



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۵۰۲۹

تجدیدنظر دوم

۱۳۹۵

INSO
5029

2nd .Revision

2017

گچ - سنگ گچ، بتن گچی و
فرآورده‌های پانل گچی،
تجزیه شیمیایی - روش‌های آزمون

Gypsum – Gypsum, Gypsum concrete and
Gypsum panel Products,
Chemical Analysis - Test Methods

ICS: 91.100.10

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.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 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.org.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 بهمن‌ماه 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، به‌عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین‌شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان 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 به‌عنوان 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 پیش‌بینی‌شده 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 به‌منظور 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

«گچ - سنگ گچ و فرآورده‌های گچی، تجزیه شیمیایی - روش‌های آزمون»

(تجدیدنظر دوم)

رئیس:

شرقی، عبدالعلی

(دکتری مهندسی عمران)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیات علمی دانشگاه شهید بهشتی

دبیر:

محمدی راد، شهناز

(کارشناس ارشد شیمی معدنی)

کارشناس استاندارد

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اشکوب، احسان

(کارشناس مهندسی عمران)

شرکت یکتا آزمون ایرانیان

ایروانی، آزاده

(کارشناس ارشد مهندسی عمران)

اداره کل استاندارد استان اصفهان

برهانی، غلامرضا

(کارشناس شیمی)

شرکت پیکان گچ اصفهان

جوادی، زهرا

(کارشناس مهندسی شیمی)

انجمن کنترل کیفیت استان اصفهان

جوانی راد، مهدی

(کارشناس مهندسی عمران)

اداره کل استاندارد استان اصفهان

حسینی، شاهین

(کارشناس مهندسی شیمی)

اداره گمرک استان اصفهان

دری، مجتبی

(کارشناس ارشد مهندسی عمران)

شرکت بتن مهر جی

طاهری، مریم

(کارشناس مهندسی شیمی)

شرکت صنایع شیمیایی ریف ایران

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

محمدی راد، شهرام
(کارشناس مهندسی عمران)

معصومی، حسن
(کارشناس شیمی)

موسوی، سیدحسن
(کارشناس ارشد صنایع)

رفائی، فریناز
(کارشناس شیمی)

ویراستار:

شرقی، عبدالعلی
(دکتری مهندسی عمران)

سمت و/یا محل اشتغال:

سازمان نظام مهندسی ساختمان تهران

شرکت سپید گچ ساوه

شرکت سیما اردستان

اداره کل استاندارد استان اصفهان

عضو هیات علمی دانشگاه شهید بهشتی

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ آماده‌سازی نمونه
۵	۵ وسایل
۶	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۸	۷ آزمون آب آزاد
۹	۸ آزمون آب ترکیبی
۱۰	۹ آزمون کربن دی‌اکسید
۱۳	۱۰ آزمون سیلیس و سایر مواد نامحلول در اسید
۱۵	۱۱ آزمون آهن اکسید و آلومینیوم اکسید
۱۶	۱۲ آزمون کلسیم اکسید
۱۷	۱۳ آزمون منیزیم اکسید
۱۷	۱۴ آزمون سولفورتری اکسید
۲۰	۱۵ آزمون کلریدها
۲۱	۱۶ گزارش آزمون
۲۲	۱۷ روش جایگزین برای آزمون آب آزاد در سنگ گچ به‌وسیله ترازوی رطوبت‌سنج
۲۳	۱۸ روش جایگزین برای آزمون آب ترکیبی در سنگ گچ به‌وسیله ترازوی رطوبت‌سنج
۲۴	۱۹ روش جایگزین برای آزمون کلسیم سولفات به‌وسیله روش آمونیوم استات
۲۷	۲۰ روش جایگزین برای آزمون سدیم کلرید به روش کولومتری
۳۰	۲۱ روش اختیاری برای آزمون سدیم با استفاده از روش جذب اتمی
۳۲	۲۲ روش اختیاری برای آزمون سدیم به‌وسیله نورسنج شعله‌ای
۳۵	۲۳ تعیین گوگرد هشت‌وجهی با ساختار کریستالی ارتورومبیک (S ₈) در فرآورده‌های پانل گچی
۳۶	۲۴ تعیین S ₈ در فرآورده‌های پانل گچی به‌وسیله کروماتوگرافی گازی مجهز به طیف‌سنج جرمی (GC/MS)
۳۹	۲۵ تعیین S ₈ در فرآورده‌های پانل گچی به‌وسیله کروماتوگرافی گازی مجهز به آشکارساز ربایش الکترون (GC/ECD)

صفحه

عنوان

- ۲۶ تعیین S₈ در فرآورده‌های پانل گچی به‌وسیله کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا مجهز به آشکارساز فرابنفش (HPLC/UV)
- ۴۱

پیش‌گفتار

استاندارد « گچ - سنگ گچ و فرآورده‌های گچی، تجزیه شیمیایی - روش‌های آزمون » که نخستین بار در سال ۱۳۷۷ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در شصت و هشتاد و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی ساختمان و مصالح و فرآورده‌های ساختمانی مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۰۳ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به‌عنوان 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 و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۵۰۲۹: سال ۱۳۸۹ می‌شود.

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

ASTM C471M: 2016, Standard Test Methods for Chemical Analysis of Gypsum and Gypsum Products (Metric)

گچ - سنگ گچ و فرآورده‌های گچی، تجزیه شیمیایی - روش‌های آزمون

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشتی و ایمنی مناسب اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش‌های آزمون شیمیایی سنگ گچ و فرآورده‌های پانل گچی (فرآورده های صفحه ای شکل) و بتن گچی است.

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 ASTM C11, Terminology Relating to Gypsum and Related Building Materials and Systems

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۷۴۲: سال ۱۳۸۷، مصالح ساختمانی - واژه‌نامه - گچ و فرآورده‌های گچی و سامانه‌های وابسته، با استفاده از استاندارد ASTM C11: 2008 تدوین شده است.

2-2 ASTM C22/C22M, Specification for Gypsum

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۵۰۳۰: سال ۱۳۹۳، سنگ گچ - ویژگی‌ها، با استفاده از استاندارد ASTM C22: 2000(2010) تدوین شده است.

2-3 ASTM C59, Specification for Gypsum Casting Plaster and Gypsum Molding Plaster

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۷۸۵: سال ۱۳۷۳، گچ قالب سازی-ویژگی ها و روش‌های آزمون، با استفاده از استانداردهای ASTM C59: 1973 و DIN 1168:1975 تدوین شده است.

2-4 ASTM C61, Specification for Gypsum Keene's Cement

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۵۰۳۱: سال ۱۳۹۳، گچ استریش - ویژگی‌ها، با استفاده از استاندارد ASTM C61: 2000(2011) تدوین شده است.

2-5 ASTM C317/C317M, Specification for Gypsum Concrete

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۵۰۳۲: سال ۱۳۹۳، بتن گچی - ویژگی‌ها، با استفاده از استاندارد ASTM C317: 2000(2010) تدوین شده است.

2-6 ASTM C778, Specification for Standard Sand

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۸۱۹: سال ۱۳۸۹، ماسه مرجع برای استفاده در آزمون سیمان‌های هیدرولیکی - ویژگی‌ها، با استفاده از استاندارد ASTM C778: 2008 تدوین شده است.

2-7 ASTM D1193, Specification for Reagent Water

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 3696: 1987 تدوین شده است.

2-8 ASTM D1428, Test Method for Test for Sodium and Potassium In Water and Water-Formed Deposits by Flame Photometry (Withdrawn 1989)

2-9 ASTM D2013, Practice for Preparing Coal Samples for Analysis

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۶۹۱: سال ۱۳۸۹، زغال سنگ - دانه بندی زغال سنگ پودر شده - نمونه برداری و روش آزمون، با استفاده از استاندارد ASTM D197-87: 2007 تدوین شده است.

2-10 ASTM E11, Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف داده شده در استاندارد ASTM C11، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌رود:

۱-۳

استاندارد واسنجی

calibration standard

یک مخلوط شیمیایی حاوی مقادیر مشخصی از ماده مورد تجزیه است که برای توصیف سیگنال تحلیلی اندازه‌گیری شده از غلظت ماده مورد تجزیه، به کار می‌رود.

۲-۳

نمونه خشک‌شده

dried sample

نمونه بدون آب آزاد را گویند.

۳-۳

استاندارد داخلی

internal standard

ماده شیمیایی که با نظارت و تنظیم کردن اختلافات جزئی عملکرد دستگاه، در تعیین مقدار S_8 ^۱ به کار می‌رود.

۴-۳

ابزار تقسیم‌کننده نمونه

riffle

وسیله‌ای که نمونه را به صورت دستی به بخش‌های با وزن تقریباً مساوی قسمت می‌کند.
(مطابق استاندارد ASTM D2013)

۵-۳

نمونه ارسال شده

sample as received

نماینده بخشی از گچ خام یا فرآورده‌های گچی که حاوی سنگدانه‌ها، ناخالصی‌ها و آب است که برای انجام آزمون به آزمایشگاه ارسال می‌شود.

۶-۳

محل استاندارد جایگزین

surrogate standard

ماده شیمیایی که در تعیین راندمان استخراجی S_8 به کار می‌رود.

۴ آماده سازی نمونه

۴-۱ روش‌های کلی

جزئیات آماده‌سازی نمونه بر اساس نوع ماده مورد آزمون تغییر می‌کند.

۱-۱-۴ نمونه ارسال شده

مقدار کافی از نمونه را دربرمی گیرد به طوری که بعد از الک کردن حداقل ۵۰g از نمونه برای آزمون باقی بماند. کل نمونه را بلافاصله بعد از باز کردن ظرف حاوی نمونه ارسال شده، وزن کرده و آن را به عنوان وزن نمونه ارسال شده در نظر بگیرید.

۲-۱-۴ خشک کردن

نمونه را مطابق بند ۷ خشک کنید و به عنوان وزن نمونه خشک شده در نظر بگیرید.

۳-۱-۴ خرد و آسیاب کردن

نمونه خشک شده را به صورت دستی با یک هاون و دسته هاون و یا سنگ شکن مکانیکی خرد و آسیاب کنید تا از الک $250\mu\text{m}$ (شماره ۶۰) عبور کند. به خصوص در موقع استفاده از ابزار مکانیکی دقت کنید که دمای نمونه از 52°C تجاوز نکند. قبل از استفاده از وسایل آن ها را کاملاً تمیز کنید. نمونه آسیاب شده را کاملاً مخلوط کرده و برای جلوگیری از آلودگی، آن را در ظرفی که نسبت به هوا غیرقابل نفوذ است نگهداری کنید.

۴-۱-۴ آبدهی دوباره

نمونه هایی که حاوی گچ طبیعی بدون آب و کلسیم سولفات به شکلی غیر از $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ هستند را کاملاً مخلوط و دوباره آبدهی کنید. نمونه را در آب مقطر حداقل به مدت ۴۸ h مرطوب نگه دارید. نمونه آبدار را درون گرم خانه در دمای $(45 \pm 3)^\circ\text{C}$ تا رسیدن به وزن ثابت خشک کرده و دوباره مطابق زیربند ۳-۱-۴ خرد و آسیاب کنید.

۵-۱-۴ کاهش مقدار نمونه

نمونه را کاملاً مخلوط کرده و با چهار قسمت کردن و یا به وسیله ابزار تقسیم کننده نمونه، آن را به آزمونه های تقریباً ۵۰g تقلیل دهید.

۲-۴ سنگ گچ (مطابق استاندارد ASTM C22/C22M)

نمونه های سنگ گچ به شکل تخته سنگ، پودر یا هر دو ارسال می شود. در صورت لزوم کل نمونه خشک شده را مطابق زیربندهای ۳-۱-۴ و ۵-۱-۴ خرد و کاهش دهید.

۳-۴ گچ مرمری (مطابق استاندارد ASTM C61)

نمونه خشک شده را مطابق زیربند ۵-۱-۴ کاهش دهید. با حداکثر یک درصد گچ قالب گیری یا پتاسیم سولفات (K_2SO_4) مخلوط کرده و نمونه را مطابق زیربند ۴-۱-۴ دوباره آبدهی کنید.

۴-۴ بتن گچی (مطابق استاندارد ASTM C317/C317M)

نمونه خشک شده را از الک $150\ \mu\text{m}$ (شماره ۱۰۰) عبور داده و باقیمانده روی الک را دور بریزید. نمونه زیر الک را دوباره وزن کنید و درصد نمونه خشک را محاسبه کنید. مقدار نمونه را مطابق زیربند ۴-۱-۵ کاهش دهید و نمونه را کاملاً مخلوط و مطابق زیربند ۴-۱-۴ دوباره آبدهی کنید.

۴-۵ فرآورده‌های پانل گچی

نمونه خشک شده را به تکه‌های کوچک ببرید یا بشکنید. با استفاده از هاون و دسته‌هاون، به تکه‌های نمونه ضربه بزنید تا کاغذ رویی جدا شود. تکه‌های کاغذ را با دست طوری بردارید که از هسته صفحه گچی جدا شود. به دقت هر نوع باقیمانده پودر را از کاغذ بتراشید. هنگامی که تمام کاغذ از تکه‌های نمونه برطرف شد، نمونه را مطابق زیربند ۴-۱-۵ کاهش دهید.

