



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۱۶۹۵



سیمانهای هیدرولیکی - روشهای آزمون شیمیایی تعیین سدیم اکسید و پتاسیم اکسید

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی

واقفصادي آگاه ومرتبط با موضوع صورت ميگيرد. سعي بر اين است كه استانداردهاي ملي، در جهت مطلوبيت ها و مصالح ملي وبا توجه به شرايط توليدي، فني و فن آوري حاصل از مشاركت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: توليدكنندگان ،مصرف كنندگان، بازرگانان، مراكز علمي و تخصصي و نهادها و سازمانهاي دولتي باشد.پيش نويس استانداردهاي ملي جهت نظرخواهي براي مراجع ذينفع واعضاي كميسيون هاي فني مربوط ارسال ميشود و پس از دريافت نظرات وپيشنهاها در كميته ملي مرتبط با آن رشته طرح ودر صورت تصويب به عنوان استاندارد ملي (رسمي) چاپ و منتشر مي شود.

پيش نويس استانداردهايي كه توسط مؤسسات و سازمانهاي علاقمند و ذيصلاح و با رعايت ضوابط تعيين شده تهيه مي شود نيز پس از طرح و بررسي در كميته ملي مربوط و در صورت تصويب، به عنوان استاندارد ملي چاپ ومنتشرمي گردد. بدين ترتيب استانداردهايي ملي تلقي مي شود كه بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملي شماره ((۵)) تدوين و در كميته ملي مربوط كه توسط مؤسسه تشكيل ميگردد به تصويب رسيده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران از اعضاي اصلي سازمان بين المللي استاندارد ميباشد كه در تدوين استانداردهاي ملي ضمن توجه به شرايط كلي ونيازمنديهاي خاص کشور، از آخرين پيشرفتهاي علمي، فني و صنعتي جهان و استانداردهاي بين المللي استفاده مي نمايد.

مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران مي تواند با رعايت موازين پيش بيني شده در قانون به منظور حمايت از مصرف كنندگان، حفظ سلامت و ايمني فردي وعمومي، حصول اطمينان از كيفيت محصولات و ملاحظات زيست محيطي و اقتصادي، اجراي بعضي از استانداردها را با تصويب شوراي عالي استاندارد اجباري نمايد. مؤسسه مي تواند به منظور حفظ بازارهاي بين المللي براي محصولات کشور، اجراي استاندارد كالاهاي صادراتي و درجه بندي آنرا اجباري نمايد.

همچنين بمنظور اطمينان بخشيدن به استفاده كنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمينه مشاوره، آموزش، بازرسي، مميزي و گواهي كنندگان سيستم هاي مديريت كيفيت ومديريت زيست محيطي، آزمائشگاهها و كاليره كنندگان وسايل سنجش، مؤسسه استاندارد اينگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأييد صلاحيت ايران مورد ارزيابي قرار داده و در صورت احراز شرايط

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.

کمیسیون استاندارد «سیمانهای هیدرولیکی - روشهای آزمون شیمیایی - تعیین سدیم اکسید و پتاسیم اکسید» (تجدید نظر)

رئیس	سمت یا نمایندگی
رفوئی، محمد کاظم (دکترای شیمی تجزیه)	دانشگاه تربیت معلم
اعضاء	
اشوری، کاظم (لیسانس مهندسی شیمی)	کارخانه سیمان شمال
امری، اکبر (لیسانس شیمی کاربردی)	کارخانه سیمان فارس
بابایی، حمید رضا (لیسانس شیمی کاربردی)	کارخانه سیمان خاش
یزک فشفانی نژاد، سیمین (لیسانس شیمی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
جعفر پور، فاطمه (لیسانس شیمی)	مرکز تحقیقات ساختمان و مسکن
جهانگیری، علی (فوق لیسانس شیمی)	وزارت صنایع و انجمن صنفی کارفرمایان صنعت سیمان
چشپیده، فاسم (لیسانس شیمی کاربردی)	کارخانه سیمان سفید بی ریز
حبیبی حامنه، عزیز (لیسانس شیمی)	کارخانه سیمان تهران - واحد هفتم
دی البری، الهام (لیسانس شیمی)	کارخانه سیمان تهران - واحد هفتم
سارور، رسول (لیسانس شیمی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
سبزی ادران، محمد حسن (لیسانس شیمی)	کارخانه سیمان صوفیان
شریفیان، جواد (لیسانس شیمی)	کارخانه های سیمان تهران
علامه حسینیان، فاسم (لیسانس شیمی)	انجمن صنفی کارفرمایان صنعت سیمان
فاضلی، سید کاظم (لیسانس شیمی)	کارخانه سیمان قائن
موسوی، داود (لیسانس مدیریت صنعتی)	وزارت بازرگانی - سازمان حمایت از مصرف کنندگان و تولید کنندگان
میرزا پور، عباس (فوق لیسانس مهندسی شیمی معدنی)	کارخانه سیمان ابیک
میرزاده، سید علی اکبر (فوق لیسانس مهندسی شیمی معدنی)	مرکز تحقیق و توسعه فارس و خورسنان
میر محمد حاجی، سید محسن (لیسانس شیمی)	کارخانه های سیمان تهران واحد هفتم
هاشمی، محمدرضا (لیسانس شیمی)	کارخانه سیمان سفید ساوه
دبیر	
محمد ابراهیمی جهرمی، مریم (لیسانس شیمی کاربردی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مندرجات

