ISIRI

۷۱۴۷

۱ St- Edition

جمهوري اسلامي ايران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد وتحقيقات صنعتي ايران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

استاندارد ملي ايران

۷۱۴۷

چاپ اول

سنگدانه – تعيين نمكهاي كلريدي محلول در آب
روش آزمون

Aggregate – Determination of water – soluble chloride saltsTest method

« بسمه تعالي»

آشنايي با مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران

مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران به موجب قانون، تنها مرجع رسمي كشور است كه عهده دار وظيفه تعيين، تدوين و نشر استانداردهاي ملي (رسمي) ميباشد.تدوين استاندارد در رشته هاي مختلف توسط كميسيون هاي فني مركب از كارشناسان مؤسسه، صاحبنظران مراكز و مؤسسات علمي، پژوهشي، توليدي واقتصادي 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 وپيشنهادها 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 كشور، 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 كشور، 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 كنندكان سيستم هاي مديريت كيفيت ومديريت زيست محيطي، آزمايشگاهها و كاليبره 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، گواهينامه تأييد صلاحيت به آنها اعطا نموده و بر عملكرد آنها نظارت مي نمايد. ترويج سيستم بين المللي يكاها ، كاليبراسيون وسايل سنجش تعيين عيار فلزات گرانبها و انجام تحقيقات كاربردي براي ارتقاي سطح استانداردهاي ملي از ديگر وظايف اين مؤسسه مي باشد.

نشاني مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران : كرج ـ شهر صنعتي، صندوق پستي ۱۶۳-۳۱۵۸۵
دفتر مركزي : تهران ـ ضلع جنوبي ميدان ونك، صندوق پستي ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵
تلفن مؤسسه در كرج: ۸-۲۸۰۶۰۳۱-۰۲۶۱
تلفن مؤسسه در تهران: ۵-۸۸۷۹۴۶۱-۰۲۱
دورنگار: كرج ۲۸۰۸۱۱۴-۰۲۶۱ ـ تهران ۸۸۸۷۱۰۳ - ۸۸۸۷۰۸۰ ـ ۰۲۱
بخش فروش ـ تلفن: ۲۸۰۷۰۴۵-۰۲۶۱ دورنگار: ۲۸۰۷۰۴۵-۰۲۶۱
پيام نگار: Standard @ isiri.or.ir
بهاء: ۲۸۷۵ ريال

Headquarters : Institute Of Standards And Industrial Research Of Iran
P.O.Box: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ Karaj – IRAN
Tel: ۰۰۹۸ ۲۶۱ ۲۸۰۶۰۳۱-۸
Fax: ۰۰۹۸ ۲۶۱ ۲۸۰۸۱۱۴
Central Office : Southern corner of Vanak square, Tehran
P.O.Box: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ Tehran-IRAN
Tel: ۰۰۹۸ ۲۱ ۸۸۷۹۴۶۱-۵
Fax: ۰۰۹۸ ۲۱ ۸۸۸۷۰۸۰, ۸۸۸۷۱۰۳
Email: Standard @ isiri.or.ir
Price: ۲۸۷۵ RLS

كميسيون استاندارد سنگدانه-تعيين نمكهاي كلريدي محلول در آب- روش آزمون"

رئيس	**سمت يا نمايندگي**
نفيسي، غلامحسين (دكتري شيمي تجزيه)	دانشگاه تربيت معلم
اعضاء	
بشارتلو، نرجس (فوق ليسانس شيمي تجزيه)	پژوهشكده توسعه صنايع شيميائي ايران
زماني، آرش (فوق‌ليسانس،مهندسي عمران- سازه)	مهندسان مشاور سازه
زينالي دانالو، ميرعلي‌اصغر (فوق ليسانس مهندسي شيمي)	پژوهشكده توسعه صنايع شيميائي ايران
قعري، هما (ليسانس شيمي)	كارشناس موسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران
كاظميان، حسين (دكتري شيمي تجزيه)	سازمان انرژي اتمي
نظريها، مهرداد دكتري، عمران (هيدروليك)	جهاددانشگاهي واحد صنعتي اميركبير
دبير	
بهرامي‌آده، نرمين (فوق‌ليسانس شيمي تجزيه)	پژوهشكده توسعه صنايع شيميائي ايران

پيشگفتار

استاندارد **" سنگدانه ـ تعيين نمكهاي كلريدي محلول در آب ـ روش آزمون"** كه به وسيله پژوهشكده توسعه صنايع شيميائي ايران (جهاددانشگاهي) تهيه و تدوين شده و در هشتاد و هفتمين جلسه كميته ملي استاندارد مورخ ۸۲/۱۰/۷ مورد تأييد قرارگرفته است. اينك به استناد بند يك ماده ۳ قانون اصلاح قوانين و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملي ايران منتشر مي‌گردد. براي حفظ همگامي و هماهنگي با تحولات و پيشرفتهاي ملي و جهاني در زمينه صنايع، علوم و خدمات، استانداردهاي ملي ايران در مواقع لزوم مورد تجديد نظر قرار خواهند گرفت و هر گونه پيشنهادي كه براي اصلاح يا تكميل اين استانداردها ارائه شود،درهنگام تجديد نظر در كميسيون فني مربوطه مورد توجه قرار خواهد گرفت.بنابراين براي مراجعه به استانداردهاي ملي ايران همواره بايد از آخرين چاپ و تجديد نظر آنها استفاده نمود.در تهيه و تدوين اين استاندارد سعي شده است ضمن توجه به شرايط موجود و نيازهاي جامعه حتي‌المقدور بين اين استاندارد و استانداردهاي بين‌المللي و استاندارد ملي كشورهاي صنعتي و پيشرفته هماهنگي ايجاد شود.براي تهيه اين استاندارد از مراجع استفاده شده است.