۵ وسایل

۱-۵ ترازوی دقیق آزمایشگاهی

با قابلیت توزین بطری‌ها، سرپوش‌ها و آزمون‌ها؛

۲-۵ ترازو

با ظرفیت توزین حداقل $100\ \text{g}$ و دقت $0.001\ \text{g}$ ؛

۳-۵ گرم‌خانه

گرم‌خانه تهویه‌دار با قابلیت تنظیم دما در $(3 \pm 45)^\circ\text{C}$ ؛

۴-۵ خشکانه

با قابلیت درزبندی محکم، محتوی کلسیم کلرید یا ماده خشک‌کننده مشابه؛

۵-۵ کوره

با قابلیت رساندن و تثبیت دما با حداقل 1000°C ؛

۶-۵ ظرف توزین

شیشه بورو سیلیکات یا ظرف سرامیکی با درب محکم بدون منفذ؛

۵-۷ صفحه گرم کن

قابل کنترل، با توانایی گرم کردن ظرف چینی یا شیشه‌ای تا دمای تقریبی 120°C ؛

۵-۸ کپسول چینی دسته‌دار

با ظرفیت ۵۰ ml تا ۱۰۰ ml؛

۵-۹ قیف‌های صاف کننده

۵-۱۰ کاغذ صافی

۵-۱۱ بوته چینی

۵-۱۲ هاون و دسته‌هاون

۵-۱۳ سنگ شکن فکی مکانیکی

با قابلیت خردکن سنگ‌های گچی تا قطر ۵۰ mm؛

۵-۱۴ خردکن مکانیکی

نوع پره‌ای یا مشابه آن با قابلیت آسیاب کردن دانه‌های خروجی از سنگ شکن فکی طبق زیربند ۵-۱۳.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

۶-۱ خلوص واکنشگرها

در تمامی آزمون‌ها از واکنشگرها با درجه خلوص آزمایشگاهی استفاده کنید. مگر این که نوع خاصی ذکر شده باشد. در صورت نیاز به استفاده از دیگر واکنشگرها با درجه خلوص متفاوت، باید از خلوص بالای واکنشگرها اطمینان حاصل کرد به طوری که استفاده از آن، دقت اندازه‌گیری را کاهش ندهد.

۶-۱-۱ آمونیوم کلرید (NH_4Cl)

۶-۱-۲ آمونیم هیدروکسید (وزن مخصوص ۰/۹۰ Kg/l)

آمونیم هیدروکسید غلیظ (NH_4OH)؛

۶-۱-۳ آمونیم نیتрат (۲۵ g/l)

۲۵ g آمونیم نیترات (NH_4NO_3) را در آب مقطر حل کنید و تا حجم یک لیتر رقیق کنید.

۴-۱-۶ آمونیم اگزالات $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$

۵-۱-۶ باریم کلرید (۱۰۰ g/l)

۱۰۰ g گرم باریم کلرید $(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ را در آب مقطر حل کنید و تا حجم یک لیتر رقیق کنید.

۶-۱-۶ کلسیم کلرید (CaCl_2)

کلسیم کلرید بدون آب، با آب ترکیبی کمتر از پنج درصد؛

۷-۱-۶ هیدروکلریک اسید (وزن مخصوص ۱/۱۹ Kg/l)

هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl) ؛

۸-۱-۶ هیدروکلریک اسید (۱+۴)

یک حجم هیدروکلریک اسید (وزن مخصوص ۱/۱۹ Kg/l) را با چهار حجم آب مقطر مخلوط کنید.

۹-۱-۶ هیدروکلریک اسید (۱+۵)

یک حجم هیدروکلریک اسید (وزن مخصوص ۱/۱۹ Kg/l) را با پنج حجم آب مقطر مخلوط کنید.

۱۰-۱-۶ نیتریک اسید (وزن مخصوص ۱/۴۲ Kg/l)

نیتریک اسید غلیظ (HNO_3) ؛

۱۱-۱-۶ محلول پتاسم کرومات (۱۰۰ g/l)

۵ g پتاسیم کرومات (K_2CrO_4) را در ۵۰ ml آب مقطر حل کنید و ده قطره محلول نقره نیترات ۰/۰۵ نرمال (AgNO_3) به آن اضافه کنید. اجازه دهید پنج دقیقه بماند، سپس آن را صاف کنید.

۱۲-۱-۶ پتاسیم پرمنگنات (۵/۶۳۳۹ g/l)

۵/۶۳۳۹ g پتاسیم پرمنگنات (KMnO_4) را در آب مقطر حل کنید و تا حجم یک لیتر رقیق کنید.

۱۳-۱-۶ محلول استاندارد نقره نیترات (۰/۰۵ نرمال)

محلول نقره نیترات (AgNO_3) ۰/۰۵ نرمال تهیه و استاندارد کنید.

۱۴-۱-۶ سدیم آمونیم فسفات ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$)

۱۵-۱-۶ سولفوریک اسید (وزن مخصوص $1/84 \text{ Kg/l}$)

سولفوریک اسید غلیظ (H_2SO_4)؛

۱۶-۱-۶ سولفوریک اسید (۱+۶)

یک حجم سولفوریک اسید (وزن مخصوص $1/84 \text{ Kg/l}$) را با شش حجم آب مقطر مخلوط کنید.

۱۷-۱-۶ نیتریک اسید (۰/۱ نرمال)

$1/4 \text{ ml}$ نیتریک اسید (وزن مخصوص $1/42 \text{ Kg/l}$) را با 200 ml آب مقطر مخلوط کنید.

۱۸-۱-۶ محلول شناساگر فنل فتالین

$0/25 \text{ g}$ فنل فتالین را در 30 ml متانول حل کرده و با آب مقطر به حجم 50 ml برسانید.

۱۹-۱-۶ محلول سدیم هیدروکسید (۰/۱ نرمال)

1 g سدیم هیدروکسید (NaOH) را در 250 ml آب مقطر حل کنید.

۲۰-۱-۶ آب مقطر

آب مورد مصرف در واکنش باید مطابق استاندارد ASTM D1193، نوع II و موارد زیر باشد.

- هدایت الکتریکی برحسب $\mu\text{S/cm}$ در 25°C ، حداکثر $1/0$
- مقاومت الکتریکی برحسب $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ در 25°C ، حداقل $1/0$
- کل کربن آلی برحسب $\mu\text{g/l}$ ، حداکثر $50/0$
- سدیم برحسب $\mu\text{g/l}$ ، حداکثر $5/0$
- کلریدها برحسب $\mu\text{g/l}$ ، حداکثر $5/0$
- کل سیلیس برحسب $\mu\text{g/l}$ ، حداکثر $5/0$

۷ آزمون آب آزاد

۱-۷ اهمیت و کاربرد

این آزمون مقدار آب آزاد موجود در نمونه را در مقابل آب ترکیبی شیمیایی تعیین می کند و نمونه را برای آزمون های بعدی آماده می سازد.

۷-۲ روش اجرای آزمون

۷-۲-۱ یک نمونه ارسال شده به وزن حداقل ۵۰g را با دقت ۰/۰۰۱g وزن کرده و آن را به صورت یک لایه نازک در یک ظرف مناسب پخش کنید. سپس آن را در گرمخانه قرار داده و در دمای $(45 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ به مدت ۲h خشک کنید، سپس در خشکانه خنک کرده و دوباره وزن کنید. کاهش وزن، مربوط به آب آزاد است.

۷-۲-۲ نمونه خشک شده را برای آزمون بعدی در خشکانه یا ظرف دربسته نگهداری کنید.

۷-۳ بیان نتایج

کاهش وزن را به صورت درصد نمونه ارسال شده یا نمونه خشک شده محاسبه و گزارش کنید.

۷-۴ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای تجزیه آب آزاد تعیین نشده است.

۸ آزمون آب ترکیبی

۸-۱ اهمیت و کاربرد

این آزمون آب ترکیبی شیمیایی را تعیین می کند و برای محاسبه خلوص یا مقدار سنگ گچ یا مقدار گچ ساختمانی در فرآورده های گچی کاربرد دارد.

۸-۲ تداخل ها

برخی ترکیبات از جمله ترکیبات هیدراته (آبدار) و آلی که در همان دامنه دمایی گچ تجزیه می شوند نتایج را بالاتر از حد انتظار نشان می دهند. بعضی کربنات ها هنگام تجاوز از حداکثر دما دستخوش تجزیه شده و نتایج را بالاتر نشان می دهند.

۸-۳ روش اجرای آزمون

۸-۳-۱ برای هر نمونه، سه ظرف توزین با درپوش را در کوره که از قبل گرم شده است قرار دهید و به مدت ۲h در دمای 215°C الی 230°C حرارت دهید. سپس ظروف توزین را در خشکانه قرار داده و اجازه دهید تا دمای محیط سرد شود. ظروف توزین با درپوش را با دقت ۰/۰۰۰۱g توزین و وزن خالص ظروف را ثبت کنید.

۸-۳-۲ از هر نمونه، سه آزمون تقریباً ۱g طبق بند ۴ آماده و طبق بند ۷ خشک نمایید و آن ها را درون ظروف توزین که قبلاً وزن شده، با دقت ۰/۰۰۰۱g توزین نموده و وزن کل با درپوش را ثبت کنید.

۸-۳-۳ آزمون‌ها را داخل کوره درحالی که درپوش‌های هر ظرف توزین به صورت آزاد قرار گرفته، به مدت ۲h تا رسیدن به وزن ثابت قرار دهید.

۸-۳-۴ درپوش‌های ظروف توزین را محکم کرده، از کوره خارج کنید و در خشکانه تا رسیدن به دمای محیط سرد کنید.

۸-۳-۵ هر آزمون را با دقت 0.001 g وزن کرده و وزن آن‌ها را یادداشت کنید.

۸-۳-۶ باقیمانده را برای آزمون کربن دی‌اکسید نگه دارید.

۸-۴ بیان نتایج

میانگین کاهش وزنی سه آزمون را برحسب درصد نمونه ارسال شده یا نمونه خشک شده (در صورت نیاز) با دقت 0.001 g محاسبه و وزن خالص را گزارش کنید.

۸-۵ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون آب ترکیبی تعیین نشده است.

۹ آزمون کربن دی‌اکسید

۹-۱ خلاصه روش آزمون

نمونه با هیدروکلریک اسید، تجزیه شده و کربن دی‌اکسید آزاد شده از بین یک سری جاذب (به منظور حذف آب و سولفیدها) عبور داده می‌شود. CO_2 توسط ماده آسکاریت^۱، یک نوع ماده جاذب مخصوص از جنس سدیم هیدروکسید با پوشش سیلیس، جذب شده و افزایش وزن لوله جذب، تعیین و به صورت درصد CO_2 محاسبه می‌شود.

۹-۲ اهمیت و کاربرد

تعیین کربن دی‌اکسید در تخمین مقدار کربنات‌ها و کربن آلی برای موازنه شیمیایی قابل استفاده است.

۹-۳ مواد و/یا واکنشگرها

۹-۳-۱ منیزیم پرکلرات خشک کننده

برای خشک کردن؛

۹-۳-۲ سدیم هیدروکسید جاذب

سدیم هیدروکسید درشت با پوشش سیلیس؛

۹-۴ وسایل

وسایل نمایش داده شده در شکل ۱، «دستگاه اندازه‌گیری کربن دی‌اکسید» و شامل موارد زیر است:

۹-۴-۱ بخش A، ظرف شیشه‌ای دهان‌گشاد خالص‌سازی، فلمینگ، حاوی سولفوریک اسید؛

۹-۴-۲ بخش B، لوله خشک‌کن، U شکل با بازوهای جانبی و درپوش‌های شیشه‌ای. بازوهای جانبی برای نگه‌داشتن لوله لاستیکی می‌باشد. لوله‌های سمت چپ حاوی ماده خشک‌کن و لوله سمت راست حاوی ماده آسکاریت است؛

۹-۴-۳ بخش C، ظرف ارلن مایر ۲۵۰ ml، با دهانه سنباده‌ای ۲۴/۲۰؛

۹-۴-۴ بخش D، قیف جداکننده با درپوش سنباده‌ای و محل اتصال سنباده‌ای توخالی قابل تعویض. یک لوله رابط با انتهای خمیده که تقریباً ۱۵ mm بالاتر از کف ارلن مایر قرار گرفته است و برای افزودن اسید به داخل ارلن مایر استفاده می‌شود؛

۹-۴-۵ بخش E، میرد (سردکننده)؛

۹-۴-۶ بخش F، شیشه شستشوی گاز، ۲۵۰ ml، مجهز به درپوش محکم، حاوی آب مقطر برای نگه‌داری اسید اضافی که از دستگاه قلیاسنج آزاد شده است؛

۹-۴-۷ بخش G، لوله U شکل، حاوی قطعات کوچک فلز روی برای حذف آخرین مقادیر جزئی هیدروکلریک اسید؛

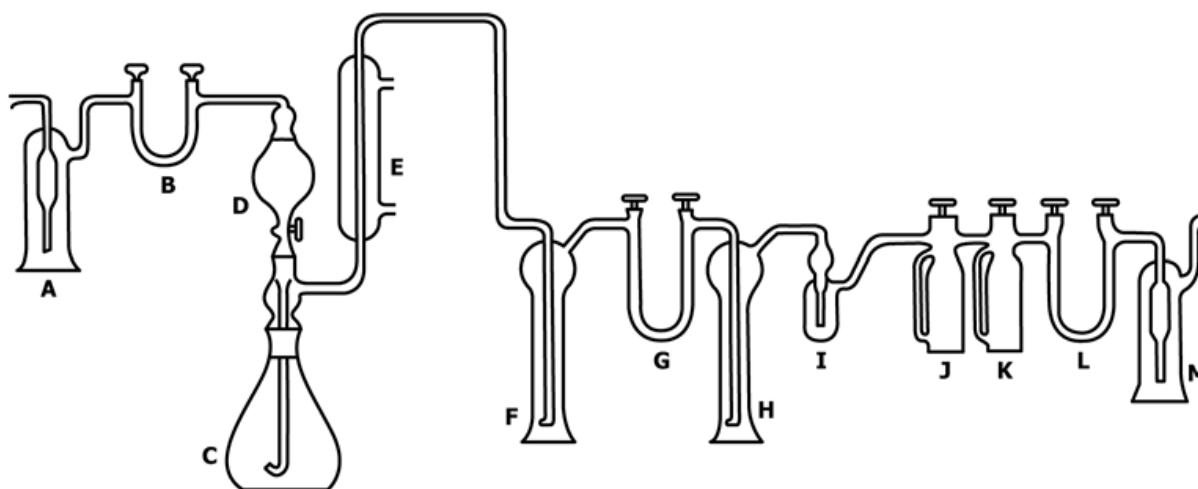
۹-۴-۸ بخش H، شیشه شستشوی گاز، ۲۵۰ ml، با درپوش محکم حاوی سولفوریک اسید غلیظ و تله I، برای حذف هرگونه غبار SO_3 باقی‌مانده؛