صفحه

بیشگفتار.....	ب
۱ هدف.....	۱
۲ دامنه کاربرد.....	۱
۳ مراجع الزامي.....	۱
۴ تعداد آزمونها و محدوده تغییرات مجاز.....	۲
۵ کلیات.....	۴
۵-۱ کلیات روش آزمون.....	۴
۵-۲ مواد لازم.....	۴
۵-۳ تهیه محلولها.....	۴
۵-۴ وسایل لازم.....	۶
۵-۵ کالیبراسیون دستگاه.....	۷
۶ اکسیدهای سدیم و پتاسیم (روشهای آزمونهای مرجع).....	۷
۶-۱ قلیایی های کل.....	۷
۶-۲ قلیایی های محلول در آب.....	۱۱

بیشگفتار

استاندارد «سیمانهای هیدرولیکی - روشهای آزمون شیمیائی - تعیین سدیم اکسید و پتاسیم اکسید» نخستین بار در سال ۱۳۵۵ تهیه شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهاي رسیده، بررسی و با تأیید کمیسیونهای مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در هفتمین جلسه کمیته ملی استاندارد ساختمان و مصالح و فراوردههای ساختمانی مورخ ۱۳۸۱/۳/۲۶ تصویب شد، اینک این استاندارد به استناد بند يك ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامي و هماهنگي با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع و علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استاندارد ارائه شود در تجدیدنظر بعدی مورد توجه قرار خواهد گرفت.

بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ملی ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد.

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

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

۱- استاندارد ملی ایران ۱۶۹۵ : سال ۱۳۵۵ تجزیه شیمیایی سیمان - تعیین اکسید سدیم و پتاسیم

۲- ASTM C ۱۱۴-۲۰۰۰ Standard Test Methods for Chemical Analysis of Hydraulic Cement

سیمانهای هیدرولیکی - روشهای آزمون شیمیایی - تعیین سدیم اکسید و پتاسیم اکسید

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشهای اندازه‌گیری سدیم اکسید و پتاسیم اکسید در سیمانهای هیدرولیکی است.

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد شامل روشهایی برای اندازه‌گیری قلیائیهایی محلول در آب، در سیمانهای هیدرولیکی است.

۳ مراجع الزامی

مدارك الزامي زیر حاوي مقرراتي است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. به این ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/ یا تجدیدنظر، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معه‌ذا 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 تجدیدنظر، آخرین چاپ و/ یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است :

