مراقب باشید آتش نگیرد، در غیر این صورت مقداری از رسوبات ممکن است از بین برود. به تدریج دما را تا دمای قرمز شدن افزایش دهید.

یادآوری: در تمام حالتها، سوزاندن برای ۱۵ دقیقه کافی است.

۹-۴-۶ جرم رسوب به دست آمده (m_2) را با توجه به افزایش جرم بوته (با تقریب یک هزارم گرم) محاسبه کنید.

۵-۶ محاسبه و ارائه نتایج

۱-۵-۶ مقدار کل سولفات را، بر حسب درصد جرمی سنگدانه خشک از معادله زیر حساب کنید:

$$\text{درصد } SO_3 = \frac{m_2 \times 34.3}{m_1}$$

۲-۵-۶ میانگین دو مقدار اندازه گیری شده کل سولفات را با تقریب یک صدم درصد جرم خشک سنگدانه (بر حسب SO_3) گزارش کنید. اگر تفاوت بین نتایج آزمایشها بیش از پنج صدم درصد (بر حسب SO_3) باشد، آزمون را با نمونه های سه گرمی جدید تکرار کنید.

۷ دقت

۱-۷ آزمون دقت روی پنج سنگدانه در ده آزمایشگاه انجام شده است. جزئیات این آزمون ها و داده های دقت در پیوست ب آمده است.

۲-۷ کاربرد داده های دقت در بخش پنج مرجع الزامی ۲-۸ توضیح داده شده است.

۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون تصدیق خواهد کرد که مقدار سولفات تعیین شده بر طبق این استاندارد اندازه گیری شده است و مشخص خواهد کرد که تأییدیه نمونه برداری در دسترس است یا خیر، اگر در دسترس بود باید یک رونوشت از تأییدیه تهیه شود گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- انجام آزمون طبق استاندارد ۸۶۷۲

- مشخصات نمونه

- مقدار سولفات بر حسب گرم در لیتر از نمونه مورد عصاره‌گیری با نسبت سنگدانه به آب یک‌به دو و

یا

- مقدار کل سولفات بر حسب درصد وزنی سنگدانه خشک

- نام، نام خانوادگی و امضاء آزمایشگر

پیوست الف

(اطلاعاتی)

آزمون نیمه کمی برای تعیین مضمون یونهای سولفات

الف-۱ وسایل، دستگاهها و معرفها

الف-۱-۱	وسایل مورد نیاز برای روش ۱ یا ۲ (الف ۲-۲ را ببینید).
الف-۱-۱-۱	ظرف پلاستیکی، ده لیتری
الف-۱-۱-۲	بشره، یا فنجان پلاستیکی
الف-۱-۲	وسایل اضافی برای روش ۲
الف-۱-۲-۱	کاغذ صافی، درجه متوسط
الف-۱-۲-۲	بشره، ۵۰۰ میلی لیتری
الف-۱-۲-۳	لوله آزمایش
الف-۱-۳	معرفها برای روش ۱
الف-۱-۳-۱	نوار تست سولفات
الف-۱-۳-۲	معرفها برای روش ۲
الف-۱-۳-۳	مملول هیدروکلریک اسید، مقدار ۲۰۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با دانسیته ۱٫۱۸ را

با آب مقطر تا یک لیتر رقیق کنید.

الف-۱-۳-۴	مملول باریم کلرید پنج درصد، مقدار پنج گرم باریم کلرید را در یک لیتر آب حل
-----------	---

کرده و اگر لازم باشد قبل از استفاده صاف کنید.

الف-۱-۴-۳ استوانه مدرج

الف-۱-۴-۴ گزنومتر

الف-۲ روش کار

الف-۲-۱ مقدار پنج کیلوگرم از سنگدانه‌های درشت یا یک کیلوگرم ماسه را در ظرف ریخته و هم جرم آن آب بدون سولفات اضافه کنید. محتویات ظرف را به مدت هفت ساعت به طور متناوب به هم زنید. سپس مقداری از محلول را به یک بشر یا فنجان پلاستیکی منتقل کنید.

الف-۲-۲ یکی از دو روش زیر را انجام دهید.

روش ۱: بگذارید ذرات جامد ته‌نشین شود و نوار تست سولفات را در محلول صاف فرو ببرید. بعد از دو دقیقه، رنگهای ایجاد شده در سه ناحیه را مشاهده کنید. اگر هیچکدام از نواحی آن از رنگ قرمز به زرد تغییر نکرده باشد، سولفات موجود در سنگدانه، می‌تواند کمتر از دوصدم درصد در نظر گرفته شود.