۹-۴-۹ بخش J، حباب جاذب، حاوی ماده خشک‌کن برای حذف آخرین مقادیر ناچیز بخار آب؛

۹-۴-۱۰ بخش K، حباب جاذب CO_2 ، حاوی آسکاریت که به‌صورت زیر پر شده است: روی کف حباب لایه‌ای از پشم‌شیشه قرار دهید که تا بالای روزنه‌ای که در ته حباب است، پوشیده شود. بالای آن لایه‌ای از ماده خشک‌کن به ضخامت تقریباً ۱۰ mm و بلافاصله بالای آن، لایه دیگری از پشم‌شیشه قرار دهید. سپس آسکاریت را آن‌قدر اضافه کنید تا حباب تقریباً پر شود. یک لایه فوقانی از ماده خشک‌کن به ضخامت تقریباً ۱۰ mm بر روی آسکاریت قرار داده و روی آن را با پشم‌شیشه بپوشانید؛

۹-۴-۱۱ بخش L، لوله محافظ U شکل که با ماده خشک‌کن در سمت چپ لوله و ماده آسکاریت در سمت راست پر شده است؛

۹-۴-۱۲ بخش M، ظرف شیشه‌ای دهان‌گشاد خالص‌سازی، فلمینگ، حاوی سولفوریک اسید؛



شکل ۱- دستگاه اندازه‌گیری کربن دی‌اکسید

۹-۵ روش اجرای آزمون

۹-۵-۱ پس از خشک کردن نمونه طبق بند ۸ این استاندارد، باقیمانده حاصل را در ارلن مایر ۲۵۰ ml (C) قرار دهید. ارلن مایر را به تجهیزات نشان داده‌شده در شکل ۱ متصل کنید. سامانه را با عبور دادن جریان هوای عاری از دی‌اکسید کربن به مدت ۱۰ min الی ۱۵ min از کربن دی‌اکسید تخلیه کنید.

۹-۵-۲ حباب جاذب را با دقت ۰/۰۰۰۱g وزن کرده و آن را به دستگاه متصل کنید. درپوش شیشه‌ای قیف جداکننده را بردارید، ۵۰ ml هیدروکلریدریک اسید رقیق (۱+۱) در قیف جداکننده (D) ریخته و درپوش را با اتصال قابل تعویض سنباده‌ای توخالی که از آن لوله‌ای برای ورود هوای خالص عبور کرده است در جای خود قرار دهید. شیر قیف جداکننده را باز کنید و هوا را از بالای قیف وارد کنید تا هیدروکلریدریک اسید به داخل ارلن مایر (C) منتقل شود.

۹-۵-۳ گردش آب سرد از میان مبرد (E) را شروع کرده، همراه با آن هوای عاری از CO_2 را با سرعت متوسط از میان دو حباب جاذب عبور دهید. یک صفحه گرم‌کن کوچک یا چراغ‌گاز را زیر ارلن مایر حاوی نمونه قرار دهید و محتویات آن را تقریباً ۲ min بجوشانید. صفحه گرم‌کن را برداشته و دمیدن هوای خالص را با جریان تقریباً سه حباب در هر ثانیه به مدت ۱۰ min ادامه دهید تا دستگاه از CO_2 تخلیه شود. شیر حباب جاذب را ببندید و آن را از دستگاه جدا کرده و وزن کنید. جهت متعادل کردن فشار، هرچند لحظه درپوش را بردارید. یک حباب جاذب دوم به‌عنوان وزنه‌ی مقابل در همه توزین‌ها استفاده کنید به‌جز در حالتی که از ترازوی یک کفه‌ای استفاده شود.

۶-۹ بیان نتایج

درصد CO_2 برحسب نمونه خشک شده را طبق معادله ۱ محاسبه کنید:

$$\text{CO}_2 \% = ((A-B)/C \times 100)(1-D) \quad (1)$$

که در آن:

A جرم حباب جاذب به اضافه CO_2 برحسب g؛

B جرم حباب جاذب قبل از آزمون برحسب g؛

C جرم آزمون برحسب g؛

D درصد آب ترکیبی که طبق بند ۸ این استاندارد تا یک رقم اعشار تعیین شده است.

درصد CO_2 نمونه ارسال شده را طبق معادله ۲ محاسبه کنید:

$$\text{CO}_2 \% = E (1-F) \quad (2)$$

که در آن:

E نتیجه معادله ۱؛

F درصد آب آزاد که طبق بند ۷ این استاندارد تا یک رقم اعشار تعیین شده است.

۷-۹ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون کربن دی اکسید تعیین نشده است.

۱۰ آزمون سیلیس و سایر مواد نامحلول در اسید

۱-۱۰ خلاصه روش آزمون

سنگ گچ و سایر ترکیبات محلول در اسید نمونه، در هیدروکلریک اسید رقیق حل می شوند. باقیمانده ترکیبات، وزن شده و به عنوان سیلیس و سایر مواد نامحلول در اسید گزارش می گردد.

۲-۱۰ اهمیت و کاربرد

آزمون سیلیس و سایر مواد نامحلول در اسید، درصد یکی از ناخالصی های خنثی در سنگ گچ و فرآورده های گچی را تعیین می کند.

۱۰-۳ روش اجرای آزمون

آزمون در سه مرحله و به شرح زیر انجام می‌شود:

۱۰-۳-۱ حدود ۱ g از نمونه آماده‌شده طبق بند ۴ این استاندارد، با دقت ۰/۰۰۰۱ g وزن کنید.

۱۰-۳-۲ آزمون را در یک کپسول چینی دسته‌دار قرار دهید. حدود ۵۰ ml هیدروکلریک اسید (۵+۱) اضافه کنید. به آرامی و با احتیاط تا خشک شدن سطحی روی یک صفحه گرم‌کن حرارت دهید. حداقل به مدت ۲۰ min خشک کردن را ادامه دهید. همین آزمون را بر روی نمونه شاهد درون کپسول چینی دسته‌دار به‌طور موازی انجام دهید و تا دمای محیط سرد کنید.

۱۰-۳-۳ مقدار کافی هیدروکلریک اسید (وزن مخصوص ۱/۱۹ Kg/l) برای مرطوب کردن باقیمانده جامد اضافه کنید. ۲۰ ml آب اضافه کنید، محلول را بجوشانید و از کاغذ صافی بافت ریز عبور دهید. رسوب باقی‌مانده روی کاغذ صافی را با حداقل ۱۰۰ ml آب مقطر با دمای محیط، کاملاً بشویید تا رسوب باقی‌مانده عاری از کلرید شود. به جای آن که دو یا سه بار قیف را تا لبه پر از آب کنیم، مؤثرترین روش شستشو، استفاده از مقادیر بسیار کمی آب شستشو است. برای بررسی وجود کلرید در محلول زیر صافی، به مقدار کمی از آن چند قطره محلول نقره نیترات (AgNO_3) ۰/۱ نرمال اضافه کنید. رسوب سفید نشان می‌دهد که شستشوی بیشتری لازم است. محلول آزمون بررسی وجود کلر را دور بریزید.

۱۰-۳-۴ رسوب صاف‌شده را به همان کپسول چینی دسته‌دار برگردانید و آن را حرارت دهید تا خشک شود و به مدت ۱ h در دمای 120°C قرار دهید، سپس سرد کنید. به کپسول چینی سرد شده مقدار کافی هیدروکلریک اسید (وزن مخصوص ۱/۱۹ Kg/l) برای مرطوب کردن باقیمانده جامد اضافه کنید. ۵۰ ml آب اضافه نموده، محلول را بجوشانید.

۱۰-۳-۵ محتویات کپسول چینی را دوباره از کاغذ صافی بافت ریز دیگری عبور داده و شستشو دهید. رسوب باقی‌مانده روی کاغذ صافی را طبق زیربند ۱۰-۳-۳ شستشو دهید تا محلول زیر صافی عاری از کلرید شود. محلول صاف‌شده را برای تجزیه آهن و آلومینیوم اکسید نگه‌داری کنید.

۱۰-۳-۶ تعدادی بوتله کافی را در کوره الکتریکی مافل قرار داده به تدریج گرم نمایید و یا بوتله‌ها را در یک گرم‌خانه به مدت ۱۵ min الی ۲۰ min قرار دهید. سپس در کوره الکتریکی مافل 900°C قرار دهید. بوتله‌ها را تا رسیدن به دمای محیط در یک خشکانه سرد کنید.

۱۰-۳-۷ هر دو کاغذ صافی را به یک بوتله وزن شده منتقل کرده، به آهستگی بدون شعله‌ور شدن بسوزانید. تمام کربن را بسوزانید و سپس در یک کوره الکتریکی مافل در دمای 900°C به مدت ۱۵ min قرار دهید.

۱۰-۳-۸ بوتله‌ها را در خشکانه سرد کرده و با دقت ۰/۰۰۰۱ g وزن کنید.

۴-۱۰ بیان نتایج

میانگین وزن سه نمونه رسوب را محاسبه و به عنوان مقدار سیلیس (SiO_2) و سایر مواد نامحلول برحسب درصد نمونه ارسال شده یا در صورت لزوم برحسب درصد نمونه خشک شده، گزارش کنید.

۵-۱۰ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای سیلیس و سایر مواد نامحلول تعیین نشده است.

۱۱ آزمون آهن اکسید و آلومینیوم اکسید

۱-۱۱ اهمیت و کاربرد

آزمون اکسید آهن و اکسید آلومینیوم ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)، برای تعیین مقدار این اکسیدهای فلزی در گچ و فرآورده های گچی به کار می رود.

۲-۱۱ روش اجرای آزمون

به محلول صاف شده که طبق بند ۱۰ به دست آمده است، چند قطره نیتریک اسید (HNO_3) اضافه کنید، برای اطمینان از اکسید شدن آهن، آن را بجوشانید. ۲ g آمونیم کلرید (NH_4Cl) که قبلاً در آب حل شده، اضافه کنید. محلول را با افزودن آمونیم هیدروکسید (NH_4OH) قلیایی کنید. به مدت چند دقیقه کوتاه محلول را حرارت دهید تا رسوب تشکیل شود. رسوب را صاف کرده، بشویید و در دمای 1000°C به مدت ۳۰ min یا تا رسیدن به وزن ثابت در یک کوره الکتریکی مافل قرار دهید و رسوب حاصل را به عنوان ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$) وزن کنید. محلول صاف شده را برای آزمون CaO نگهداری کنید.

یادآوری - اضافه کردن مقدار کمی خمیر کاغذ صافی بدون خاکستر به صاف شدن رسوب کمک می کند.

۳-۱۱ بیان نتایج

مجموع ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$) را برحسب درصد نمونه ارسال شده یا در صورت لزوم برحسب نمونه خشک شده محاسبه کنید. این رسوب با انجام عملیات بیشتر قابل جداسازی به دو اکسید است که معمولاً غیر ضروری است.

۴-۱۱ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون آهن اکسید و آلومینیوم اکسید تعیین نشده است.

۱۲ آزمون کلسیم اکسید

۱-۱۲ اهمیت و کاربرد

آزمون کلسیم اکسید (CaO)، برای تعیین مقدار کلسیم اکسید و کلسیم کربنات (CaCO_3) در سنگ گچ و فرآورده‌های گچی به کار می‌رود.

۲-۱۲ روش اجرای آزمون

۱-۲-۱۲ به محلول صاف‌شده و تهیه‌شده طبق بند ۱۱، ۵ g آمونیم اگزالات ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$) حل‌شده در آب، اضافه کنید. محلول را به مدت ۳۰ min در حرارت کم قرار داده، با افزودن آمونیم هیدروکسید مطمئن شوید که محلول قلیایی شده است. سپس آن را صاف‌کرده و بشویید و به مدت ۲ h در یک بوتله پلاتینی درون کوره مافل، دمای 1000°C تا رسیدن به وزن ثابت قرار دهید.

۲-۲-۱۲ روش آزمون جایگزین

به محلول صاف‌شده و تهیه‌شده طبق بند ۱۱، ۵ g آمونیم اگزالات ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$) حل‌شده در آب، اضافه کنید. محلول را به مدت ۳۰ min در حرارت کم قرار داده، با افزودن آمونیم هیدروکسید مطمئن شوید که محلول قلیایی شده است. سپس آن را صاف‌کرده و بشویید. رسوب را به یک بشر منتقل کنید و کاغذ صافی را با سولفوریک اسید (۱+۶) داغ بشویید و محلول‌های شستشو را در همان بشر جمع‌آوری کنید. در صورت لزوم، برای تکمیل عمل انحلال همراه با افزایش سولفوریک اسید بیشتر، آن را به آرامی حرارت دهید. درحالی‌که محلول هنوز گرم است، با محلول پتاسیم پرمنگنات (KMnO_4)، ۵/۶۳۳۹ g/l تا مشاهده رنگ صورتی پایدار تیترو کنید.

۳-۱۲ بیان نتایج

تعداد میلی‌لیترهای محلول پتاسیم پرمنگنات استفاده‌شده، مستقیماً درصد آهک در نمونه خشک‌شده را تعیین می‌کند. کلسیم اکسید را برحسب درصد نمونه ارسال‌شده یا در صورت لزوم، برحسب درصد نمونه خشک‌شده محاسبه کنید.

۴-۱۲ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون کلسیم اکسید تعیین نشده است.