۱-۳۱ استاندارد ملی ایران ۳۸۹ : سال ۱۳۷۸ ویژگیهای سیمان پرتلند

۲-۳ استاندارد ملی ایران ۳۴۳۲ : سال ۱۳۸۰ سیمان پرتلند پوزولانی - ویژگیها

۳-۳ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه -

ویژگیها و روشهای آزمون

۴-۳ استاندارد ملی ایران ۱۶۹۲ : سال ۱۳۸۲ سیمانهای هیدرولیکی - روشهای آزمون

شیمیایی - اندازه‌گیری عناصر اصلی

۵-۳ استاندارد ملی ایران ۱۷۴۲ : سال ویژگیهای کاغذ صافی جهت مصارف

شیمیایی

تعداد آزمون‌ها و محدوده تغییرات مجاز

نتایج آزمون‌های دوتایی در روزهای مختلف باید با محدوده تغییرات مجاز داده شده در جدول یک مطابقت داشته باشد. در غیر اینصورت آزمون باید تا زمانی که دو یا سه نتیجه با محدوده تغییرات مجاز داده شده در جدول یک مطابقت داشته باشد تکرار شود و میانگین اعداد بدست آمده به عنوان مقدار صحیح پذیرفته شود. زمانی که یک استاندارد دقیق پذیرفته شده برای مواد تشکیل دهنده وجود داشته باشد (نمونه مرجع استاندارد شیمیایی سیمان پرتلند)^۱، آزمون بر روی این مواد نیز مطابق آنچه در بالا گفته شد صورت می‌گیرد. میانگین نتایج بدست آمده برای هر ترکیب باید مطابق ستون سوم از جدول یک باشد. برای کسب اطلاعات بیشتر به بند ۴ استاندارد ملی ایران ۱۶۹۲: سال ۱۳۸۲ رجوع شود.

جدول ۱ - بیشینه تغییرات مجاز در نتایج بدست آمده از آزمون^۱

ستون ۱	ستون ۲	ستون ۳
ترکیبات	بیشینه تفاوت بین نتایج دوتایی	بیشینه تفاوت میانگین نتایج دوتایی از مقادیر استاندارد مرجع تائید شده ^{۲، ۳، ۴}
سدیم اکسید Na _۲ O	۰/۰۳	± ۰/۰۵
پتاسیم اکسید K _۲ O	۰/۰۳	± ۰/۰۵
قلیایی محلول در آب ^۵ ALK _{sol}	$\frac{0.75}{w}$	(۶)

۱ - در مواردی نظیر شرح روش‌های آزمون سریع که به هفت عدد سیمان استاندارد مرجع نیاز است، کمینه شش نمونه از این هفت نمونه باید مطابق حدود داده شده باشند. هفتمین نمونه نیز نباید با بیش از دو برابر مقدار حدود داده شده تفاوت داشته باشد. در مواردی که بیش از هفت نمونه استاندارد مرجع استفاده می‌شود. کمینه ۷۷ درصد نتایج باید در محدوده داده شده باشند و بقیه نتایج نباید با بیش از دو برابر مقادیر داده شده تفاوت داشته باشند. زمانی که تعداد کمتری سیمان مرجع لازم باشد، کلیه مقادیر باید در محدوده‌های ذکر شده قرار گیرند.

۲ - می‌توان تصحیح‌های بین عنصری (روش‌های تصحیح زمینه برای عناصری که تداخل دارند) برای هر اکسید بکار برد به شرطی که تصحیح روی هر هفت نمونه سیمان استاندارد مرجع اعمال شود، صحت بیشتری مشاهده می‌گردد.

۳ - زمانی که یک مقدار گواهی شده استاندارد مرجع دارای یک عدد زیرنویس باشد آن عدد باید به عنوان یک شاخص معتبر مطرح شود.

۴ - زمانی که در ستون سوم مقادیری برای استاندارد مرجع ذکر نشده باشد در چنین مواردی فقط ویژگی‌های الزامی ستون دوم باید بکار رود.

۵ - w وزن نمونه استفاده شده برحسب گرم برای آزمون است.

۵ کلیات

۱-۵ کلیات روش آزمون

کلیات روشهای آزمون باید مطابق بند ۵ استاندارد ملی ایران ۱۶۹۲: سال ۱۳۸۲ باشد.

۲-۵ مواد لازم

۱-۲-۵ در کلیه موارد باید از آب مقطر آزمایشگاهی که ویژگیهای آن مطابق استاندارد ملی ایران بند ۳-۳ است و مواد شیمیایی با درجه خلوص تجزیه‌ای^۱ استفاده کرد.

۲-۲-۵ کلسیم کربنات (CaCO_3) - کلسیم کربناتی که برای تهیه محلول مادر^۲ کلسیم کلرید استفاده می‌شود (رجوع شود به بند ۵-۳-۱) قلیایه‌ای کل آن بصورت سولفات نباید بیش از ۰/۰۲۰ درصد باشد.

۳-۲-۵ پتاسیم کلرید (KCl)

۴-۲-۵ سدیم کلرید (NaCl)

۵-۲-۵ از محلولهای استاندارد تجاری می‌توان بجای محلولهای بند ۵-۳ استفاده کرد.