۱. BS ۸۱۲ : Testing Aggregates, Part ۱۱۷ : ۱۹۹۸ Methods for determination of Water-soluble chloride salts

فهرست مطالب.....صفحه

پيشگفتار.....

..ب

۱ هدف و دامنه‌ي

كاربرد.....۱

۲

مراجع‌الزامي.....۱

۳ اساس
روش.....۲
۴
نمونه‌برداري.....
۲
۵ وسايل و دستگاههاي
لازم.....۳
۶ مواد
لازم.....۴
۷ استاندارد كردن محلول تيوسيانات.....۶
۸ آماده كردن
آزمونه.....۶
۹ روش
آزمون.....۷
۱۰ محاسبه و ارايه
نتايج.....۹
۱۱
دقت.....۱۰
۱۲ گزارش
آزمون.....۱۰
پيوست الف آزمون كيفي براي تشخيص وجود يونهاي كلريد ۱۱
پيوست ب آزمونهاي ميداني براي تعيين مقدار يون‌هاي كلريد ۱۳
پيوست ج روش آزمون تعيين كلريد موجود در سنگدانه‌ها- استخراج با نيتريك اسيد ۱۶
پيوست د شرح آزمون تعين دقت روش اندازه‌گيري مقدار كلريد سنگدانه‌ها ۱۹

سنگدانه- تعيين نمكهاي كلريدي محلول در آب ـ روش آزمون

۱ هدف و دامنه كاربرد

هدف از تدوين اين استاندارد تعيين كلريد موجود در سنگدانه است.

۲ مراجع الزامي

مدارك زير حاوي مقرراتي است كه در متن اين استاندارد به آنها ارجاع شده است. بدين ترتيب اين مقررات جزئي از اين استاندارد محسوب مي‌شوند. در مورد مراجع داراي تاريخ چاپ و يا/ تجديد نظر، اصلاحيه‌ها و تجديدنظرهاي بعدي اين مدارك مورد نظر نيست. معهذا بهتر است كاربران ذينفع اين استاندارد، امكان كاربرد آخرين اصلاحيه‌ها و تجديد نظرهاي مدارك الزامي زير را مورد بررسي قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاريخ چاپ و يا تجديد نظر، آخرين چاپ و يا/ تجديد نظر آن مدارك الزامي ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زير براي كاربرد اين استاندارد الزامي است :

۲-۱ BS ۸۱۲ , ۱۹۸۴.Testing Aggregates

Part ۱۰۲ Guid to Sampling and Testing aggregates.

۲-۲ BS ۵۷۸۱ Measurment and Calibration Systems.

Part ۱.Specification for System Requirements.

۲-۳ BS ۴۱۰ .Specification for Test Sieves.

۲-۴ BS ۱۷۹۷.Tables for Use in the Calibration of Volumetric Glassware.

۲-۵ BS ۱۸۸۱.Testing Concrete

Part ۶*: ۱۹۷۱.Analysis of Hardened Concrete

* is under Revision and will be Replaced by BS ۱۸۸۱: Part ۱۲۴.

۲-۶ BS ۵۴۹۷ Precision of Testing Methods.

Part ۱:۱۹۷۹ Guide for the Determination of Repeatability and Reproducibility for a Standard Test Method by Interlaboratory Tests.

۲-۷ BS ۸۱۲ Testing Aggregates, Part ۱۱۸: ۱۹۸۸ Methods for determination of sulfate content

۸-۲- استاندارد ملي ۱۷۲۸ سال ۱۳۷۲ : آب مقطر آزمايشگاهي - ويژگيها و روشهاي آزمون.

۳ اساس روش

يونهاي كلريد موجود در يك نمونه سنگدانه، با آب مقطر يا آب بدون يون استخراج مي‌شوند. تجزيه‌ي محلول حاصل از استخراج، مبتني بر روش ولهارد مي‌باشد. در اين روش، مقداري محلول‌نقره نيترات اضافي به محلول كلريد افزوده مي‌شود و سپس نقره نيترات واكنش نداده در حضور معرف آمونيم آهن(III)سولفات با محلول استاندارد پتاسيم يا آمونيم تيوسيانات، به روش تيتراسيون برگشتي اندازه‌گيري مي‌شود. مقدار كلريد محاسبه شده به عنوان يون كلريد موجود در سنگدانه گزارش مي‌گردد.