۱۳ آزمون منیزیم اکسید

۱-۱۳ اهمیت و کاربرد

آزمون منیزیم اکسید (MgO)، برای تعیین مقدار منیزیم اکسید و منیزیم کربنات ($MgCO_3$) در سنگ گچ و فرآورده‌های گچی به کار می‌رود.

۲-۱۳ روش اجرای آزمون

به محلول صاف‌شده و تهیه‌شده طبق زیربند ۱۲-۲-۱ یا زیربند ۱۲-۲-۲، آب مقطر اضافه کنید تا به حجم ۶۰۰ ml برسد. سپس آن را سرد کرده و ۱۰ ml آمونیم هیدروکسید و ۵ g سدیم آمونیم فسفات ($NaNH_4HPO_4$) حل‌شده در آب، اضافه کنید. به‌شدت آن را هم بزنید تا رسوب شروع به تشکیل شدن نماید. اجازه دهید محلول به مدت یک‌شب ساکن بماند. با استفاده از یک بوته گوجه‌ای، آن را صاف کنید و با محلول آمونیوم نیترات (NH_4NO_3) بشویید. رسوب را به مدت ۲ h درون کوره مافل، دمای $1000^\circ C$ تا رسیدن به وزن ثابت قرار دهید.

۳-۱۳ بیان نتایج

وزن رسوب را در عدد ۰٫۳۶۲۰۷ ضرب کند تا وزن منیزیم اکسید (MgO) به دست آید. منیزیم اکسید را برحسب درصد نمونه ارسال‌شده یا در صورت لزوم، برحسب درصد نمونه خشک‌شده محاسبه کنید.

۴-۱۳ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون منیزیم اکسید تعیین نشده است.

۱۴ آزمون سولفورتری اکسید

۱-۱۴ خلاصه روش آزمون

در این آزمون، سولفات حاصل از محلول اسیدی گچ، با باریم کلرید ($BaCl_2$) رسوب داده می‌شود. رسوب صاف‌شده و به‌عنوان باریم سولفات ($BaSO_4$) وزن شده و سولفورتری اکسید (SO_3) هم‌ارز آن محاسبه می‌شود.

۲-۱۴ اهمیت و کاربرد

در بیان ویژگی‌های سنگ گچ و برخی فرآورده‌های گچی، مقدار کلسیم سولفات ($CaSO_4$) به شکل کلسیم سولفات دوآبه ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) یا کلسیم سولفات نیم آبه ($CaSO_4 \cdot 1/2H_2O$) مشخص می‌شود. در این روش آزمون، فرض می‌شود که مقدار ناچیزی سولفات، به‌غیراز کلسیم سولفات وجود دارد. این روش آزمون برای

تعیین ویژگی‌های قابل قبول سنگ گچ و فرآورده‌های گچی استفاده می‌شود و معمولاً در کنترل کیفیت کاربرد دارد.

۱۴-۳ تداخل‌ها

این روش آزمون برای سنگ گچ طبیعی و ناخالصی‌های معمول آن در نظر گرفته شده است. گاهی سنگ گچ تولیدشده از راه ترکیب شیمیایی^۱، دارای تعداد بیشتری عناصر و ترکیبات تداخل کننده می‌باشد که در این صورت این روش نتایج صحیحی ارائه نمی‌دهد. برخی از تداخل‌ها در این روش آزمون از نظر تئوری بر روی نتایج اثر می‌گذارند.

هم رسوبی و جفت‌شدگی از جمله مشکلاتی هستند که اگر محلول، شدیداً اسیدی یا قلیایی باشد به وجود می‌آید. دقیق‌ترین محاسبات در آزمون سولفورتری اکسید، بر روی نمونه‌هایی که کاملاً آبدار شده و یا کاملاً بدون آب هستند، به دست می‌آید.

۱۴-۴ روش اجرای آزمون

۱۴-۴-۱ از نمونه‌هایی که طبق بند ۴ انتخاب و آماده شده‌اند، یک آزمون تقریباً 0.5 g با دقت 0.0001 g وزن کنید.

۱۴-۴-۲ نمونه وزن شده را در یک بشر 400 ml قرار دهید. 50 ml هیدروکلریک اسید $(1+5)$ اضافه کنید. آن را بجوشانید و با میله شیشه‌ای ته صاف هم بزنید تا نمونه کاملاً خرد شود. حدود 100 ml آب جوش اضافه کنید و جوشاندن را به مدت 15 min ادامه دهید. در صورت لزوم، این مرحله را ادامه دهید تا کل زمان جوشیدن کمتر از یک ساعت نشود.

۱۴-۴-۳ با استفاده از کاغذ صافی، محلول را در یک ارلن مایر 600 ml صاف کنید و محتویات بشر 400 ml را کاملاً با آب مقطر داغ شستشو دهید. با دقت جداره داخلی بشر 400 ml را با یک میله شیشه‌ای با سری سوهان دار بشویید و مطمئن شوید که همه رسوبات و مواد نامحلول به داخل کاغذ صافی منتقل شده است. اگر این روش آزمون به طریق دیگری انجام نشده باشد، کاغذ صافی را با رسوبات خشک کنید و بسوزانید و به عنوان مواد نامحلول وزن کنید.

۱۴-۴-۴ محلول صاف شده را 400 ml الی 500 ml رقیق کنید. یک تا دو قطره شناساگر متیل قرمز^۲ 0.1% به آن اضافه کنید. یک نمونه محلول هیدروکلریک اسید 0.05 نرمال تا 0.1 نرمال به مقدار 400 ml تا 500 ml تهیه کنید. به آن یک قطره تا دو قطره شناساگر متیل قرمز 0.1% اضافه کنید. رنگ این محلول را با

1- Synthetic
2- Methyl red

رنگ محلول صاف شده مقایسه کنید. محلول صاف شده را رقیق کنید یا محلول هیدروکلریک اسید (۵+۱) اضافه کنید تا pH آن معادل محلول هیدروکلریک اسید ۰/۰۵ نرمال تا ۰/۱ نرمال برسد.

۱۴-۴-۵ محلول صاف شده را بجوشانید و ۲۰ ml محلول باریم کلرید ۱۰٪ نزدیک به جوش را با استفاده از یک پی پت، قطره قطره و در حال هم زدن محلول اضافه کنید. محلول باریم کلرید باید حداقل یک روز قبل از استفاده تهیه شده باشد. جوشاندن محلول را به مدت ۱۰ min تا ۱۵ min ادامه دهید و به مدت ۳ h در حرارت کم قرار دهید تا رسوب ته نشین گردد.

۱۴-۴-۶ محلول را صاف کرده و تقریباً با ۱۲۵ ml تا ۱۵۰ ml آب داغ شستشو دهید تا رسوب عاری از کلرید شود. برای بررسی وجود کلرید در محلول زیر صافی، به مقدار کمی از آن چند قطره محلول نقره نیترات (AgNO₃) ۰/۱ نرمال اضافه کنید. رسوب سفید نشان می دهد که شستشوی بیشتری لازم است. برای صاف کردن سریع، می توان از بوته های فیلتردار استفاده کرد در این صورت، بوته مورد استفاده باید قبلاً با صاف کردن مجدد مورد آزمون قرار گیرد. برای این منظور محلول صاف شده را از بوته حاوی کاغذ صافی عبور دهید، رسوب جمع شده روی کاغذ صافی نباید بیشتر از ۲ mg باشد.

۱۴-۴-۷ رسوب و کاغذ صافی را در یک بوته وزن شده، به آهستگی و بدون شعله ور شدن کاغذ بسوزانید. همه کربن را سوزانده و در یک کوره الکتریکی مافل در دمای ۸۰۰ °C الی ۹۰۰ °C یا با استفاده از چراغ بنزن با شعله ای به رنگ قرمز روشن به مدت ۱۵ min تا ۲۰ min بسوزانید. بوته فیلتردار را با قرار دادن آن در یک گرم خانه، خشک کنید و سپس در یک کوره الکتریکی مافل در دمای ۸۰۰ °C الی ۹۰۰ °C به مدت ۱۵ min تا ۲۰ min قرار دهید.

یادآوری - قبل از هر بار استفاده، بوته ها را کاملاً تمیز کنید و در کوره در دمای ۸۰۰ °C الی ۹۰۰ °C گرم کرده و قبل از وزن کردن در یک خشکانه سرد کنید.

۱۴-۴-۸ بوته ها را در یک خشکانه سرد کرده و با دقت ۰/۰۰۰۱ g وزن کنید.

۱۴-۵ بیان نتایج

وزن رسوب را در ۰/۳۴۳ ضرب کنید تا وزن سولفورتری اکسید (SO₃) تعیین شود. سولفورتری اکسید را برحسب درصد نمونه ارسال شده یا در صورت لزوم، برحسب درصد نمونه خشک شده محاسبه کنید.

۱۴-۶ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون سولفورتری اکسید تعیین نشده است.

۱۵ آزمون کلریدها

۱-۱۵ اهمیت و کاربرد

مقادیر کم کلریدها در سنگ گچ و فرآورده‌های گچی اغلب اثر زیان‌آوری روی کاربرد آن‌ها دارد. این آزمون برای اندازه‌گیری مقدار کلریدهای موجود استفاده می‌شود و به‌صورت سدیم کلرید گزارش می‌گردد.

۲-۱۵ روش اجرای آزمون

۱-۲-۱۵ تقریباً ۲۰/۰ g نمونه که طبق بند ۴ تهیه شده، با دقت ۰/۰۰۱ g وزن کنید و به یک بشر ۴۰۰ ml منتقل کنید. ۱۵۰ ml آب اضافه کرده و هم بزنید و دقیقاً تا زیر نقطه‌جوش گرم کنید. بشر را با یک شیشه ساعت بپوشانید و آن را دقیقاً تا زیر نقطه‌جوش (حداقل 80°C) به مدت ۱ h نگه‌دارید و گاهی هم بزنید. روی یک قیف بوخنر همراه با کاغذ صافی متوسط با استفاده از خلأ صاف کنید. رسوب را چهار بار با آب داغ ۲۰ ml بشویید.

۲-۲-۱۵ دو قطره محلول شناساگر فنل فتالئین به محلول صاف‌شده اضافه کنید. اگر محلول صاف‌شده صورتی نشد، ضمن هم زدن محلول، قطره‌قطره محلول سدیم هیدروکسید ۰/۱ نرمال اضافه کنید تا رنگ صورتی کمرنگ ایجاد شود. سپس قطره‌قطره نیتریک اسید ۰/۱ نرمال به آن اضافه کنید تا لحظه‌ای که رنگ صورتی ناپدید شود.

۳-۲-۱۵ اگر مقدار کلرید خیلی کم باشد، تمام محلول صاف‌شده را به یک بشر ۴۰۰ ml منتقل کنید و مطابق بند ۴-۲-۱۵ عمل کنید. اگر مقدار کلرید بیشتر از حد انتظار باشد، محلول صاف‌شده را به یک بالن حجمی ۲۵۰ ml منتقل کرده تا دمای محیط سرد کنید و سپس به حجم ۲۵۰ ml برسانید. مقدار مناسبی از آن را به یک بشر ۴۰۰ ml منتقل کرده و تا حجم ۱۰۰ ml الی ۲۵۰ ml رقیق کنید.

۴-۲-۱۵ بشر محتوی نمونه را روی یک سطح سفید قرار دهید و ۰/۵ ml (۱۰ قطره) محلول پتاسیم کرومات (K_2CrO_4) اضافه کنید و با محلول نقره نیترات به وسیله میکروپورت با ظرفیت ۱۰ ml و درجات ۰/۰۲ ml، تیترا کنید تا رنگ پایدار نارنجی کمرنگ ظاهر شود.

۵-۲-۱۵ یک تیتراسیون شاهد با استفاده از همان حجم آب، معادل حجم نمونه و همان مقدار محلول پتاسیم کرومات (K_2CrO_4) انجام دهید تا همان رنگ محلول به دست آید.

۳-۱۵ بیان نتایج

حجم محلول نقره نیترات (AgNO_3) استفاده‌شده برای تیتراسیون شاهد را از حجم استفاده‌شده برای تیتراسیون نمونه کم کنید تا حجم خالص تیتراسیون به دست آید. یک میلی‌لیتر حجم تیتراسیون خالص معادل ۰/۰۰۲۹۲۳ g سدیم کلرید (NaCl) است. سدیم کلرید را برحسب درصد نمونه ارسال‌شده یا در صورت لزوم، برحسب درصد نمونه خشک‌شده محاسبه کنید.

۴-۱۵ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون کلرید تعیین نشده است.

۱۶ گزارش آزمون

نتایج به دست آمده از آزمون‌ها را به شکل زیر گزارش کنید:

عنوان	درصد
آب آزاد	...
آب ترکیبی	...
کربن دی اکسید (CO_2)	...
سیلیس (SiO_2) و مواد نامحلول	...
مجموع آهن و آلومینیوم اکسید ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)	...
آهک (CaO)	...
منیزیم اکسید (MgO)	...
سولفورتری اکسید (SO_3)	...
سدیم کلرید (NaCl)	...
کل	± 100.00

یادآوری ۱- از آن جا که اغلب توصیه می شود برای کنترل بیشتر نتایج حاصل از تجزیه شیمیایی، بهتراست محاسبات مجدد انجام شوند. موارد زیر جهت رعایت این توصیه ها ارائه می شود:

- ۱- درصد آب ترکیبی را در ۴/۷۷۸ ضرب کنید تا درصد یا خلوص سنگ گچ به دست آید.
- ۲- درصد آب ترکیبی را در ۲/۲۲۲ ضرب کنید تا مقدار SO_3 ترکیبی در سنگ گچ به دست آید.
- ۳- نتایج به دست آمده در ردیف ۲ را از مقدار SO_3 حاصل از آزمون کم کنید تا SO_3 اضافی به دست آید.
- ۴- برای به دست آوردن درصد CaSO_4 بدون آب، مقدار اضافی SO_3 را در ۱/۷۰۰ ضرب کنید.
- ۵- برای به دست آوردن درصد CaO ترکیبی در سنگ گچ، درصد سنگ گچ حاصل از ردیف ۱ را در ۰/۳۲۵۷ ضرب کنید.
- ۶- برای به دست آوردن درصد CaO ترکیبی بدون آب، درصد CaSO_4 بدون آب حاصل از ردیف ۴ را در ۰/۴۱۱۹ ضرب کنید.
- ۷- حاصل جمع ردیف ۵ و ۶ را از درصد کل CaO به دست آمده از آزمون کم کنید.