۳-۵ تهیه محلولها

۱-۳-۵ محلول مادر کلسیم کلرید - ۱۱۲/۵ گرم کلسیم کربنات را وزن نموده در بشر ۱۵۰۰ میلی لیتری ریخته، ۳۰۰ میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید. در حالیکه محلول را بهم می‌زنید به آرامی ۵۰۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ اضافه کنید. محلول حاصل را تا دمای محیط خنک کنید و در یک بالون ژوژه یک لیتری صاف و به حجم یک لیتر برسانید آنرا کاملاً بهم بزنید تا محلول یکنواخت شود. این محلول معادل ۶۳۰۰۰ ppm (۶/۳۰ درصد) کلسیم اکسید (CaO) است.

۲-۳-۵ محلول مادر سدیم و پتاسیم کلرید

۱/۸۸۵۸ گرم سدیم کلرید (NaCl) و ۱/۵۸۳۰ گرم پتاسیم کلرید (هر دو نمک را قبل از توزین چند ساعت در گرمخانه در حرارت ۱۰۵ تا ۱۱۰ درجه سلسیوس خشک کنید) را در آب حل کنید. سپس در یک بالون ژوژه یک لیتری به حجم رسانده خوب هم بزنید تا محلول کاملاً یکنواخت شود. این محلول دارای ۱۰۰۰ ppm از هر کدام از اکسیدهای سدیم و پتاسیم می‌باشد. محلولهای مجزای سدیم اکسید و پتاسیم اکسید می‌تواند استفاده شود، مشروط بر اینکه، غلظتی که برای برسنجی هنگام تجزیه سیمان استفاده می‌شود همان غلظتی باشد که برای برسنجی طبق بند ۵-۴-۳ هنگام تنظیم دستگاه استفاده می‌شود.

۳-۳-۵ محلولهای استاندارد

محلولهای استاندارد را مطابق روشی که برای دستگاه در نظر گرفته شده است، تهیه کنید. حجم مورد نظر از محلول مادر سدیم کلرید و پتاسیم کلرید را با پی پت یا بورت کالیبره شده برداشته

۱- Pro analysis

۲- Stock

و در بالون ژوژه‌ها بریزید. محلول مادر کلسیم کلرید را نیز می‌توانید با استوانه مدرج مناسب، در صورت نیاز برداشته در بالون ژوژه‌ها بریزید. در صورت استفاده از روش استاندارد داخلی، محلول استاندارد داخلی (رجوع شود به یادآوری) را با پی پت ژوژه یا بورت برداشته به بالونها اضافه کنید. سپس هر يك از بالون ژوژه‌ها را به حجم رسانده، کاملاً هم بزنید تا محلول یکنواخت شود.

یادآوری- محلولهای استاندارد داخلی، محلولهایی هستند که با غلظت ثابت و بالا به هر يك از نمونه‌های مجهول و محلولهای استاندارد اضافه می‌شود سپس شدت نسبی نشر یکی از خطوط استاندارد داخلی برای هر نمونه یا محلول استاندارد همزمان با شدت نسبی نشر عناصر مورد نظر تعیین شده آنگاه نسبت شدتهای نشر برای تعیین غلظت بکار گرفته می‌شود^۱.

۴-۳-۵ اگر محلولهای رقیق‌تری برای این روش لازم باشد، مقدار لازم را در يك بالون ژوژه با اندازه مناسب بریزید و در صورت لزوم به آن استاندارد داخلی اضافه کنید. سپس تا خط نشانه به حجم رسانده، کاملاً هم بزنید.

۴-۵ وسایل لازم

۱-۴-۵ دستگاه - از هر نوع دستگاه فتومتر شعله‌ای^۱ که بتواند درجه دقت و صحت لازم طبق بند ۳-۴-۵ را فراهم کند می‌توان استفاده نمود.

یادآوری ۱- بعد از ایجاد چنین صحتی برای يك دستگاه خاص، به آزمونهای بیشتر برای صحت دستگاه نیاز نیست. مگر زمانی که با يك سری آزمونها با استفاده از نمونه‌های استاندارد مشخص باید اثبات شود که دستگاه نتایجی در محدوده، درجه صحت توصیف شده را می‌دهد.

یادآوری ۲- در آزمونهای معمول آزمایشگاه سفارش می‌شود، که صحت دستگاه بطور منظم با يك نمونه سیمان استاندارد یا سیمان با مقدار قلیایی مشخص کنترل شود.

۲-۴-۵ دستگاه حداقل باید شامل يك اتم‌کننده^۲ شعله‌ای، فشار سنج و وسایل تنظیم فشار^۳ مناسب برای سوخت و گاز اکسید کننده^۴ (هوا)، يك سیستم نوری مجهز به فیلتر برای جلوگیری از تداخل اضافی طول موجهای نور به غیر از طول موجی که اندازه‌گیری می‌شود و يك آشکار ساز نوری باشد.