روش ۲: محلول را با کاغذ صافی درجه متوسط صاف کنید تا تقریباً ۵۰ میلی‌لیتر محلول در زیر صافی جمع شود ۵۰ میلی‌لیتر از محلول را در یک بشر ۵۰۰ میلی‌لیتر ریخته و ۱۵۰ میلی‌لیتر آب به آن اضافه کرده و کاملاً به هم بزنید. مقداری از محلول رقیق شده را در یک لوله آزمایش بریزید (الف-۱-۲-۳) تا نیمی از لوله آزمایش پر شود، پنج میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید و پنج تا ده قطره محلول باریم کلرید اضافه کرده و به هم بزنید. اگر محلول تیره نبود و یا بعد از گذشت پنج ثانیه تیره نشد، فرض کنید که سنگدانه دارای کمتر از دوصدم درصد سولفات به صورت SO_3 است.

یادآوری: آزمون باریم کلرید بسیار حساس است، به طوری که اگر مقدار SO_3 سنگدانه حتی به اندازه چهارهزارم درصد باشد، محلول سرانجام (تقریباً بعد از یک دقیقه) به طور قابل مشاهده‌ای تیره می‌شود. همچنین باید مطمئن بود که آب مورد استفاده برای آزمون کمتر از ۲۰ میلی‌گرم در لیتر سولفات داشته باشد تا روی نتیجه‌ی آزمون به دست آمده تأثیر نداشته باشد.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

جزئیات آزمون‌ها برای تعیین دقت اندازه‌گیری سولفات مملول در آب و

مقدار کل سولفات سنگدانه

ب-۱ داده‌های دقیق داده شده در جداول شماره ب-۱ و ب-۲ نتایج تعدادی آزمون هستند که در

سالهای ۱۹۸۵-۱۹۸۴ میلادی توسط ده آزمایشگاه انجام شده است. آزمون طراحی شد و داده‌ها با

اصول ذکر شده در مرجع الزامی ۲-۸ تحلیل گردید.

ب-۲ نمونه‌های مورد استفاده، تقریباً ۲۰۰ کیلوگرمی بودند. از هر نمونه اولیه، ۲۰ آزمون با جرم

پنج تا ده کیلوگرم آماده گردید و به هر آزمایشگاه دو آزمون فرستاده شد. این آزمایشگاهها، هر

آزمون را به چهار قسمت تقسیم کردند. یک قسمت برای تعیین یون کلرید که در مرجع الزامی ۲-۷

توضیح داده شده است و دیگری برای تعیین سولفات قابل حل در آب و دو قسمت برای تعیین کل

سولفات توصیف شده در استاندارد بند ۲-۷.

ب-۳ آزمونهای تعیین داده‌های خارج از دامنه که در مرجع الزامی ۲-۸ آمده است، برای این داده‌ها

مورد استفاده قرار گرفت. خلاصه‌ای از این نتایج در جداول شماره ب-۳ و ب-۴ ارائه شده است.

ب-۴ از آنجایی که مقادیر کمی از سنگدانه‌ها در این آزمون استفاده شده‌اند، مقادیر V_S فقط

تغییراتی را نشان می‌دهد که ناشی از تقسیم نمونه‌های ۱۰۰ تا ۲۰۰ کیلوگرمی به نمونه‌های

آزمایشگاهی پنج تا ده کیلوگرمی است. همچنین سهم مشارکت تغییرات کاهش نمونه بر مقادیر V_{T1} ،

تنها مربوط به تغییرات ناشی از تقسیم نمونه‌های آزمایشگاهی پنج تا ده کیلوگرمی به دو آزمون

می باشد. در عمل، ممکن است مقادیر بزرگتری از V_s و شاید V_{T1} که در این آزمون به دست آمده اند، مورد انتظار باشد.

ب-۵ داده های دقیق از جدول شماره ب-۱ (سولفات قابل حل در آب) برای چهار ماده (سنگ آهک، شیل، ماسه و شن) در رابطه زیر صدق می کند:

$$r_1 = 0.02 + 0.05 \bar{x}$$

$$R_1 = R_2 = 0.06 + 0.11 \bar{x}$$

این روابط می تواند برای درون یابی مقادیر r_1 ، R_1 و R_2 برای سطوحی از یون سولفات (\bar{x} g/L) بین نتایجی که در جدول شماره ب-۱ آمده، استفاده شوند. مقادیر R_1 و R_2 برای سرباره کوره نسبت به مقادیری که از روابط به دست می آیند، بیشتر است. این مسئله به علت وجود سولفیدها است. این مشکل با روش توضیح داده شده در (۶-۴-۲)، برطرف می شود.

ب-۶ داده های دقیق از جدول شماره ب-۲ (سولفات کل) در روابط زیر صدق می کنند:

$$r_1 = 0.03 + 0.01 \bar{x}$$

$$R_1 = 0.06 + 0.049 \bar{x}$$

$$R_2 = 0.05 + 0.08 \bar{x}$$

با استفاده از این روابط مقادیری از r_1 ، R_1 و R_2 برای سطوح یون سولفات (\bar{x} %) در بین مقادیر موجود در جدول شماره ب-۲، درون یابی می شود.