۸- درصد CaO اضافی را در ۱/۷۵۸ ضرب کنید تا درصد کلسیم کربنات به دست آید.

۹- درصد MgO را در ۲/۰۹۱ ضرب کنید تا درصد منیزیم کربنات به دست آید.

یادآوری ۲- با انجام محاسبات یادآوری ۱، نتایج می تواند به صورت زیر گزارش شود.

عنوان	درصد
سنگ گچ ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	...
گچ بدون آب (CaSO_4 طبیعی و تولید شده) (یادآوری ۱)	...
سیلیس و مواد نامحلول ($\text{SiO}_2 + \text{ins.}$)	...
آهن اکسید و آلومینیوم اکسید (R_2O_3)	...
کلسیم کربنات (CaCO_3)	...
منیزیم کربنات (MgCO_3)	...
سدیم کلرید (NaCl)	...
کل	$\pm 100/00$

یادآوری ۳- وجود اشکال مختلف CaSO_4 ، ممکن است به وسیله آزمون میکروسکوپی تعیین شود. یک منبع با عنوان «آزمون سنگ گچ با میکروسکوپ پلاریزان» شامل روش های پیشنهادی در استاندارد ASTM STP 861 اشاره شده است.

۱۷ روش جایگزین برای آزمون آب آزاد در سنگ گچ به وسیله ترازوی رطوبت سنج

۱-۱۷ اهمیت و کاربرد

آزمون آب آزاد، برخلاف آب ترکیبی شیمیایی، مقدار آب آزاد موجود در نمونه را تعیین می کند و نمونه را برای آزمون های بعدی آماده می کند.

۲-۱۷ دستگاه

ترازوی رطوبت سنج قابل برنامه ریزی، با قابلیت کنترل دمایی $\pm 1^\circ\text{C}$ و دمای حداقل 200°C . ترازوی رطوبت سنج باید قادر به اندازه گیری حداقل ۰/۰۱٪ در کاهش وزن باشد و دمای یک سینی خالی را از دمای محیط تا حد 200°C برساند.

۱-۲-۱۷ آماده سازی دستگاه

یک برنامه آزمون برای آب آزاد انجام دهید که در آن یک نمونه بین ۵g تا ۸g، از دمای اولیه با بیشینه سرعت افزایش دما، به 45°C برسد و در این دما ۲h نگه داشته شود. دمای اولیه باید بین 20°C تا 30°C باشد.

۱۷-۳ روش اجرای آزمون

۱۷-۳-۱ قبل از شروع آزمون، دمای ترازوی رطوبت‌سنج و نمونه باید کمتر از 30°C باشد. توجه داشته باشید که بعضی از فازهای سنگ گچ در رطوبت پایداری کمی دارند؛ بنابراین باید نمونه‌ها در کمترین تغییرات شرایط محیطی نگه‌داری شوند.

۱۷-۳-۲ یک نمونه 5 g تا 8 g از مواد ارسال‌شده را وزن کنید و به‌طور مساوی روی کف ظرف تمیز در ترازوی رطوبت‌سنج پخش کنید. برنامه آزمون آب آزاد توضیح داده‌شده را تا رسیدن به جرم ثابت یا قرارگرفته به مدت 2 h در دمای 45°C ، انجام دهید. اگر تغییر درصد رطوبت در دمای 45°C در دقیقه، 0.1% یا کمتر باشد، جرم ثابت در نظر گرفته می‌شود.

۱۷-۴ بیان نتایج

آب آزاد را برحسب درصد کاهش وزن در انتهای آزمون گزارش دهید.

۱۷-۵ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون آب آزاد تعیین نشده است.

۱۸ روش جایگزین برای آزمون آب ترکیبی در سنگ گچ به‌وسیله ترازوی رطوبت‌سنج

۱۸-۱ اهمیت و کاربرد

این آزمون، آب ترکیبی شیمیایی را تعیین می‌کند و برای محاسبه خلوص یا مقدار سنگ گچ یا مقدار گچ ساختمانی در فرآورده‌های گچی کاربرد دارد. توجه داشته باشید که گزارش این آزمون، حاصل آب ترکیبی روی یک پایه خشک را نشان می‌دهد و فرض می‌شود که هر نمونه‌ای قبل از آزمون از آب آزاد حذف شده است. در بسیاری از موارد، آب ترکیبی به ترتیب بعد از آب آزاد اندازه‌گیری می‌شود. برای توصیف و آزمون آب آزاد به بند ۱۷ این استاندارد مراجعه شود.

۱۸-۲ تداخل‌ها

برخی ترکیبات از جمله ترکیبات هیدراته (آبدار) و آلی که در همان دامنه دمایی گچ تجزیه می‌شوند، نتایج را بالاتر از حد انتظار نشان می‌دهند. وقتی دما از حداکثر بالاتر رود، بعضی کربنات‌ها دستخوش تجزیه‌شده و نتایج را بالاتر نشان خواهند داد.

۱۸-۳ دستگاه

ترازوی رطوبت‌سنج قابل برنامه‌ریزی، با قابلیت کنترل دمایی $\pm 1^{\circ}\text{C}$ و دمای حداقل 200°C . ترازوی رطوبت‌سنج باید قادر به اندازه‌گیری حداقل ۰/۰۱٪ در کاهش وزن باشد و دمای یک سینی خالی را از دمای محیط تا حد 200°C برساند.

۱۸-۳-۱ آماده‌سازی دستگاه

یک برنامه آزمون برای آب ترکیبی انجام دهید که در آن یک نمونه بین ۵ g تا ۸ g، از دمای اولیه با بیشینه سرعت افزایش دما، به 200°C برسد و در این دما ۲ h نگه‌داشته شود. دمای اولیه باید بین 20°C تا 45°C باشد.

۱۸-۴ روش اجرای آزمون

۱۸-۴-۱ قبل از شروع آزمون، دمای ترازوی رطوبت‌سنج و نمونه باید کمتر از 45°C باشد. توجه داشته باشید که بعضی از فازهای سنگ گچ در رطوبت پایداری کمی دارند، بنابراین باید نمونه‌ها در کمترین تغییرات شرایط محیطی نگه‌داری شوند.

۱۸-۴-۲ یک آزمون ۵ g تا ۸ g از نمونه‌ای که قبلاً خشک‌شده تا آب آزاد آن حذف شود، وزن کنید و روی کف ظرف تمیزی به‌طور یکسان پخش کنید. برنامه آزمون آب ترکیبی را تا رسیدن به جرم ثابت یا قرارگرفتن ۲ h در دمای 200°C ، انجام دهید. اگر تغییر درصد رطوبت در دمای 200°C در دقیقه، ۰/۰۱٪ یا کمتر باشد، جرم ثابت در نظر گرفته می‌شود.

۱۸-۵ بیان نتایج

آب ترکیبی را برحسب درصد کاهش وزن در انتهای آزمون گزارش دهید.

۱۸-۶ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون آب ترکیبی تعیین نشده است.

۱۹ روش جایگزین برای آزمون کلسیم سولفات به‌وسیله روش آمونیوم استات

۱۹-۱ اهمیت و کاربرد

این روش آزمون شامل تعیین کلسیم سولفات در سنگ گچ و فرآورده‌های گچی از طریق استخراج با محلول آمونیوم استات می‌باشد.

۱۹-۲ مواد و/یا واکنشگرها

۱۹-۲-۱ محلول آمونیوم استات

۴۵۴ g آمونیوم استات را در دو لیتر آب حل کنید. در حضور شناساگر فنل فتالئین، به مقدار کافی NH_4OH به آن اضافه کرده تا محلول به طور کامل آمونیاکی شود.

۱۹-۲-۲ محلول شستشوی آمونیوم هیدروکسید

۱۰۰ ml آمونیوم هیدروکسید غلیظ (NH_4OH ، وزن مخصوص ۰/۹۰ Kg/l) را با آب به حجم یک لیتر برسانید.

۱۹-۲-۳ کمک صافی

خاک دیاتومه سیلیسی، با خلوص آزمایشگاهی.

۱۹-۲-۴ محلول شناساگر فنل فتالئین

۱۹-۳ روش اجرای آزمون با استفاده از بوته کوچک

۱۹-۳-۱ حدود ۴ g نمونه کاملاً مخلوط شده را سریع وزن کرده و به یک بشر ۶۰۰ ml منتقل کنید. کلیه توزین‌ها با دقت ۰/۰۰۱ g انجام دهید، به جز ظرف توزین و محتویات آن که باید با دقت ۰/۰۰۰۱ g انجام شود.

۱۹-۳-۲ بدون تأخیر، حدود ۱ g نمونه مخلوط شده را در یک ظرف توزین با درب سمباده‌ای، وزن کنید. نمونه و ظرف توزین را در 45°C تا رسیدن به وزن ثابت خشک کنید. ظرف توزین را از گرم‌خانه خارج کرده و بلافاصله درپوش آن‌ها را گذاشته تا از جذب رطوبت هوا هنگام سرد شدن جلوگیری شود.

۱۹-۳-۳ اگر درصد وزن آب ترکیبی با کلسیم سولفات نیاز باشد، نمونه و ظرف توزین را تا رسیدن به وزن ثابت در دمای 220°C حرارت دهید.

۱۹-۳-۴ به محتویات بشر ۶۰۰ ml (طبق زیربند ۱۹-۳-۱)، ۳۵۰ ml محلول آمونیوم استات اضافه کنید و مخلوط را کاملاً هم بزنید تا کل مواد جامد از کف بشر کنده شود. به مخلوط ۰/۲۰۰۰ g خاک دیاتومه سیلیسی دو بار خشک شده، اضافه کنید. بشر و محتویات آن را تا دمای 70°C روی بخار یا حمام آب گرم حرارت دهید و ضمن هم زدن به مدت ۳۰ min در این دما قرار دهید. در حین گرم کردن، محلول را با افزودن آمونیوم هیدروکسید و فنل فتالئین، همان‌طور که اشاره شد، آمونیاکی نگه دارید. در همین حال، یک محلول آمونیوم استات را به طور جداگانه تا 70°C حرارت دهید و آن را نیز آمونیاکی نگه دارید. مخلوط را با کمک خلأ و یک بوته کوچک وزن شده، صاف کنید. در طول صاف کردن متناوباً مخلوط را هم بزنید تا خاک دیاتومه در مایع معلق بماند. بوته کوچک حاوی رسوب را با پنج قسمت ۱۰ ml محلول استات گرم بشویید و بعد از هر بار شستشو محلول زیر صافی را کاملاً خالی کنید. به همین روش، رسوب را با هشت قسمت ۱۰ ml محلول آمونیوم هیدروکسید شستشو دهید. دقت کنید دیواره‌های بالایی بوته کوچک شسته شود. محتویات بوته

را با مکش پمپ خلأ، تخلیه کنید و در یک گرم‌خانه در دمای 70°C قرار دهید و تا رسیدن به وزن ثابت خشک کنید (به یادآوری مراجعه شود). اجازه دهید بوته در یک خشکانه قبل از وزن کردن، سرد شود.

یادآوری - از بالا رفتن دمای گرم‌خانه در طول زمان خشک شدن رسوب آمونیم استات، اجتناب کنید و بوته‌ها را دور از المنت‌های حرارتی گرم‌خانه قرار دهید. این نکته به‌ویژه برای نمونه‌هایی که ناخالصی زیادی دارند حائز اهمیت است، چرا که ناخالصی‌ها اغلب دارای آب هیدراته هستند که در صورت بالا رفتن دما، آب خود را از دست می‌دهند.

۱۹-۴ روش اجرای آزمون با استفاده از کاغذ صافی وزن شده

روش اجرای آزمون به شرح زیر است:

یادآوری - این روش آزمون هنگامی پیشنهاد می‌شود که چندین نمونه هم‌زمان مورد آزمون قرار می‌گیرند، مشخص شده است که صاف کردن شش نمونه به کمک نیروی ثقل، با همان سرعتی انجام می‌شود که نمونه‌ها به کمک دستگاه صاف می‌شوند.

۱۹-۴-۱ کاغذ صافی چهارلایه با قطر ۱۱۰ mm را به مدت ۱۲ h در یک ظرف توزین شیشه‌ای با درب سمباده‌ای ۳۰ mm تا ۶۰ mm در دمای 70°C خشک کنید. بعد از خشک کردن، ظرف توزین و کاغذ صافی را در یک خشکانه، سرد کرده و توزین کنید.

۱۹-۴-۲ نمونه را قبل از صاف کردن، دقیقاً مطابق زیربندهای ۱۹-۳-۱، ۱۹-۳-۲ و ۱۹-۳-۴ انجام دهید. مخلوط را به‌وسیله یک قیف شیشه‌ای ۷۰ mm به کمک نیروی ثقل صاف کنید و در طول صاف کردن به‌طور مداوم مخلوط را هم بزنید تا خاک دیاتومه سیلیسی در مایع معلق بماند. کاغذ صافی و رسوب را با پنج قسمت ۱۰ ml محلول استات گرم بشوید و بعد از هر بار شستشو محلول زیر صافی را کاملاً خالی کنید. به همین روش، رسوب را با هشت قسمت ۱۰ ml محلول آمونیم هیدروکسید (NH_4OH) بشوید. پس از آخرین تخلیه، کاغذ صافی و رسوب را در ظرف توزین قرار داده و در 70°C تا رسیدن به وزن ثابت خشک کنید. ظرف توزین، کاغذ صافی و رسوب را قبل از توزین در یک خشکانه که به‌تازگی آماده‌شده است، خشک کنید. این امر به دلیل خصوصیت نم‌گیری کاغذ ضروری است.