۳-۴-۵ آماده سازی دستگاه

۱- Flame emission and Atomic absorption Spectroscopy Vol^۲ component and technics

۱- Flame photometry

۲ - Atomizer

۳ - Pressure – regulating devices

۴ - Oxidant gas

برای آماده سازی دستگاه به طوری که بتواند درجه صحت و دقت مطلوب را بدهد آنرا طبق بند ۴ تنظیم کنید.

۴-۴-۵ ظرف آزمایشگاهی

تمام ظروف شیشه‌ای مورد مصرف باید از نوع بوروسیلیکات و تمام ظروف پلی‌اتیلنی باید ویژگی‌های مطابق بند ۲-۳-۵ استاندارد ملی ایران ۱۶۹۲ : سال ۱۳۸۲ (رجوع شود به بند ۳-۴) داشته باشند.

۵-۵ برسنجی دستگاه

۱-۵-۵ در این بند هیچ تلاشی برای جزئیات مراحل راه اندازی دستگاه نشده است زیرا این مراحل به طور قابل ملاحظه‌ای در دستگاه‌های مختلف تغییر می‌کند. دستورالعمل سازنده دستگاه برای روش‌های ویژه با احتیاط‌های مقرر شده برای راه اندازی، نگهداری یا تمیز کردن دستگاه باید بکار گرفته شود.

۲-۵-۵ دستگاه را روشن کنید. مطابق دستور کارخانه سازنده بگذارید گرم شود. زمان لازم برای گرم شدن اغلب دستگاه‌ها حداقل ۳۰ دقیقه می‌باشد. فشار سوخت و گاز اکسید کننده را مطابق روشی که برای دستگاه مورد نظر لازم است، تنظیم کنید. شعله را روشن و برای کار در حالت بهینه تنظیم کنید. هر گونه تنظیم دیگری که لازم است، انجام دهید تا اینکه شرایط کاری مناسب برای دستگاه ایجاد شود.

۶ اکسیدهای سدیم و پتاسیم (روشهای آزمون مرجع)

۱-۶ قلیایی‌های کل

۱-۱-۶ اساس روش

در این روش مقدار سدیم اکسید و پتاسیم اکسید به وسیله فتومتر شعله‌ای تعیین می‌شود.

یادآوری- این روش برای سیمان‌های هیدرولیکی که بطور کامل به وسیله هیدروکلریک اسید تجزیه می‌شوند مناسب است و نباید برای قلیایی‌های کل در سیمان‌های هیدرولیکی که دارای مقدار زیادی باقی مانده نامحلول هستند مانند سیمان‌های پوزولانی استفاده شوند. این روش را می‌توان برای تعیین قلیایی‌های محلول در اسید این نوع سیمان‌ها استفاده کرد.

۲-۱-۶ روش اجرای آزمون

۱-۲-۱-۶ محلول سیمان

محلول سیمان را طبق روش مشخص شده توسط سازنده دستگاه تهیه نمایید، در صورتی که روش مشخص نشده باشد، یا در صورت نیاز طبق روش مشخص شده در بند ۱-۱-۲-۱-۶ یا در بند ۲-۱-۲-۱-۶ عمل نمایید(رجوع شود به یادآوری).

یادآوری- سیلیس موجود در محلول روی صحت پاره‌ای از دستگاه‌های فتومتر شعله‌ای اثر می‌گذارد. در مواردی که دستگاه نتایج با درجه صحت مشخص شده در بند ۴ را نمی‌دهد، باید محلولی برای

اندازه‌گیری سدیم اکسید و پتاسیم اکسید تهیه شود که سیلیس آن خارج شده باشد. برای این منظور طبق روش بند ۶-۱-۲-۲-۱ عمل نمایید.

۶-۱-۲-۱-۱-۱ گرم سیمان را در یک بشر ۱۵۰ میلی‌لیتری بریزید. به آن ۲۰ میلی‌لیتر آب اضافه کنید و با حرکت دورانی بشر، سیمان را پراکنده نمایید. ضمن چرخاندن بشر یک مرتبه به آن پنج میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ اضافه کنید. فوراً آنرا تا ۵۰ میلی‌لیتر با آب رقیق کنید. هر کلوخه سیمانی که بدون پراکنده شدن باقی مانده است با انتهای میله شیشه‌ای خرد کنید. آنرا به مدت ۱۵ دقیقه روی یک صفحه گرم کننده (محلول نباید بجوشد) یا حمام بخار قرار دهید.