۴ نمونه برداري

نمونه مورد استفاده در اين آزمون (نمونه آزمايشگاهي) مي‌بايست بر اساس بند ۱-۲ تهيه شده باشد. در تمام مراحل آزمايش از اتلاف رطوبت، به جز از راه تبخير، جلوگيري كنيد تا رطوبت موجود در نمونه، معرف رطوبت ماده جامد باشد

يادآوري: *كنترل رطوبت نمونه لازم است زيرا اگر سنگدانه‌ها داراي آب سطحي باشند، به طور طبيعي يونهاي كلريد، هم در آب‌سطحي و هم درآب جذب شده، حل مي‌شوند. در نتيجه نشت آب در مصالح فله‌اي، بر ميزان كلريد تأثير دارد.*

۵ وسايل و دستگاههاي[1] لازم

۵-۱ وسايل و دستگاههاي‌لازم‌براي آماده كردن آزمونه‌و استخراج كلريد

۵-۱-۱ آون با تهويه مناسب، براي كنترل دما در محدودة ۵±۱۰۵ درجة سليسيوس.

۵-۱-۲ ترازو، براي توزين تا ۵ كيلوگرم با دقت ۵ گرم، كه بايد به طور منظم براساس بند ۲-۲ تنظيم[2] شود.

۵-۱-۳ الك آزمايشگاهي، با منافذ مربع شكل ۲۰ ميلي‌متري بر اساس بند ۳-۲ .

۵-۱-۴ هاون و دسته هاون، يا خرد كن مكانيكي مناسب.

يادآوري: *زماني كه تمام سنگدانه‌ها از الك (طبق بند ۵-۱-۳) عبور كنند، اين وسيله لازم نيست.*

۵-۱-۵ دو بطري فلزي يا پلاستيكي، با دهانه گشاد و در پوش پيچي، ظرفيت بطري‌ها بايد براي آزمايش سنگدانه‌هاي درشت ۵ ليتر و براي آزمايش سنگدانه‌هاي ريز، ۲ ليتر باشد.

۱- Apparatus
۲- Calibration

۵-۱-۶ دو عدد قيف، باقطر تقريباً ۱۰۰ ميلي‌متر، با كاغذ صافي از درجه متوسط (مانند واتمن شماره ۴۰) متناسب با قطر قيف.

۵-۱-۷ چند عدد بشر

۵-۲ وسايل‌لازم براي تعيين‌مقداركلريدموجود در محلول استخراج‌شده (طبق بند ۹-۲)

۵-۲-۱ پيپت، ۱۰۰ ميلي‌ليتري، درجة B از استاندارد بند ۳-۲ .

۵-۲-۲ چند عدد ارلن ماير با درپوش، ۲۵۰ ميلي‌ليتري.

۵-۲-۳ استوانه‌ي مدرج ، ۱۰ميلي‌ليتري، درجة B از استاندارد بند ۳-۲

۵-۲-۴ بطري شستشو (پيست)، حاوي آب مقطر يا آب عاري از يون (طبق بند ۸-۲).

۵-۲-۵ دو عدد بورت، ۵۰ ميلي‌ليتري، درجة B براساس استاندارد بند ۳-۲ .

۵-۳ وسايل‌لازم‌براي‌استانداردكردن‌محلول تيوسيانات(طبق بند ۷)

۵-۳-۱ پيپت، ۲۵ ميلي‌ليتري، درجة B براساس استاندارد بند ۳-۲

۵-۴ وسايل و دستگاههاي لازم براي آماده كردن محلولهاي مورد نياز (طبق بند ۶)

۵-۴-۱ ترازو، براي اندازه‌گيري وزنهاي تا ۱۰۰ گرم با دقت ۰/۰۰۱ گرم. ترازو بايد به طور منظم مطابق با استاندارد بند ۲-۲ تنظيم شود.

۵-۴-۲ بالن حجمي، ۱۰۰۰ ميلي‌ليتري دو عدد، درجه B براساس استاندارد بند ۳-۲ .

۵-۴-۳ بطري شيشه‌اي تيره‌رنگ، براي نگهداري محلول شناساگر.

۵-۴-۴ بطري هاي شيشه‌اي دهان گشاد، براي نگهداري محلولهاي شناساگر.

۵-۴-۵ استوانه مدرج، ۵۰۰ ميلي ليتري، درجة B براساس استاندارد بند ۳-۲ .

۵-۴-۶ هود آزمايشگاهي.

۶ مواد مورد نياز

۶-۱ اصول كلي

يادآوري ۱: *در اين استاندارد منظور از آب جهت محلول‌سازي يا شستشو، در همه بندها، آب مقطر يا آب عاري از يون مي‌باشد و مواد بايستي با درجه خلوص تجزيه‌اي مورد استفاده قرار گيرند.*

يادآوري ۲: *در مواردي كه به محلولهاي دقيقاً استاندارد شده نياز باشد، بهتر است محلولهاي استاندارد شده براساس دستورالعمل توليد كننده، تهيه گردند. با اين وجود، معرف تيوسيانات مي‌بايست به طور منظم طبق بند ۷-۵، استاندارد شود.*

۶-۲ مواد لازم

۶-۲-۱ محلول نقره نيترات، (غلظت ۰/۱۰۰ مولار)

حدود ۲۰ گرم نقره نيترات را در دماي ۵±۱۰۵درجة سليسيوس به مدت ۱ تا ۲ ساعت خشك كنيد، پس ازسرد شدن ۱۶/۹۸۷ گرم از آن‌رادرآب‌مقطر حل كنيد و محلول را در يك بالن حجمي (طبق بند ۵-۴-۲) تا ۱۰۰۰ ميلي‌ليتر رقيق نماييد. محلول را به بطري‌هاي تيره‌رنگ(طبق بند ۵-۴-۳) منتقل و دور از نور مستقيم خورشيد نگهداري كنيد.