۱۹-۵ بیان نتایج

۱۹-۵-۱ درصد افت وزنی در 45°C (آب آزاد) را طبق معادله ۳ محاسبه کنید:

$$\% \text{ افت وزنی در } 45^{\circ}\text{C} = [(A-B)/C] \times 100 \quad (3)$$

که در آن:

A وزن اولیه نمونه و ظرف توزین؛

B وزن نمونه و ظرف توزین خشک‌شده که در دمای 45°C به وزن ثابت رسیده است؛

C وزن اولیه نمونه.

افت وزنی در 45°C تا رسیدن به وزن ثابت را برای نمونه ۴ g (بند ۱۹-۳-۱) محاسبه و تصحیح نمایید.

۱۹-۵-۲ درصد آب ترکیبی را طبق معادله ۴ محاسبه کنید:

$$\% \text{ آب ترکیبی} = [(B-D)/(B-E)] \times 100 \quad (۴)$$

که در آن:

B وزن نمونه و ظرف توزین که در دمای 45°C تا رسیدن به وزن ثابت خشک شده؛

D وزن نمونه و ظرف توزین که در دمای 220°C تا رسیدن به وزن ثابت خشک شده؛

E وزن ظرف توزین.

۱۹-۵-۳ درصد کلسیم سولفات چند آبه ($\text{CaSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) را بر اساس نمونه‌ای که در دمای 45°C تا رسیدن به وزن ثابت خشک شده، از معادله ۵ محاسبه کنید:

$$\text{CaSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O} \% = [F-(G-H)/F] \times 100 \quad (۵)$$

که در آن:

F وزن نمونه، تصحیح شده برای افت وزنی در دمای 45°C تا رسیدن به وزن ثابت؛

G وزن بوته خشک شده و محتویاتش (زیربند ۱۹-۳-۴) یا وزن ظرف توزین و محتویاتش (زیربند ۱۹-۴-۲)؛

H وزن بوته به اضافه خاک دیاتومه سیلیسی استفاده شده به عنوان کمک صافی (زیربند ۱۹-۳-۴)، یا وزن ظرف توزین و خاک دیاتومه سیلیسی استفاده شده به عنوان کمک صافی و وزن کاغذ صافی (زیربند ۱۹-۴-۲).

۱۹-۶ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون کلسیم سولفات به روش آمونیم استات تعیین نشده است.

۲۰ روش جایگزین برای آزمون سدیم کلرید به روش کولومتری^۱

۲۰-۱ اهمیت و کاربرد

در این روش آزمون، سدیم کلرید در سنگ گچ و فرآورده‌های گچی به روش کولومتری تعیین می‌شود.

۲۰-۲ تداخل‌ها

وجود سولفید، سولفیدریل^۱، یا مواد فعال نقره باعث می‌شوند که نتایج عدد بالاتری به دست آید. این گروه تداخل‌ها، به‌وسیله اکسیداسیون قلیایی با هیدروژن پراکسید حذف می‌شوند.

۲۰-۳ دستگاه

۲۰-۳-۱ کلرید سنج

۲۰-۳-۱-۱ دستگاه باید مجهز به اندازه گیری غلظت کلرید محلول، در محلول‌های آبی به روش کولومتری باشد.

۲۰-۳-۱-۲ دستگاه باید توانایی اندازه‌گیری غلظت‌های کلرید در دامنه ۱۰ mg/l تا ۲۶۰ mg/l باقابلیت تکرارپذیری ± 1 mg/l دارا باشد.

۲۰-۴ مواد و/یا واکنشگرها

۲۰-۴-۱ محلول بافر اسیدی

۱۰۰ ml استیک اسید ($\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$) ۹۹٫۵٪ و ۵٫۵ ml نیتریک اسید غلیظ (وزن مخصوص ۱٫۴۲ Kg/l) را تقریباً در ۲۰۰ ml آب حل کرده و به حجم ۵۰۰ ml برسانید.

۲۰-۴-۲ محلول استاندارد رقیق‌شده (۱۰۰ mg Cl/l)

۵٫۰۰ ml از محلول استاندارد مادر را به حجم ۵۰۰ ml برسانید.

۲۰-۴-۳ محلول ژلاتین

۲٫۵ g ژلاتین و ۰٫۵ g تیمول بلو را به ۲۵۰ ml آب اضافه کنید و باهم زدن مداوم درحالی‌که آن را به جوش می‌رسانید، حل کنید. تا به جوش آمدن محلول، هم زدن را ادامه دهید تا کل تیمول بلو حل شود. ۰٫۵g تیمول بلو اضافه کنید، آن را سرد کرده و تا حجم ۵۰۰ ml رقیق کنید.

یادآوری- محلول ژلاتین، رسوب نقره کلرید (AgCl) را به حالت تعلیق نگه می‌دارد و نیز وجود بافر اسیدی را نشان می‌دهد. محلول به مدت سه ماه در دمای محیط و در یخچال برای مدت بیشتری قابل نگهداری است. قبل از استفاده محلول نگهداری شده در یخچال، آن را تا دمای محیط گرم کنید.

۲۰-۴-۴ محلول استاندارد مادر (۱۰ g Cl/l)

۸٫۲۴۰ g سدیم کلرید (NaCl) خشک‌شده را در آب حل کرده و تا حجم ۵۰۰ ml رقیق کنید.

۲۰-۵ روش اجرای آزمون

۲۰-۵-۱ مقدار ۲۰/۰ g نمونه کاملاً مخلوط شده را وزن کرده و به یک بشر ۱۵۰ ml منتقل کنید.

۲۰-۵-۲ ۵۰ ml آب مقطر به بشر اضافه کنید، بجوشانید و اجازه دهید مواد جامد ته‌نشین شوند و محلول را صاف کنید. سپس ۵۰ ml آب مقطر دیگر به مواد جامد بیفزایید، بجوشانید و محتویات بشر را به داخل صافی سرریز کنید. رسوب را با ۱۰۰ ml آب داغ بشویید و محلول شستشو را به محلول زیر صافی اضافه کنید. محلول را سرد کرده و به حجم ۲۵۰ ml برسانید.

۲۰-۵-۳ کلرید سنج را روشن کرده و اجازه دهید ۲۵ min قبل از استفاده روشن باشد. شمارشگر را روی صفر تنظیم کنید.

۲۰-۵-۴ یک میله همزن مغناطیسی را داخل بشر آزمون قرار دهید و ۱۰ ml محلول استاندارد رقیق شده، ۳ ml محلول بافر اسیدی و پنج قطره محلول ژلاتین اضافه کنید. بشر آزمون را روی صفحه قرار دهید و الکترودها را در محلول فروبرید. دکمه شروع را فشار دهید تا چراغ راهنما روشن شود، شمارشگر بعد از چند ثانیه شروع به ثبت می‌کند. تا زمانی که چراغ راهنما روشن است الکترودها را از نمونه خارج نکنید. مقدار کلرید را از شمارشگر بخوانید. اگر عدد خوانده شده $10 \pm 1 \text{ mg Cl/l}$ نباشد، به دستورالعمل سازنده مراجعه کنید، برای شروع مجدد شمارشگر را دوباره صفر کنید.

۲۰-۵-۵ روش آزمون بند ۲۰-۵-۴ را با ۱۰ ml محلول نمونه به جای محلول استاندارد رقیق شده تکرار کنید. نتیجه را برحسب mg Cl/l بخوانید، وقتی همه آزمون‌ها کامل انجام شد، الکترودها را در آب واکنشگر فروبرید.

۲۰-۶ بیان نتایج

مقدار سدیم کلرید را برحسب درصد نمونه ارسال شده یا درصد نمونه خشک شده را طبق معادله ۶ حساب کنید:

$$\text{NaCl } \% = 0,00206 \times A \quad (۶)$$

که در آن:

A عدد خوانده شده از کلرید سنج برحسب mg Cl/l .

۲۰-۷ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون سدیم کلرید به روش کولومتری تعیین نشده است.

۲۱ روش اختیاری برای آزمون سدیم با استفاده از روش جذب اتمی^۱

۱-۲۱ اهمیت و کاربرد

این روش آزمون تعیین سدیم در گچ و فرآورده‌های گچی را به وسیله روش جذب اتمی دربر می‌گیرد.

۲-۲۱ تداخل‌ها

سدیم در شعله هوا- استیلن تا اندازه‌ای یونیزه می‌شود. اثرات یونیزاسیون تا حدودی با افزودن ۱ g/l تا ۲ g/l قلیای دیگر به شاهدها، استانداردها و نمونه‌ها جبران می‌شود. همچنین استفاده از شعله هوا- هیدروژن، باعث یونیزاسیون کمتری می‌شود و نشر مرئی کمتری نسبت به شعله هوا- استیلن دارد.

۳-۲۱ دستگاه

۱-۳-۲۱ طیف‌سنج جذب اتمی

۱-۱-۳-۲۱ دستگاه باید برای اندازه‌گیری غلظت سدیم حل شده در محلول‌های آبی با استفاده از شعله هوا- استیلن یا هوا- هیدروژن مجهز شده باشد.

۲-۱-۳-۲۱ دستگاه باید توانایی اندازه‌گیری غلظت‌های سدیم در حدود تجزیه‌ای بهینه ۰/۱ تا ۰/۵ واحد جذب را با ضریب تغییر تقریباً ۰/۵٪ تا ۲٪ داشته باشد.

۴-۲۱ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۴-۲۱ حلال

از آب بدون یون برای تهیه همه محلول‌ها استفاده کنید. اگر از یک قلیا به منظور کم کردن یونیزاسیون سدیم استفاده شود، اضافه کردن آن به حلال در شروع کار مناسب‌تر است. به این ترتیب یک غلظت ثابت از قلیا در محلول‌های شاهد، استاندارد و نمونه ایجاد می‌شود.

۲-۴-۲۱ محلول استاندارد مادر (۱/۰۰۰ g Na/l)

۲/۵۴۱۸ g سدیم کلرید (NaCl) خشک شده را در آب مقطر حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید.

۳-۴-۲۱ محلول استاندارد رقیق

محلول‌های استاندارد رقیق در حدود جذب محلول نمونه رقیق را با استفاده از محلول استاندارد مادر تهیه کنید (محلول‌هایی با غلظت تقریباً کمتر از ۰/۵۰۰ g/l به مدت بیشتر از یک روز ناپایدار هستند).

۲۱-۵ روش اجرای آزمون

۲۱-۵-۱ مقدار ۱۸ g نمونه کاملاً مخلوط شده را بردارید و به یک بشر ۱۵۰ ml منتقل کنید.

۲۱-۵-۲ مقدار ۵۰ ml آب اضافه کنید، بجوشانید و اجازه دهید جامدات ته‌نشین شوند و مایع شناور را داخل یک صافی سرریز کنید. ۵۰ ml دیگر آب به جامدات اضافه کنید، بجوشانید و محتویات بشر را درون صافی بریزید. رسوب را با ۱۰۰ ml آب داغ بشویید، محلول شستشو را به محلول زیر صافی اضافه کنید. محلول زیر صافی را تا دمای اتاق سرد کنید و به‌منظور تهیه محلول نمونه مادر، در یک بالن ژوژه تا ۵۰۰ ml رقیق کنید. برای تهیه محلول نمونه رقیق، مقدار ۱۰ ml از این محلول را بردارید و در یک بالن ژوژه دیگر به حجم ۵۰۰ ml برسانید.

۲۱-۵-۳ قرائت جذب، برای محلول‌های استاندارد رقیق و حلال شاهد را در طول‌موج ۵۸۹/۰ nm تا ۵۸۹/۶ nm، با پیروی از دستورالعمل سازنده دستگاه، انجام دهید. مقدار جذب شاهد را از مقادیر جذب محلول‌های استاندارد رقیق کم کنید و منحنی غلظت سدیم برحسب mg/l در برابر مقادیر جذب تهیه کنید. یادآوری- اگر جذب محلول نمونه رقیق در محدوده خطی قرار گیرد، به این معنی است که غلظت سدیم تقریباً کمتر از ۱ mg/l است و تنها یک استاندارد و حلال شاهد برای تهیه منحنی موردنیاز است.

۲۱-۵-۴ قرائت جذب، برای محلول نمونه رقیق را با استفاده از همان شیوه محلول‌های استاندارد رقیق تعیین کنید. غلظت سدیم در محلول نمونه رقیق برحسب mg/l با مراجعه به منحنی استاندارد مشخص می‌شود.

۲۱-۶ بیان نتایج

مقدار سدیم کلرید را برحسب درصد نمونه ارسال شده یا در صورت لزوم، برحسب درصد نمونه خشک‌شده را طبق معادله ۹ محاسبه کنید:

$$\text{NaCl} \text{ سدیم برحسب } \% = A \times 6,3553 / S \quad (9)$$

که در آن:

A غلظت محلول نمونه رقیق برحسب mg/l؛

S وزن نمونه برحسب g.

۲۱-۷ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون سدیم به روش جذب اتمی تعیین نشده است.

۲۲ روش اختیاری برای آزمون سدیم به وسیله نورسنج شعله‌ای^۱

۱-۲۲ اهمیت و کاربرد

این روش آزمون تعیین سدیم در گچ و فرآورده‌های گچی را به وسیله نورسنجی شعله‌ای دربر می‌گیرد. این روش آزمون مطابق استاندارد ASTM D1428 است.