سپس آنرا به کمک کاغذ صافی بافت متوسط در یک بالون ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری صاف کنید. بشر و کاغذ صافی را کاملاً با آب داغ بشوئید و محتویات بالون را تا دمای محیط خنک کنید و به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید. آنرا کاملاً هم زده مطابق بند ۶-۱-۲-۲-۲ ادامه دهید.

۶-۱-۲-۱-۲-۲ گرم سیمان را با دقت وزن نموده در یک ظرف پلاتینی قرار داده، ۱۰ میلی‌لیتر آب مقطر افزوده و با حرکت دورانی ظرف، ذرات سیمان را پراکنده و از هم جدا سازید. ضمن چرخاندن ظرف یکمرتبه پنج میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ اضافه کنید و با میله شیشه‌ای تمام ذرات جدا نشده سیمان را جدا سازید. بعد ظرف را روی حمام بخار آب تا خشک شدن کامل تبخیر نمائید تا توده ژلاتینی بدست آید. روی باقی مانده ۲/۵ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ و حدود ۲۰ میلی‌لیتر آب مقطر اضافه کنید. مدت پنج تا ۱۰ دقیقه روی حمام بخار قرار داده فوراً روی کاغذ صافی بافت متوسط داخل بالون ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری صاف کنید. کاغذ صافی و بشر را چندین مرتبه با آب داغ بشوئید تا حجم محلول بالون ژوژه به حدود ۸۰ تا ۹۵ میلی‌لیتر برسد. تا دمای محیط آنرا خنک نموده، به حجم رسانده کاملاً هم بزنید تا محلول یکنواخت شود.

چنانچه تاثیر جدا کردن سیلیس برای بدست آوردن صحت لازم ذکر شده در بند ۴ برای یک فتومتر شعله‌ای مشخص اثبات گردد، همواره سیلیس را باید خارج نمود. هنگامی که مقدار اکسیدهای قلیایی، مشخصات اصلی سیمان باشند و این مقادیر پایه و اساس برای اعلام مردودی سیمان به علت عدم تطابق با ویژگیهای مورد نظر باشد. یا در مواردی که در این تطابق اختلاف نظر باشد باید جدا کردن و خارج کردن سیلیس را قبل از تعیین مقدار و اندازه‌گیری اکسیدهای قلیایی مورد توجه قرار داد. اگر رعایت حدود اکسیدهای قلیایی در سیمان لازم و ضروری نباشد، می‌توان بدون جدا کردن سیلیس به شرطی که انحراف بدست آمده از مقادیر گواهی شده از آزمون مطابق بند ۴ بیش از دو برابر حدود مشخص شده نباشد، اندازه‌گیری قلیایی‌ها را انجام داد.

۶-۱-۲-۲-۲ در صورتی که در روش آزمون مورد استفاده، به محلولهای رقیق‌تر، محلول استاندارد داخلی یا هر دو نیاز باشد. طبق روش بند ۵-۳-۴ رقیق کنید. محلولهای نمونه و استاندارد که برای آزمون استفاده می‌شود باید به همان روش و به همان رقت، محلولهای استاندارد سیمان که برای تنظیم دستگاه استفاده می‌شود، تهیه شوند.

۳-۲-۱-۶ روش اجرای آزمون برای اندازه‌گیری سدیم اکسید (Na_2O) [رجوع شود به یادآوری بند ۲-۶] - دستگاه را روشن نموده و بگذارید گرم شود. آنرا برای اندازه‌گیری سدیم اکسید طبق بند ۲-۵-۵ تنظیم کنید. فوراً پس از تنظیم دستگاه و بدون تغییر آن، محلول تهیه و آماده شده از سیمان مورد آزمون را توسط دستگاه اتمی کرده، و عدد قرائت شده از روی دستگاه را یادداشت نمائید (رجوع شود به یادآوری). محلولهای استاندارد انتخاب کنید که مقدار سدیم اکسید سیمان مورد آزمون بین اعداد استاندارد قرار گیرد. اعداد بدست آمده از خواندن استانداردها باید با اعداد قرائت شده قبلی که ضمن کالیبراسیون دستگاه بدست آمده مطابقت داشته باشند. در غیر اینصورت باید دستگاه را مجدداً کالیبره کرد. نهایتاً از محلول آزمون و محلولهای استاندارد دیگری استفاده نمائید. به طوری که تفاوت آنها بیش از یک واحد تقسیمات گالوانومتر روی دستگاه نباشد یا برای دستگاههایی با قرائت دیجیتالی تفاوت آنها بیش از ۰/۰۱ درصد وزنی نباشد.