جدول شماره ب-۱: داده‌های دقیق تعیین سولفات مملول در آب

یون سولفات گرم بر لیتر								سنگدانه
$\sqrt{V_S}$	$\sqrt{V_L}$	$\sqrt{V_{r_1}}$	R_2	R_1	r_1	\bar{X}	n	
۰٫۰۰۳	۰٫۰۱۰	۰٫۰۰۳	۰٫۰۳	۰٫۰۳	۰٫۰۱	۰٫۰۱	۹	سنگ‌آهک‌خاکستری کمرنگ ۱۴ میلی‌متری (D)
۰٫۰۰۴	۰٫۰۱۲	۰٫۰۱۵	۰٫۰۶	۰٫۰۵	۰٫۰۴	۰٫۱۴	۹	شن و ماسه کف دریا ۱۴ میلی‌متری (B)
۰٫۰۰۰	۰٫۰۴۵	۰٫۰۱۱	۰٫۱۳	۰٫۱۳	۰٫۰۳	۰٫۱۷	۹	مخلوط شن شکسته ۵ میلی‌متری سنگ‌آهک خاکستری و ماسه (E)
۰٫۰۶۵	۰٫۲۱۰	۰٫۰۳۵	۰٫۶۲	۰٫۶۰	۰٫۱۰	۱٫۳۱	۸	سرباره کوره ۱۴ میلی‌متر (A)
۰٫۰۰۰	۰٫۰۹۵	۰٫۰۴۱	۰٫۲۹	۰٫۲۹	۰٫۱۲	۲٫۱۳	۸	شیل زغال سنگ ۲۸ میلی‌متر (C)

n : تعداد آزمایشگاه‌هایی است که نتایج آنها در محاسبه داده‌های دقیق در نظر گرفته شده است.

تعریف \bar{X} ، r_1 ، R_1 ، R_2 ، V_S ، V_L ، V_{r_1} در بند ۵-۲ مرجع الزامی ۲-۶ آورده شده است.

جدول شماره ب-۲: داده‌های دقیق تعیین مقدار کل سولفات

درصد یون سولفات								سنگدانه
$\sqrt{V_S}$	$\sqrt{V_L}$	$\sqrt{V_{r_1}}$	R_2	R_1	r_1	\bar{X}	n	
۰.۰۰۶	۰.۰۱۸	۰.۰۰۸	۰.۰۶	۰.۰۶	۰.۰۲	۰.۰۲	۹	سنگ آهک خاکستری کمرنگ ۱۴ میلی متری (D)
۰.۰۰۰	۰.۰۶۲	۰.۰۱۷	۰.۰۱۸	۰.۱۸	۰.۰۵	۰.۰۸	۹	شن و ماسه کف دریا ۱۴ میلی متری (B)
۰.۰۱۴	۰.۰۴۹	۰.۰۱۲	۰.۱۴	۰.۱۴	۰.۰۳	۰.۲۸	۹	مخلوط شن شکسته ۵ میلی متری سنگ آهک خاکستری و ماسه (E)
۰.۰۳۴	۰.۱۰۰	۰.۰۱۵	۰.۳۰	۰.۲۸	۰.۰۴	۰.۵۲	۹	سرباره کوره ۱۴ میلی متری (A)
۰.۰۹۸	۰.۱۷۷	۰.۰۱۵	۰.۵۷	۰.۵۰	۰.۰۴	۰.۸۰	۹	شیل زغال سنگ ۲۸ میلی متر (C)
<p>n: تعداد آزمایشگاه‌هایی است که نتایج آنها در محاسبه داده‌های دقیق آمده است.</p> <p>تعریف \bar{X}، r_1، R_1، R_2، V_{r_1}، V_L، V_S در بند ۲-۵ از مرجع الزامی ۲-۶ آورده شده است.</p>								

جدول شماره ب-۳ : نتایج کنار گذاشته شده از مقاسبات داده‌های دقیق در جدول شماره ۳

دامنه بین نمونه‌ای		دامنه بین نمونه‌ای	میانگین آزمایشگاهی	سنگدانه	آزمایشگاه
نمونه آزمایشگاهی ۲	نمونه آزمایشگاهی ۱				
		خارج از دامنه		C	L ₂
			کنار گذاشته شده	A	L ₃
			خارج از دامنه	B	L ₃
			خارج از دامنه	C	L ₃
			کنار گذاشته شده	D	L ₃
			خارج از دامنه	E	L ₃
	خارج از دامنه			E	L ₄
	خارج از دامنه			D	L ₇
		خارج از دامنه (نمونه‌های از دست رفته)		A	L ₉

جدول شماره ب-۴ : نتایج کنار گذاشته شده از مماسبات داده‌های دقیق در جدول شماره ۴

دامنه بین نمونه‌ای		دامنه بین نمونه‌ای	میانگین آزمایشگاهی	سنگدانه	آزمایشگاه
نمونه آزمایشگاهی ۲	نمونه آزمایشگاهی ۱				
	خارج از دامنه			A	L1
			خارج از دامنه	A	L ₃
			کنار گذاشته شده	B	L ₃
			کنار گذاشته شده	C	L ₃
			خارج از دامنه	D	L ₃
			خارج از دامنه	E	L ₃
	خارج از دامنه			C	L10