۲-۲۲ تداخل‌ها

۱-۲-۲۲ تداخل‌های تابشی ناشی از عناصر دیگر به غیر از عنصر موردنظر، بزرگ‌ترین عامل خطا در نورسنج شعله‌ای می‌باشند. برخی اثرات مثبت و برخی منفی دارند. از عناصر تاثیرگذار در این آزمون، بزرگ‌ترین آن مربوط به تأثیر یک فلز قلیایی روی دیگری است. بدون به کار بردن استانداردهای واسنجی که نزدیک به ترکیب نمونه هستند، نمی‌توان اثرات عناصر بیرونی را کاملاً جبران نمود. با این حال، این اثرات با انجام آزمون در حدود پایین‌ترین غلظت کاربردی سدیم یا حذف عناصر تداخل کننده، به حداقل می‌رسند. برای مثال، آلومینیوم یک اثر منفی زیادی روی نشر فلز قلیایی دارد. اگر با آزمون‌های مقدماتی، مشخص شد که غلظت آلومینیوم بیش از سدیم است، قبل از انجام نورسنج شعله‌ای آلومینیوم را از مایع استخراج حذف کنید.

۲-۲-۲۲ خود جذبی در غلظت‌های بالاتر باعث کاهش شیب منحنی شدت در مقابل غلظت می‌شود و این باعث کاهش دقت می‌گردد. استفاده از محلول‌های استاندارد شناخته شده به جای محلول‌های استاندارد نامعتبر (نامعلوم)، باعث به حداقل رساندن این تداخل می‌شود.

۳-۲۲ دستگاه

۱-۳-۲۲ نورسنج شعله‌ای

دستگاه باید شامل ذره‌ساز^۲ (تبدیل عناصر به ذرات ریز)، سرشعله، تجهیزات تنظیم فشار مناسب و درجه سنج برای سوخت و هوا یا اکسیژن باشد. دستگاه باید دارای یک سامانه نوری شامل تجهیزات توزیع نور مناسب یا صافی باقابلیت جلوگیری از تداخل‌های اضافی نور با طول‌موج‌های غیر از طول‌موج مورد اندازه‌گیری و یک وسیله آشکارساز (شناساگر) حساس به نور باشد.

۲-۳-۲۲ مخزن سوخت و هوا یا اکسیژن

مخازن سوخت و هوا یا اکسیژن باید در فشاری کمی بالاتر از فشار کاری تنظیم شده دستگاه، نگه داشته شوند.

1- Flame Photometry
2- Atomizer

۲۲-۴ مواد و/یا واکنشگرها

۲۲-۴-۱ محلول‌های مادر زیر را از واکنشگرهایی که در دمای 105°C تا رسیدن به وزن ثابت خشک‌شده‌اند، تهیه کنید. محلول‌های مادر را در ظروف پلی‌اتیلن یا ظروف مشابه عاری از فلز قلیایی نگهداری کنید.

۲۲-۴-۲ محلول سدیم کلرید ($2/5418\text{ g/l}$)

$2/5418\text{ g}$ سدیم کلرید را در آب حل کنید و با آب تا حجم یک لیتر رقیق کنید. این محلول استاندارد مادر حاوی $1/1000\text{ g/l}$ یون سدیم است.

۲۲-۴-۳ محلول‌های استاندارد رقیق

محلول‌های استاندارد رقیق را از محلول استاندارد مادر تهیه کنید که انتظار می‌رود در حدود غلظت سدیم در نمونه رقیق‌شده از مایع استخراجی باشد. برای مثال، اگر دامنه مورد انتظار مایع استخراجی بین 0 g/l تا $0/10\text{ g/l}$ باشد، حداکثر یازده استاندارد با فواصل مساوی در یک‌دهم تهیه کنید.

۲۲-۵ واسنجی دستگاه

۲۲-۵-۱ سلول نوری (حسگر نوری) مناسب انتخاب کنید. برای تعیین سدیم، لوله نوری حساس آبی دارای دامنه از 320 nm تا 620 nm لازم است. عرض روزنه را تقریباً به اندازه‌ی یک‌چهارم حداکثر دهانه، باز کنید. دستگاه را در حداکثر دامنه حساسیت تنظیم کرده و سنجه^۱ را جهت ایجاد تعادل الکتریکی تراز کنید.

۲۲-۵-۲ سوخت و هوا یا اکسیژن را به سرشعله وارد کنید و مخلوط منتشرشده را شعله ور کنید، فشار سوخت و هوا یا اکسیژن را تنظیم کنید و زمان گرم شدن را مطابق دستورالعمل‌های سازنده دستگاه عمل کنید. شاخص قرائت مقیاس را تقریباً در 95% مقیاس کامل تنظیم کنید، محلول حاوی حداکثر مقدار سدیم در محدوده‌ی پوشش داده‌شده را به دستگاه وارد کنید و اجازه دهید نور منتشرشده به سلول نوری برخورد کند.

۲۲-۵-۳ اگر از وسیله‌ای که صافی نوری دارد استفاده می‌کنید، صافی مناسبی انتخاب کنید. برای دستگاهی که تجهیزات پاشش طیفی در آن به کاررفته است، طول موج شاخص را به آهستگی و به دقت در نزدیکی 589 nm عقب و جلو کنید تا گالوانومتر به حداکثر انحراف برسد. تنظیم این طول موج، حداکثر حساسیت را فراهم می‌کند. شاخص طول موج را در طول آزمون به هم نزدیک.

۲۲-۵-۴ به ذره‌ساز کردن حداکثر استاندارد محدوده پوشش داده‌شده ادامه دهید و شاخص قرائت مقیاس را دقیقاً در مقیاس کامل (100 یا 1000) طبق یادآوری، قرار دهید. به طوری که سوزن گالوانومتر تراز شود.

یادآوری - برای تجهیزات مجهز به روزنه قابل تغییر، روش بالا را با عرض روزنه مابین کاملاً بسته و یک‌چهارم باز برای آزمون مقدماتی انجام دهید. در تعیین عرض روزنه مناسب برای عملکرد بهینه دستگاه، باید این واقعیت را در نظر گرفت که شدت خط نشر تقریباً متناسب با عرض روزنه است، درحالی‌که به‌طور پیوسته شدت زمینه با مربع عرض روزنه افزایش می‌یابد. کاهش در عرض روزنه باعث کاهش نور در لوله نوری برای یک غلظت مشخص می‌شود که با افزایش بهره‌وری دستگاه جبران می‌شود. مطلوب‌ترین شرایط کاری با کمترین عرض روزنه حاصل می‌شود وقتی که قرائت مقیاس کامل با حداکثر استاندارد در دامنه پوشش داده‌شده تنظیم می‌شود، باعث ناپایداری سوزن گالوانومتر نمی‌شود. وقتی عرض روزنه تغییر می‌کند، زمینه را با ذره سازکردن استاندارد صفر تعیین کنید و به‌وسیله حداکثر استاندارد در دامنه تحت پوشش، حساسیت و پایداری دستگاه را بررسی کنید. دامنه‌های پایین‌تر نیاز به عرض روزنه بیشتری دارند. عرض روزنه بهینه را برای هر دامنه و عنصر تحت پوشش تعیین و گزارش کنید. این مقادیر را در همه آزمون‌های بعدی به کار ببرید.

۲۲-۵-۵ شدت نشر همه استانداردها را تعیین کنید.

۲۲-۵-۶ بر روی کاغذ گراف خط‌دار، منحنی شدت نشر (مقدار قرائت‌شده) در برابر غلظت را رسم کنید. برای دامنه‌های پایین‌تر، منحنی تقریباً یک خط راست ارائه می‌دهد اما گاهی به دلیل شدت زمینه، از نقطه صفر نمی‌گذرد. در دامنه‌های بالاتر، با افزایش غلظت کاهشی در شیب منحنی ظاهر می‌شود. همراه منحنی‌ها همه داده‌های مربوط به عرض روزنه، فشار سوخت و هوا یا اکسیژن را گزارش کنید.

۲۲-۶ روش اجرای آزمون

۲۲-۶-۱ مقدار ۲۵ g نمونه کاملاً مخلوط شده را وزن کنید و به یک بشر ۱۵۰ ml منتقل کنید.

۲۲-۶-۲ ۵۰ ml آب اضافه کرده و بجوشانید. اجازه دهید مواد جامد ته‌نشین شوند و مایع شناور را روی صافی سرریز کنید. ۵۰ ml دیگر آب به مواد جامد اضافه کنید، بجوشانید و محتویات بشر را داخل صافی بریزید. رسوب را با ۷۵ ml آب داغ بشویید و محلول شستشو را به محلول زیر صافی اضافه کنید. آن را سرد کرده و در یک بالن ژوژه تا ۲۰۰ ml با آب رقیق کنید تا محلول مادر تهیه شود.

۲۲-۶-۳ برای تهیه محلول نمونه رقیق، ۵ ml از محلول نمونه مادر را بردارید و در یک بالن ژوژه به حجم ۱۰۰ ml برسانید.

یادآوری - اگر غلظت سدیم در نمونه از حداکثر استاندارد بیشتر باشد، محلول نمونه رقیق را جهت قرار گرفتن غلظت در محدوده با آب رقیق‌تر کنید. اگر غلظت سدیم در نمونه کمتر از یک‌دهم مقدار حداکثر استاندارد باشد، یک محلول نمونه رقیق جدید از محلول نمونه مادر تهیه کنید تا غلظت در محدوده قرار گیرد.

۲۲-۶-۴ دستگاه را روشن کنید، سوخت و هوا یا اکسیژن را به سرشعله وارد کنید. مخلوط گاز را شعله‌ور کنید. برای دستگاه‌های با روزنه قابل تنظیم، عرض آن را به مقدار تعیین‌شده طبق یادآوری زیربند ۲۲-۵-۴ تنظیم کنید.

۲۲-۶-۵ شاخص قرائت مقیاس را در حداکثر قرار دهید. نمونه را ذره‌ساز کنید و اجازه دهید نور منتشرشده به سلول نوری برخورد کند. طول موج را همان‌طور که توضیح داده شد در ۵۸۹ nm قرار داده و گالوانومتر را در حالت تعادل تنظیم کنید. شدت نشر نمونه را تعیین کنید.

۲۲-۶-۶ به منحنی استاندارد که در بالا تهیه شده، مراجعه کنید و غلظت یون سدیم را در محلول نمونه رقیق برحسب mg/l به دست آورید.

۲۲-۶ بیان نتایج

مقدار NaCl را طبق معادله ۱۰ محاسبه کنید:

$$\text{NaCl} \text{ برحسب } \% = A \times 0,04067 \quad (10)$$

که در آن:

A غلظت سدیم به دست آمده از منحنی، برحسب mg/l.

۲۲-۷ دقت و اریبی

دقت و اریبی برای آزمون سدیم به روش نور سنجی شعله‌ای تعیین نشده است.

۲۳ تعیین گوگرد هشت‌وجهی با ساختار کریستالی ارتورومبیک (S₈) در فرآورده‌های پانل گچی

۲۳-۱ اهمیت و کاربرد

این روش آزمون، تعیین S₈ در درون فرآورده‌های پانل گچی را دربر می‌گیرد.

سه روش آزمون را شامل می‌شود: کروماتوگرافی گازی مجهز به طیف‌سنجی جرمی^۱ (GC/MS)، کروماتوگرافی گازی مجهز به آشکارساز ربایش الکترون^۲ (GC/ECD) و کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا مجهز به آشکارساز فرابنفش^۳ (HPLC/UV).

۲۳-۲ محلول استاندارد S₈ برای GC و HPLC

۲۳-۲-۱ تولوئن، باکیفیت طیفی یا درجه کروماتوگرافی؛

1- Gas Chromatograph Equipped with a Mass Spectrometer

2- Gas Chromatograph Equipped with an Electron Capture Detector

3- High-performance liquid Chromatograph Equipped with an Ultraviolet Detector

۲-۲-۲۳ محلول S₈ استفاده شده به عنوان استاندارد واسنجی؛

۲-۲-۲۳ ماسه مرجع^۱ (مطابق استاندارد ASTM C778)؛

۲-۲-۲۳ محلول های استاندارد S₈:

۲-۲-۲۳ مقدار ۲۴۰۰ mg محلول S₈ را در یک لیتر تولوئن حل کنید.

۲-۲-۲۳ پنج محلول استانداردهای واسنجی S₈ در تولوئن با غلظت های ۱/۰ ppm، ۵/۰ ppm، ۲۵/۰ ppm، ۵۰/۰ ppm و ۱۰۰/۰ ppm تهیه کنید.

۲-۲-۲۳ برای ارزیابی راندمان استخراج، ۵۰ µl از هر محلول استاندارد تهیه شده S₈ را به ۱/۰ g ماسه مرجع اضافه کنید و مراحل را برای تهیه نمونه در هر روش ادامه دهید (روش GC یا HPLC).

۲۴ تعیین S₈ در فرآورده های پانل گچی به وسیله کروماتوگرافی گازی مجهز به طیف سنج جرمی (GC/MS)

۱-۲۴ دستگاه

کروماتوگرافی گازی مجهز به آشکارساز طیف سنج جرمی.

۱-۱-۲۴ نرم افزار باید قادر به رسم منحنی پیک باشد.

۲-۲۴ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۲-۲۴ گاز حامل

هلیوم با کیفیت کروماتوگرافی؛

۲-۲-۲۴ استاندارد داخلی (ISTD)

۴۰۴ دی برومو بی فنیل به مقدار ۵ µg/ml در زایلن؛

۳-۲-۲۴ محلول استاندارد جایگزین

هگزا بروموبنزن، ۲/۵ mg/ml هگزا بروموبنزن در زایلن؛

۴-۲-۲۴ زایلن

با کیفیت طیفی یا درجه کروماتوگرافی؛

۵-۲-۲۴ دکا فلورو تری فنیل فسفین^۱ (DFTPP)

باکیفیت طیفی یا درجه کروماتوگرافی؛

۵-۲-۲۴ ظرف‌های شیشه‌ای که باید قادر به نگهداری ترکیبات آلی فرار باشد.