میانگین دو عدد قرائت شده آخری را برای محلول آزمون مورد آزمون، یادداشت کنید.

یادآوری- ترتیب تقدم و تأخر اندازه‌گیری سدیم اکسید یا پتاسیم اکسید اختیاری می‌باشد. مع الوصف اندازه‌گیری آنها باید بلافاصله بعد از تنظیم دستگاه صورت گیرد.

۴-۲-۱-۶ اگر مقدار قلیایی آزمون به اندازه‌ای باشد که اعداد قرائت شده خارج از حداکثر مقیاس دستگاه باشد. ۵۰ میلی‌لیتر از محلول تهیه شده در بند ۱-۲-۱-۶ را در بالون ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری بریزید آنرا به حجم رسانده و اندازه‌گیری را با محلول دو بار رقیق شده انجام دهید. یا می‌توانید بجای یک گرم سیمان ۰/۵ گرم را وزن نموده و بجای پنج میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ ۲/۵ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید اضافه کنید. در مواردی که باید سیلیس از نیم گرم آزمون سیمان جدا شود، می‌توان به آن ۱/۲۵ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ و حدود ۲۰ میلی‌لیتر آب اضافه کرد و تا حل شدن نمکهای محلول حرارت داده، بعد صاف نموده و شستشو دهید در هر مورد پنج میلی‌لیتر محلول مادر کلسیم کلرید (رجوع شود به بند ۱-۳-۵) قبل از به حجم رساندن بالون ژوژه اضافه نمائید. سپس آنرا به حجم برسانید. در صورتی که به محلولهای رقیق‌تر نیاز باشد طبق بند ۴-۳-۵ عمل کنید.

قلیایی این محلول را مطابق آنچه در بند ۳-۲-۱-۶ گفته شده تعیین کنید و درصد اکسیدهای بدست آمده را در دو ضرب کنید.

۵-۲-۱-۶ روش اجرای آزمون برای اندازه‌گیری پتاسیم اکسید (K_2O) - همان روش بیان شده برای سدیم اکسید (رجوع شود به بند ۳-۲-۱-۶) را تکرار کنید. توجه داشته باشید که دستگاه را برای اندازه‌گیری پتاسیم اکسید نیز، باید تنظیم کنید. در دستگاههایی که پتاسیم اکسید و سدیم اکسید را بطور همزمان اندازه‌گیری می‌کنند. سدیم اکسید و پتاسیم اکسید را هر دو همزمان تعیین کنید.

۳-۱-۶ محاسبه و گزارش آزمون

از روی میانگین اعداد قرائت شده برای سدیم اکسید و پتاسیم اکسید محلول آزمون، هر یک از اکسیدهای قلیایی را با تقریب ۰/۰۱ درصد گزارش کنید.

۲-۶ قلیایی‌های محلول در آب

یادآوری- اندازه‌گیری قلیایی محلول در آب نباید مانند اندازه‌گیری قلیایی کل طبق بند ۱-۲-۵ تا ۱-۶-۱ در نظر گرفته شود. هم چنین نباید تصور شود که طبق این روش، تمام قلیانیهای محلول در آب سیمان حل خواهد شد و در مواقعی که مقدار قلیایی محلول در آب سیمان باید مقدار محدود و معینی باشد یا هنگامی که مقایسه نمونه‌های مختلف سیمان از لحاظ مقدار درصد قلیایی محلول در آب مطرح باشد رعایت دقیق نکات و دستورات مشروحه در روش کار ضروری است.

۱-۲-۶ روش اجرای آزمون

۱-۱-۲-۶ مقدار ۲۵/۰ گرم نمونه سیمان را توزین نموده در یک ارلن مایر ۵۰۰ میلی‌لیتری بریزید. مقدار ۲۵۰ میلی‌لیتر آب به آن اضافه کرده، در ارلن را با یک درپوش لاستیکی ببندید. آنگاه آنرا به مدت ده دقیقه در دمای محیط، خوب هم بزنید. سپس این محلول را به وسیله قیف بوختر و کاغذ صافی خشک بافت ریز که کاملاً به قیف چسبیده باشد، با استفاده از جریان خلاء ضعیف در یک بالون ژوژه ۵۰۰ میلی‌لیتری صاف کنید. آنرا نشوئید.