۶-۲-۲ محلول تيوسيانات (غلظت NH_4SCN يا KSCN تقريباً ۰/۱ مولار)

مقدار ۱۰/۵ گرم پتاسيم تيوسيانات يا ۸/۵ گرم آمونيوم تيوسيانات را در آب مقطر حل كرده در يك بالن حجمي(طبق بند ۵-۴-۲) تا ۱۰۰۰ ميلي‌ليتر رقيق كنيد.

۶-۲-۳ نيتريك اسيد (تقريباً ۶ مولار)

۱۰۰ ميلي‌ليتر نيتريك اسيد غليظ(۷۰ درصد،۱/۴۲ گرم در ميلي‌ليتر) را با آب مقطر تا ۲۵۰ ميلي‌ليتر رقيق كنيد، اسيد رقيق شده را در محفظه هود (طبق بند ۵-۴-۶) تا وقتي كه بي‌رنگ شود، بجوشانيد. محلول را قبل از ذخيره كردن سرد كنيد.

۶-۲-۴ ۵,۵,۳- تري‌متيل‌هگزان ۱-اُل

۶-۲-۵ محلول شناساگر آمونيم آهن (III) سولفات

مقدار ۵۰ گرم آمونيوم آهن (III) سولفات را به حدود ۶۰ گرم آب اضافه كرده ضمن هم‌زدن گرم نماييد تا حل شود سپس ۱۰ ميلي‌ليتر نيتريك اسيد ۶ مولار (طبق بند ۶-۲-۳) به آن اضافه كنيد. بعد از سرد شدن محلول، آن را در بطري (طبق بند ۵-۴-۴) ذخيره نماييد.

۷ استاندارد کردن محلول تیوسیانات

۷-۱ ۲۵ ميلي‌ليتر محلول نقره نيترات (طبق بند ۷-۲-۱) را به ارلن ماير ۲۵۰ ميلي‌ليتري (طبق بند ۵-۲-۲) منتقل نموده به آن ۵ ميلي‌ليتر نيتريك اسيد ۶ مولار (طبق بند ۶-۲-۳) و ۱ ميلي‌ليتر محلول شناساگر آمونيم آهن (III) سولفات (طبق بند ۶-۲-۵) اضافه كنيد.

۷-۲ محلول تيوسيانات (طبق بند ۶-۲-۲) را بوسيله يك بورت (۵ طبق بند -۲-۵) تا مشاهده اولين تغيير رنگ پايدار، از سفيد شيري به قهوه‌اي كم‌رنگ، اضافه كنيد.

۷-۳ حجم محلول تيوسيانات اضافه شده را يادداشت نمائيد.

۷-۴ غلظت محلول تيوسيانات، T (بر حسب مولار)، را از معادله زير محاسبه كنيد:

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

كه در آن:

V_1 حجم تيوسيانات اضافه شده (بر حسب ميلي‌ليتر).

۷-۵ محلول را هر هفته استاندارد كنيد. اگر آزمايشها در فواصل زماني طولاني‌تري انجام شود، محلول را قبل از استفاده استاندارد كنيد.

۸ آماده كردن آزمونه

۸-۱ نمونه‌آزمايشگاهي‌رادردماي ۵±۱۰۵درجه‌سليسيوس براي حذف آب سطحي آن، خشك كنيد.

۸-۲ مقدار نمونه آزمايشگاهي را بر اساس روش نمونه‌برداري بند۱-۲، كاهش دهيد، به نحوي كه مقدار آن كمتر از جرم داده شده‌ي متناسب با اندازه اسمي سنگدانه، مطابق جدول (۱)، نباشد

.جدول ۱- حداقل جرم نمونه اوليه

بيشترين اندازه اسمي سنگدانه mm	حداقل جرم نمونه kg
۶۳	۵۰

۵۰	۳۵
۴۰	۱۵
۲۸ یا کمتر	۵

۸-۳ نمونه‌ها را با الك (طبق بند ۵-۱-۳) الك نماييد. نمونه‌هاي درشت‌تر را با آسياب تا اندازه‌ي مناسب خرد كرده، الك كنيد. همة نمونه‌هاي الك شده را به خوبي مخلوط نماييد و با يك روش نمونه‌برداري مناسب، دو آزمونه‌ي حدود ۲ كيلوگرمي از سنگدانه‌هاي درشت يا دو آزمونه‌ي حدود ۵۰۰ گرمي از سنگدانه‌هاي ريز تهيه نمائيد. نمونه‌ها را در دماي ۵±۱۰۵ درجة سليسيوس خشك كنيد تا به ماده‌اي خشك با جرم ثابت با دقت ۰/۱درصد برسيد.