۳-۲۴ تهیه آزمون

سه آزمون از فرآورده پانل گچی باید برای آزمون تهیه شود. سطح‌رویی مواد را بردارید و یک تکه از هر آزمون را با استفاده از هاون و دسته‌ی هاون خردکنید تا پودر شود.

۱-۳-۲۴ تهیه آزمون کروماتوگرافی گازی

۱-۳-۲۴ مقدار ۱/۰ g از هر آزمون پودر شده را جداگانه به ظرف شیشه‌ای ۲۰ ml تا ۳۰ ml بدون منفذ، انتقال دهید.

۲-۱-۳-۲۴ ۵۰ µl محلول استاندارد جایگزین به هر آزمون اضافه کنید و با یک میله شیشه‌ای، خوب مخلوط کنید و در هوای کاملاً خشک قرار دهید.

۳-۱-۳-۲۴ ذرات روی میله شیشه‌ای را با اضافه کردن ۵ ml تولوئن به هر شیشه، شستشو دهید. ظرف شیشه‌ای را به مدت حداقل ۲ min به شدت تکان دهید یا از سایر روش‌های تحریک کردن (مانند امواج فراصوت) استفاده کنید. اجازه دهید مواد به مدت ۵ min ته‌نشین شوند و یا به وسیله یک کاغذ صافی نازک صاف کنید.

۴-۱-۳-۲۴ به هر آزمون، ۱/۰ ml محلول تولوئن شفاف درون ظرف شیشه‌ای اضافه کنید. ۲۰ µl محلول استاندارد داخلی، ISTD، به ظرف شیشه‌ای اضافه کنید.

۴-۲۴ آماده‌سازی دستگاه

یادآوری - دستگاه باید هر روز با استفاده از دکا فلورو تری فنیل فسفین (DFTPP) تنظیم شود.

۱-۴-۲۴ ستون

ستون موئینه از جنس سیلیس مذاب، به طول ۳۰ m و قطر ۰/۳۲ mm، ضخامت فیلم ۰/۵ µm، نوع DB-1 یا DB-5. لوله شیشه‌ای خمیده با ورودی مستقیم بدون پشم‌شیشه؛

۲-۴-۲۴ گاز حامل

گاز هلیوم؛

1- Decafluorotriphenylphosphine

۲۴-۴-۳ قسمت تزریق

□C ۲۵۰، بدون شکاف؛

۲۴-۴-۴ برنامه دمایی

دمای □C ۱۲۰ به مدت ۱ min، ۹ □C/min تا رسیدن به دمای □C ۲۸۵ و نگهداری در این دما به مدت ۱۰ min؛

۲۴-۴-۵ طیف‌سنج جرمی

با گستره جرمی کامل (در محدوده ۳۰ m/z تا ۶۰۰ m/z)؛

۲۴-۴-۶ مقدار تزریق آزمونه

به مقدار ۱/۰ μl.

۲۴-۵ شناسایی

ترکیب S₈ به وسیله طیف‌سنج جرمی تشخیص داده می‌شود. (بیشترین فراوانی یون در ۶۴ m/z) به وسیله حفظ زمان انطباق با یک استاندارد واسنجی شده، تأیید می‌شود. با استاندارد داخلی، بازده یون‌ها در ۱۵۲ m/z و ۳۱۲ m/z و با استاندارد جایگزین بیشترین فراوانی یون‌ها در ۵۵۲ m/z خواهد بود.

۲۴-۶ بیان نتایج

۲۴-۶-۱ محدوده S₈ و ISTD برای هر استاندارد واسنجی کامل کنید. نسبت مساحت پیک را به وسیله تقسیم کردن مساحت پیک S₈ به مساحت پیک استاندارد داخلی محاسبه کنید. منحنی واسنجی را بر اساس نسبت‌های مساحت پیک برای هر استاندارد رسم کنید.

۲۴-۶-۲ برای هر آزمونه نسبت مساحت پیک را حساب کنید. از منحنی واسنجی برای تعیین غلظت S₈ در محلول استفاده کنید.

۲۴-۶-۳ غلظت S₈ در نمونه اصلی برحسب mg/kg با استفاده از وزن آزمونه، حجم استخراج نهایی و مقدار غلظت به دست آمده از زیربند ۲۴-۶-۲ محاسبه کنید.

۲۴-۶-۴ به منظور ارزیابی بازده استخراج، درصد بازیابی ترکیب جایگزین را محاسبه کنید.

۲۴-۷ دقت و اریبی

مطالعه درون آزمایشگاهی این روش آزمون انجام شده است و انتظار می‌رود، اظهارنظر در مورد دقت در سال ۲۰۱۹ یا قبل از آن در دسترس قرار گیرد.

۸-۲۴ گزارش آزمون

طبق زیربند ۶-۲۴، مقدار S_8 را با تقریب 1 mg/kg گزارش کنید.

۲۵ تعیین S_8 در فرآورده‌های پانل گچی به وسیله کروماتوگرافی گازی مجهز به آشکارساز ربایش الکترون (GC/ECD)

۱-۲۵ دستگاه

کروماتوگرافی گازی مجهز به آشکارساز ربایش الکترون.

۱-۲۵-۱ نرم‌افزار باید قادر به رسم منحنی پیک باشد.

۲-۲۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۲-۲۵ گاز حامل

هلیوم با کیفیت کروماتوگرافی؛

۲-۲-۲۵ استاندارد داخلی (ISTD)

۴۰۴ دی برومو بی فنیل به مقدار $5 \mu\text{g/ml}$ در زایلن؛

۳-۲-۲۵ محلول استاندارد جایگزین

هگزا بروموبنزن، $2/5 \text{ mg/ml}$ هگزا بروموبنزن در زایلن؛

۴-۲-۲۵ زایلن

باکیفیت طیفی یا درجه کروماتوگرافی؛

۵-۲-۲۵ ظرف‌های شیشه‌ای که باید قادر به نگهداری ترکیبات آلی فرار باشد.

۳-۲۵ تهیه آزمون

سه آزمون از فرآورده پانل گچی باید برای آزمون تهیه شود. سطح‌رویی مواد را بردارید و یک تکه از هر آزمون را با استفاده از هاون و دسته‌ی هاون خرد کنید تا پودر شود.

۱-۳-۲۵ تهیه آزمون کروماتوگرافی گازی

۱-۳-۲۵-۱ مقدار $1/0 \text{ g}$ از هر آزمون پودر شده را جداگانه به ظرف شیشه‌ای 10 ml بدون منفذ، انتقال دهید.

۲۵-۳-۱-۲ مقدار ۵۰ μl محلول استاندارد جایگزین به هر آزمون اضافه کنید و با یک میله شیشه‌ای، خوب مخلوط کنید و در هوای کاملاً خشک قرار دهید.

۲۵-۳-۱-۳ ذرات روی میله شیشه‌ای را با اضافه کردن ۵ ml تولوئن به هر شیشه، شستشو دهید. ظرف شیشه‌ای را به مدت حداقل ۲ min به شدت تکان دهید یا از سایر روش‌های تحریک کردن (مانند امواج فراصوت) استفاده کنید. اجازه دهید مواد به مدت ۵ min ته‌نشین شوند و یا به وسیله یک کاغذ صافی نازک صاف کنید.

۲۵-۳-۱-۴ به هر آزمون، ۱۰ ml محلول تولوئن شفاف درون ظرف شیشه‌ای اضافه کنید. ۲۰ μl محلول استاندارد داخلی، ISTD، به هر ظرف شیشه‌ای اضافه کنید.

۲۵-۴ آماده‌سازی دستگاه

۲۵-۴-۱ ستون

ستون مویینه از جنس سیلیس مذاب، به طول ۳۰ m و قطر ۰/۳۲ mm، ضخامت فیلم ۰/۵ μm ، نوع DB-1 یا DB-5. لوله شیشه‌ای خمیده با ورودی مستقیم بدون پشم‌شیشه؛

۲۵-۴-۲ گاز حامل

گاز هلیوم؛

۲۵-۴-۳ قسمت تزریق

۲۵۰°C، بدون شکاف؛

۲۵-۴-۴ برنامه دمایی

دمای ۱۲۰°C به مدت ۱ min، ۹°C/min تا رسیدن به دمای ۲۸۵°C و نگهداری در این دما به مدت ۱۰ min؛

۲۵-۴-۵ مقدار تزریق آزمون

به مقدار ۱/۰ μl .

۲۵-۵ شناسایی

شناسایی تنها با حفظ زمان انطباق با یک استاندارد انجام می‌شود.

۶-۲۵ بیان نتایج

۶-۲۵-۱ محدوده S_8 و ISTD برای هر استاندارد واسنجی کامل کنید. نسبت مساحت پیک را به وسیله تقسیم کردن مساحت پیک S_8 به مساحت پیک استاندارد داخلی محاسبه کنید. منحنی واسنجی را بر اساس نسبت‌های مساحت پیک برای هر استاندارد رسم کنید.

۶-۲۵-۲ برای هر آزمون، نسبت مساحت پیک را حساب کنید. از منحنی واسنجی برای تعیین غلظت S_8 در محلول استفاده کنید.

۶-۲۵-۳ غلظت S_8 در نمونه اصلی برحسب mg/kg با استفاده از وزن آزمون، حجم استخراج نهایی و مقدار غلظت به دست آمده از بند ۶-۲۵ محاسبه کنید.

۶-۲۵-۴ به منظور ارزیابی بازده استخراج، درصد بازیابی ترکیب جایگزین را محاسبه کنید.

۷-۲۵ دقت و اریبی

مطالعه درون آزمایشگاهی این روش آزمون انجام شده است و انتظار می‌رود، اظهارنظر در مورد دقت در سال ۲۰۱۹ میلادی یا قبل از آن در دسترس قرارگیرد.

۸-۲۵ گزارش آزمون

طبق زیربند ۶-۲۵-۳، مقدار S_8 را با تقریب $1\ mg/kg$ گزارش کنید.

۲۶ تعیین S_8 در فرآورده‌های پانل گچی به وسیله کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا مجهز به آشکارساز فرابنفش (HPLC/UV)

۱-۲۶ دستگاه

کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC) مجهز به آشکارساز فرابنفش (UV).

۱-۲۶-۱ نرم افزار باید قادر به رسم منحنی پیک باشد.

۲-۲۶ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۲-۲۶ روش و اصول کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا

۲-۲-۲۶ تتراکلرواتیلن

با کیفیت HPLC؛

۳-۲-۲۶ متانول

با کیفیت HPLC؛

۴-۲-۲۶ آب یون زدایی شده

با کیفیت HPLC؛

۵-۲-۲۶ ظرف‌های شیشه‌ای که باید قادر به نگهداری ترکیبات آلی فرار باشد.

۳-۲۶ تهیه نمونه

سه نمونه از فرآورده پانل گچی باید برای آزمون تهیه شود. سطح‌رویی مواد را بردارید و یک تکه از هر نمونه را با استفاده از هاون و دسته‌ی هاون خرد کنید تا پودر شود.

۱-۳-۲۶ تهیه نمونه کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا

۱-۳-۲۶ مقدار ۱/۰ g از هر نمونه پودر شده را جداگانه به ظرف شیشه‌ای ۴ ml بدون منفذ، انتقال دهید.

۲-۱-۳-۲۶ ذرات روی میله شیشه‌ای یا درون ظرف را با اضافه کردن ۵ ml تتراکلرواتیلن به هر شیشه، شستشو دهید. در ظرف شیشه‌ای را ببندید و آن را به مدت حداقل ۳۰ min به شدت تکان دهید یا از سایر روش‌های تحریک کردن (مانند امواج فراصوت) استفاده کنید.

۳-۱-۳-۲۶ اجازه دهید هر نمونه به مدت ۵ min ته‌نشین شوند و سپس هر نمونه را جداگانه به یک ظرف شیشه‌ای مناسب انتقال دهید.

۴-۱-۳-۲۶ به مدت ۵ min نمونه عصاره‌گیری شده را در دستگاه گریزانه^۱ قرار داده و سپس لایه بالایی هر نمونه عصاره‌گیری شده را جداگانه به ظرف شیشه‌ای دستگاه HPLC جهت آنالیز انتقال دهید.

۴-۲۶ آماده‌سازی دستگاه HPLC/UV

۱-۴-۲۶ ستون

ستون فاز معکوس ۵ μ m ماده C₁₈^۲ (۴/۶ mm تا ۲۵۰ mm)؛

۲-۴-۲۶ طول موج UV

۲۵۰ nm؛

1-Centrifuge

2- Octadecyl carbon chain-bonded silica

۳-۴-۲۶ سرعت جریان

۱ ml/min؛

۴-۴-۲۶ شوینده

۹۵ قسمت متانول در ۵ قسمت آب؛

۵-۴-۲۶ زمان انجام

۱۵ min.

۵-۲۶ شناسایی

شناسایی تنها با حفظ زمان انطباق با یک استاندارد انجام می‌شود.

۶-۲۶ بیان نتایج

۱-۶-۲۶ برای هر نمونه، نسبت مساحت پیک را حساب کنید. از منحنی واسنجی برای تعیین غلظت S_8 در محلول استفاده کنید.

۲-۶-۲۶ غلظت S_8 در نمونه اصلی برحسب mg/kg با استفاده از وزن نمونه، حجم استخراج نهایی و مقدار غلظت به‌دست‌آمده از بند ۱-۶-۲۶ محاسبه کنید.

۳-۶-۲۶ به‌منظور ارزیابی بازده استخراج، درصد بازیابی ماتریس استاندارد S_8 را برای مجموعه استخراج محاسبه کنید.

۷-۲۶ دقت و اریبی

مطالعه درون آزمایشگاهی این روش آزمون انجام‌شده است و انتظار می‌رود، اظهارنظر در مورد دقت در سال ۲۰۱۹ میلادی یا قبل از آن در دسترس قرار گیرد.

۸-۲۶ گزارش آزمون

طبق زیربند ۳-۶-۲۶، مقدار S_8 را با تقریب ۱ mg/kg گزارش کنید.