۲-۱-۲-۶ مقدار ۵۰ میلی‌لیتر (رجوع شود به یادآوری) از محلول زیر صافی را در یک بالون ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری بریزید. با نیم میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ با چگالی ۱/۱۹ گرم بر سانتی‌متر مکعب اسیدی نمائید. ۹/۰ میلی‌لیتر محلول مادر کلسیم کلرید (معادل ۶۳۰۰۰ میلی‌گرم در لیتر کلسیم اکسید) بند ۱-۳-۵ به آن افزوده، با آب مقطر به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید. آنرا هم بزنید تا کاملاً یکنواخت شود. اگر در این روش آزمون نیاز به استفاده از محلولهای رقیق‌تر، استاندارد داخلی یا هر دو باشد. به همان روش که در بند ۴-۳-۵ ذکر شده رقیق کردن را انجام دهید. اکسیدهای سدیم و پتاسیم این محلول را مطابق آنچه در بند ۱-۶-۳-۲ و ۵-۲-۱-۶ گفته شده تعیین کنید. مقدار هر یک از قلیایی‌ها را در محلول بالون ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری بر حسب ppm بدست آورید.

یادآوری- مقدار محلولی که برای آزمون از محلول زیر صافی برداشته می‌شود، باید متناسب با مقدار اکسیدهای قلیایی محلول در آب موجود در سیمان باشد. اگر مقدار هر یک از اکسیدهای پتاسیم یا سدیم بیش از ۰/۰۸ درصد وزنی سیمان باشد یا مقدار قلیایی محلول در آب نامشخص باشد. همانطور که در بند ۲-۱-۲-۶ بیان شده، باید برای درست کردن محلول اولیه آزمون مقدار ۵۰ میلی‌لیتر استفاده شود. اگر هر یک از سدیم اکسید یا پتاسیم اکسید بیش از ۰/۱۶ درصد باشد. مقدار ۵۰ میلی‌لیتر از محلول بند ۲-۱-۲-۶ را در یک بالون ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری بریزید. پنج میلی‌لیتر محلول مادر کلسیم کلرید به آن اضافه کرده و به حجم برسانید. چنانچه مقدار درصد هر یک از اکسیدهای قلیایی به تنهایی از ۰/۰۸ درصد کمتر باشد به جای برداشتن ۵۰ میلی‌لیتر از محلول صاف شده اولیه (بدست آمده طبق بند ۱-۱-۲-۶)، مقدار ۱۰۰ میلی‌لیتر از آنرا برداشته در یک بشر

۲۵۰ میلی‌لیتری بریزید. به آن یک میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ اضافه کرده بشر را روی اجاق برقی قرار داده محلول را تبخیر کنید تا حجم آن حدود ۷۰ میلی‌لیتر شود. سپس به آن ۸ میلی‌لیتر محلول مادر کلسیم کلرید اضافه نموده، محلول حاصل را به یک بالون ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. بشر را با مقدار کمی آب شستشو دهید. تا دمای محیط آنرا خنک کنید، سپس به حجم برسانید.

۲-۲-۶ محاسبه

مقدار قلیایی محلول در آب را بر حسب سدیم اکسید تا ۰/۰۱ درصد بصورت زیر محاسبه کنید:

$$A+E = \text{کل قلیایی محلول در آب به صورت سدیم اکسید}$$

$$A = \frac{B}{V \times 10}$$

$$C = \frac{D}{V \times 10}$$

$$E = \frac{C}{V \times 0.658}$$

که در آن :

A = مقدار درصد سدیم اکسید محلول در آب

V = مقدار محلول زیر صافی اولیه در بالون ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری بر حسب میلی‌لیتر

B = مقدار سدیم اکسید در بالون ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری بر حسب ppm

C = مقدار درصد پتاسیم اکسید محلول در آب

D = مقدار پتاسیم اکسید در بالون ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری بر حسب ppm

E = مقدار سدیم اکسید معادل پتاسیم اکسید تعیین شده، بر حسب درصد

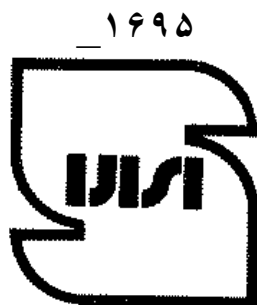
۰/۶۵۸ = نسبت وزن مولکولی سدیم اکسید به پتاسیم اکسید



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER



Hydraulic Cement -Test Methods
For Chemical Analysis - Determination
Of Sodium and Potassium Oxides

1st. Revision