۹- روش آزمون

يادآوري: *در پيوست الف يك آزمون كيفي و در پيوست ب روش سريعتري نسبت به آنچه در متن اصلي آمده، توضيح داده شده است. براي كنترل اوليه، قبل از استفاده از آزمايشهاي توصيف شده در متن اصلي كه هر كدام ممكن است به شرايط خاصي احتياج داشته باشند، آزمايشهاي موجود در پيوست ب توصيه مي‌شود. از اين آزمايشهاي سريع مي‌توان به طور منظم براي كنترل كيفيت استفاده كرد.*

۹-۱ تهيه محلولهاي استخراج شده

۹-۱-۱ براي سنگدانه‌هاي درشت، از دو بطري فلزي يا پلاستيكي با دهانه گشاد ۵ ليتري و براي سنگدانه‌هاي ريز از دو بطري ۲ ليتري (طبق بند ۵-۱-۵) استفاده كنيد. هر بطري را وزن كنيد و جرم آن را با تقريب ۵ گرم يادداشت نمائيد.

۹-۱-۲ آزمونه‌هايي را كه طبق بند ۸-۳ تهيه شده‌اند به بطري‌ها منتقل كنيد، بطري‌ها را وزن كرده عدد حاصل را با تقريب ۵ گرم يادداشت كنيد. جرم سنگدانه‌هاي هر بطري را محاسبه كنيد.

۹-۱-۳ به هر بطري، مقداري آب مقطر معادل جرم آزمونه اضافه كنيد. درب بطري را محكم ببنديد و به مدت حداقل ۲۴ ساعت محتويات بطري را هر چند وقت يك بار با تكان دادن، مخلوط كنيد.

یادآوري ۱: *از همزن مکانیکي پیوسته[1] یا دستگاه چرخاننده[2] که قابلیت استخراج با راندمان بیشتري دارد، مي‌توان استفاده کرد.*

یادآوري ۲: *براي بعضي از انواع سنگدانه‌ها، مانند سنگدانه‌هاي نواحي بیاباني داغ ممکن است تمام کلرید بعد از ۲۴ ساعت استخراج نشود. در چنین مواردي، روش دیگري براي تعیین مقدار کلرید با استفاده از نیتریك اسید که در پیوست ج آمده است، مورد استفاده قرار مي‌گیرد.*

۹-۱-۴ محلولهاي استخراج شده را با کاغذ صافي خشك از درجة متوسط (۵-۱-۶) در بشرهاي خشك و تمیز صاف کنید تا حداقل ۱۰۰ میلي‌لیتر محلول استخراج شده‌ي شفاف یا شیري کم رنگ، جمع‌آوري شود.

۹-۲ تعیین مقدار کلرید موجود در محلول‌هاي استخراج شده

۹-۲-۱ ۱۰۰ میلي‌لیتر از محلول صاف شده را به وسیله پیپت (طبق بند ۵-۲-۱) بردارید و به یك ارلن مایر (طبق بند ۵-۲-۲) منتقل کنید.

۹-۲-۲ ۵ میلي‌لیتر نیتریك اسید را به محلول (طبق بند ۹-۲-۱) بیافزایید سپس محلول نقره نیترات را، با بورت (طبق بند ۵-۲-۵) تا رسوب کامل کلریدها، اضافه کنید. کمي نقره نیترات بیشتر، بریزید. این مقدار نقره نیترات اضافي، باید با حداقل ۳ میلي‌لیتر محلول تیوسیانات تیتر شود.

یادآوري: *وقتي سنگدانه‌هاي حاوي سولفید (نظیر سرباره‌ي کوره‌ها[3]) آزمایش مي‌شوند، پس از اضافه کردن نیتریك اسید و قبل از اضافه کردن نقره نیترات، محلول را به مدت ۳ تا ۵ دقیقه در محفظه‌ي هود (طبق بند ۵-۴-۶) بجوشانید. بدین ترتیب احتمالاً رسوب سفیدي از گوگرد تشکیل مي‌شود ولي نیازي به صاف کردن این رسوب نمي‌باشد. محلول را سرد کرده به آن محلول نقره نیترات (طبق بند ۶-۲-۱) اضافه کنید.*

۹-۲-۳ حجم کلي محلول نقره نیترات اضافه شده (V_2)را ثبت نمایید.

۹-۲-۴ مقدار ۲ میلي‌لیتر از ۵,۵,۳- تري متیل هگزان۱-اُل (طبق بند ۶-۲-۴) را به ارلن مایر اضافه کرده دهانه ارلن را بسته آن را به شدت تکان دهید تا رسوب تشکیل شود.

۹-۲-۵ در پوش ارلن مایر را با احتیاط باز کنید تا محلول بیرون نریزد سپس آن را با آب مقطر بشویید و آب حاصل را به محلول اضافه کنید.

۱- Cotinuous Mechanical Agitation
۲- Rolling Equipment
۱- Slags

۹-۲-۶ به محلول مرحله‌ي قبل، ۵ ميلي‌ليتر محلول شناساگر آمونيم آهن (III) سولفات اضافه كنيد. سپس آن را با محلول تيوسيانات موجود در بورت، تا مشاهده اولين تغيير رنگ از سفيد شيري به قهوه‌اي كم رنگ تيتر كنيد. شدت رنگ محلول حاصل، مشابه رنگي است كه براي استاندارد كردن محلول تيوسيانات در بخش۷ توضيح داده شد.

۹-۲-۷ حجم محلول تيوسيانات اضافه شده (V_3)را ثبت كنيد.

۹-۲-۸ آزمايش را با محلول استخراج شده از آزمونه‌ي دوم تكرار كنيد.

۱۰ محاسبه و ارائه‌ي نتايج

۱۰-۱ غلظت يونهاي كلريد، C ، موجود در محلول استخراج شده از آزمونه، كه در آن نسبت سنگدانه خشك به آب ۱به۱ مي باشد را بر حسب درصد جرمي سنگدانه‌ي خشك از معادله زير محاسبه كنيد:

$$C=۰/۰۰۳۵۴۶(V_۲ - ۱۰ TV_۳)$$

كه در آن:

$V_۲$: عبارت است از حجم محلول نقره نيترات اضافه شده، بر حسب ميلي‌ليتر.

$V_۳$: عبارت است از حجم محلول استاندارد تيوسيانات اضافه شده، بر حسب ميلي‌ليتر.

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

۱۰-۲ ميانگين دو مقدار اندازه‌گيري شده‌ي يون كلريد را با تقريب ۰/۰۱ درصد گزارش كنيد و براساس درخواست، نتايج آزمايش را با تعداد ارقام معني‌دار بيشتري گزارش نماييد. براي مقادير ميانگين غلظت يون كلريد تا ۰/۱۵ درصد، اگر تفاوت بين نتايج جداگانه بيش از ۰/۱ درصد باشد، آزمايش را با آزمونه‌هاي جديد تكرار كنيد.

براي مقادير متوسط يون كلريد بيش از ۰/۱۵درصد، اگر تفاوت بين نتايج آزمايشها بيش از ۰/۲درصد باشد، آزمايش را تكرار كنيد.

۱۱ دقت

۱۱-۱ آزمايش دقت روي پنج سنگدانه در ۱۰ آزمايشگاه انجام شده است. جزئيات اين آزمايش و داده‌هاي آن در پيوست د آمده است.

۱۱-۲ كاربرد داده‌هاي دقت در بخش پنج از استاندارد بند ۱-۲ توصيف شده است.

۱۲ گزارش آزمون

در ارائه‌ي گزارش آزمون تعيين كلريد محلول در آب، ذكر شماره‌ي استاندارد مورد استفاده و وجود يا عدم وجود تأييديه‌ي معتبر نمونه‌برداري ضروري است. در صورت وجود تأييديه، رونوشت آن به گزارش پيوست شود.

گزارش آزمون بايد شامل اطلاعات زير باشد:الف) كليه مشخصات نمونه (شامل اندازه ذرات، نام و نوع منطقه نمونه‌برداري شده، مقدار.نمونه برداشته شده و نتايج آزمونهاي ميداني مربوط)ب) مقدار يون كلريد محلول در آب بر حسب درصد جرمي سنگدانه‌ي خشك.ج) نام و نام خانوادگي و امضاء آزمايش كننده.

پيوست‌ها

پيوست الف
آزمون كيفي براي تشخيص وجود يونهاي كلريد

(اطلاعاتي)

الف-۱ وسايل و معرفها

الف-۱-۱ ظرف پلاستيكي، ۱۰ ليتري.

الف-۱-۲ بشر پلاستيكي.

الف-۱-۳ محلول نقره نيترات، (۰/۱ مولار)، همانطور كه در بند ۶-۲-۱ توصيف شد.

الف-۱-۴ نيتريك اسيد، (تقريباً ۶ مولار)، همانطور كه در بند ۶-۲-۳ توصيف شد.

الف-۱-۵ كاغذ صافي از درجه متوسط (مانند واتمن شماره ۴۰).

الف –۲ روش آزمون

الف-۲-۱ تقريباً ۵ كيلوگرم سنگدانه‌ي درشت، يا ۱ كيلوگرم سنگدانه‌ي ريز را در ظرف پلاستيكي (طبق بند الف-۱-۱) قرار دهيد و معادل آن آب مقطر يا آب بدون يون اضافه كنيد. محتويات ظرف را به مدت ۴ ساعت به طور متناوب تكان دهيد. اجازه دهيد محلول بي‌حركت شود. سپس مقداري از محلول شناور را به بشر پلاستيكي (طبق بند الف-۱-۲)سرريز كنيد.

الف-۲-۲ در صورت لزوم، محلول را با كاغذ صافي (طبق بند الف-۱-۵) صاف كنيد تا حدود۲۵ ميلي‌ليتر محلول شفاف جمع شود. محلول را با نيتريك اسيد (طبق بند الف-۱-۴) ، اسيدي كنيد و حدود ۵ قطره محلول نقره نيترات (طبق بند الف-۱-۳) به آن اضافه كرده مدت ۱۰ دقيقه صبر كنيد.

يادآوري: *اگر محلول استخراج شده براي اندازه‌گيري مقدار سولفات با روش توضيح داده شده در بخش ۵ از مرجع بند ۲-۳ در دسترس باشد، روش توضيح داده شده در بند الف-۲-۱ را حذف كرده آزمون تشخيص حضور كلريدها (روش الف-۲-۲) را با ۲۵ ميلي‌ليتر از همان محلول انجام دهيد.*

الف-۳ نتايج

اگر بعد از ۱۰ دقيقه محلول كدر نشد، مقدار يون كلريد سنگدانه ناچيز است.

پيوست ب

آزمونهاي ميداني براي تعيين مقدار يون‌هاي كلريد

(اطلاعاتي)

ب-۱ وسايل، دستگاهها و معرفها

ب-۱-۱ ظرف پلاستيكي، ۱۰ ليتري.

ب-۱-۲ آب، (ترجيحاً عاري از يون كلريد)، اگر چنين آبي در دسترس نيست، مي‌بايست ميزان كلريد موجود در آب با روش توصيف شده در بند ۹-۲ تعيين شود.

ب-۱-۳ بشرهاي پلاستيكي، ۱۰۰ تا ۲۵۰ ميلي‌ليتري مناسب است.

ب-۱-۴ كاغذ صافي، از درجه متوسط (مانند واتمن شماره ۴۰).

ب-۱-۵ ترازو، براي اندازه‌گيري وزنهاي تا ۱۰ كيلوگرم با دقت ۵۰ گرم.

ب-۱-۶ كيت يا نوارهاي آزمون كلريد

يادآوري: *دو مادة تجاري مناسب عبارتند از:*

(الف)نوارهاي‌آزمون‌كوانتاب[۱] ،نوع۱۱۷۵.

(ب) آزمايشگر هَچ، كلريد P-۷ [۲]

ب- ۲ روش كار

مقدار ۲ كيلوگرم از سنگدانه‌هاي ريز يا ۴ كيلوگرم از سنگدانه‌هاي درشت (يا مخلوطي از ريز و درشت) را درون يك ظرف تميز با وزن معلوم بريزيد. ۲ كيلوگرم آب[۳] به ظرف اضافه كنيد. محتويات ظرف را براي سنگدانه‌هاي ريز به مدت حداقل ۱۵ دقيقه و براي سنگدانه‌هاي درشت يا مخلوط، حداقل ۱۰ ساعت به طور متناوب تكان دهيد.

يادآوري ۱: *آزمايش استخراج را براي سنگدانه‌هاي درشت يا مخلوط مي‌توان به مدت ۱ ساعت انجام داد.*

به شرط اين كه رابطه‌ي بين مقدار كلريد استخراج شده در ۱ و ۱۰ ساعت مشخص و استفاده از آن مجاز باشد.

۱- Quantab(Miles Laboratories Stoke Poges , Bucks)

۲- Hatch Tester, Chloride ۷-p(Camlab Ltd, Cambridge)

۳_ در اين استاندارد به دليل اينكه محاسبات برحسب وزني مي‌باشد بنابراين مقدار آب نيز برحسب كيلوگرم بيان شده است.

يادآوري۲: *زمان‌هاي كوتاهتر استخراج ممكن است موجب كمتر شدن مقادير كلريد بدست آمده نسبت به آزمايش استاندارد شود*.وقتي آزمون استخراج در مدت زمان لازم انجام شد، اجازه دهيد سنگدانه‌ها بي‌حركت شوند و مقداري از مايع شناور را به يك بشر منتقل كنيد.

ب-۲-۲ اندازه‌گيري كلريد در محلول استخراج شده

ب-۲-۲-۱ استفاده از نوار آزمون كوانتاب

كاغذ صافي (طبق بند ب-۱-۴) را به شكل مخروط تا بزنيد و رأس آن را در مايع مورد آزمون قرار دهيد. يك نوار آزمون را در محلول شفافي كه در ته مخروط صافي جمع مي‌شود، قرار دهيد. همواره دستورالعمل‌هاي سازنده را در نظر داشته باشيد. زمانيكه بالا رفتن محلول در نوار متوقف شد، ارتفاع ستون سفيد را يادداشت كنيد. عدد خوانده شده را با نمودار تنظيم نوار آزمون، مقايسه كنيد، تا از همساني شماره مرجع و شماره بطري نوار آزمون، اطمينان حاصل كنيد. غلظت كلريد را بر حسب ميلي‌گرم در ليتر يادداشت كنيد.

ب-۲-۲-۲ استفاده از آزمايشگر هَچ (روش موهر)[1]

دستورالعملهاي سازنده را در نظر بگيريد. استوانه‌ي مدرج پلاستيكي را با مايع مورد آزمون پر كنيد و محتويات آن را در بطري اختلاط بريزيد، اگر مايع آزمون خيلي كدر باشد، بهتر است قبل از پر كردن استوانه‌ي مدرج، مقداري از مايع را صاف كنيد. محتويات يك معرف «پيلوز[1]» را درون بطري اختلاط بريزيد، وقتي كه رنگ آن زرد شد، مقداري نقره نيترات را قطره قطره به محتويات بطري اضافه كنيد و بعد از افزودن هر قطره، بطري را تكان دهيد. اين كار را تا زماني كه رنگ محتويات بطري به قهوه‌اي متمايل به قرمز تغيير كند، ادامه دهيد. تعداد قطره‌هاي مورد نياز براي اين تغيير رنگ را يادداشت كنيد. با ضرب كردن تعداد قطره‌ها در عدد ۳۰،غلظت كلريد موجود در مايع مورد آزمون را بر حسب ميلي‌گرم در ليتر محاسبه كنيد.

يادآوري: با ضرب كردن تعداد قطره‌ها در عدد ۵۰ ، غلظت بر حسب ميلي‌گرم سديم كلريد در هر ليتر به دست مي‌آيد.

ب-۲-۳ محاسبات

ب-۲-۳-۱ در صورت لزوم، براي تصحيح، غلظت كلريد موجود در آب مصرفي را از مقدار به دست آمده كم كنيد، به اين ترتيب مقدار تصحيح شده‌ي غلظت كلريد بر حسب ميلي‌گرم در ليتر، در محلول استخراج شده به دست مي‌آيد.

ب-۲-۳-۲ سنگدانه‌هاي درشت يا مخلوطي از ريز و درشت (۴ كيلوگرم نمونه)

$$\text{درصد يون كلريد} = \frac{\text{ميلي‌گرم يون كلريد در هر ليتر محلول استخراج شده}}{20000}$$

ب-۲-۳-۳ سنگدانه‌هاي ريز (۲ كيلوگرم نمونه)

$$\text{درصد يون كلريد} = \frac{\text{ميلي‌گرم يون كلريد در هر ليترمحلول استخراج شده}}{10000}$$

۱- Mohr Method

اگر مقدار رطوبت موجود در سنگدانه معلوم باشد، با اين فرض كه اين رطوبت، محلول استخراج شده را رقيق مي‌كند مي‌توان نتايج را بر اساس جرم خشك با ضرب كردن يك ضريب، اصلاح كرد.

اگر رطوبت (M) به صورت درصدي از جرم سنگدانه باشد، ضرايب تصحيح عبارتند از:

الف- براي سنگدانه‌هاي درشت $\frac{100-2M}{100-M}$

ب- براي سنگدانه‌هاي ريز $\frac{100-M}{100-M}$

۱- Pillows Reagent*

* جهت دست‌يابي به اطلاعات بيشتر درباره اين معرف به اين سايت مراجعه شود:
http://www.hach.com/reagents.htm

پيوست ج

روش آزمون تعيين كلريد موجود در سنگدانه‌ها ـ استخراج با نيتريك اسيد

(كلريد اين سنگدانه‌ها با آب قابل استخراج نيست.)

(اطلاعاتي)

ج-۱ مقدمه

آزمون تعيين مقدار كلريد محلول در آب، توصيف شده در اين استاندارد، براي سنگدانه‌هايي مناسب است كه كلريد موجود در آنها از تماس مستقيم يا غوطه‌وري در شورابه (مانند سنگدانه‌هاي كف دريا) ناشي مي‌شود.

استفاده از نيتريك اسيد در تعيين مقدار كلريد موجود در سنگدانه‌هاي ريز مناطق بياباني، ممكن است به نتايج بهتري در مقايسه با روش استخراج با آب، منجر شود.اين موضوع سبب مي‌شود هنگام انطباق نتايج حاصل از سنگدانه‌هاي مورد آزمون با نتايج بدست آمده از آزمون بتن حاوي همان سنگدانه براساس بند ۵-۲ ، مشكلاتي به وجود آيد. در چنين مواردي، براي تعيين مقدار كلريد، استفاده از روش زير كه در آن نيتريك اسيد مورد استفاده قرار مي‌گيرد، توصيه مي‌شود.

ج-۲ دستگاهها و محلولهاي شيميائي

ج-۲-۱ الك، ۲۰ ،۵، ۱ ميلي‌متري و ۱۵۰ ميكرومتري، بر اساس بند ۵-۲ .

ج-۲-۲ ترازو، براي توزين تا ۱۰۰ گرم با دقت ۰/۰۰۱ گرم، كه بايد به طور منظم بر اساس بند ۵-۲ تنظيم شود.

ج-۲-۳ بشر، ۵۰۰ ميلي‌ليتري.

ج-۲-۴ قيف، با قطر تقريباً ۱۰۰ ميلي‌متر به همراه كاغذ صافي باند درشت متناسب با اندازه‌ي قيف.(مانند واتمن شماره ۵۴۱).

ج-۲-۵ ارلن دردار، ۲۵۰ ميلي‌ليتري.

ج-۲-۶ بورت، ۵۰ ميلي‌ليتري، بر اساس بند ۴-۲ .

ج-۲-۷ محلولهاي شيميايي، همانطور كه در قسمت ۶ توصيف شد.

ج-۳ روش كار

نمونه‌ي سنگدانه را با استفاده از روش ۶-۳ بند ۳-۲ به اندازه‌اي خرد كنيد كه از الك۱۵۰ ميكرومتر عبور كند.

مقدار ۰/۰۰۵ ± ۵ گرم از اين نمونه‌ي آزمايشي را در بشر ۵۰۰ ميلي‌ليتري بريزيد، با ۵۰ ميلي‌ليتر آب مقطر مخلوط كرده سپس ۱۵ ميلي‌ليتر نيتريك اسيد به آن بيافزائيد. تا نزديكي جوشيدن گرم كرده به مدت ۱۰ تا ۱۵ دقيقه آن را گرم نگه داريد. محلول را با استفاده از يك كاغذ صافي زبر درون ارلن صاف كنيد، نمونه را چند بار با آب داغ بشوئيد. محلول زير صافي را سرد كرده با استفاده از يك بورت، به اندازه‌اي محلول نقره نيترات اضافه كنيد تا تمامي كلريد رسوب كند، سپس كمي نقره نيترات بيافزائيد (طبق بند ۹-۲-۲ را ببينيد). كار را بر اساس روش‌هاي توصيف شده در بند ۹-۲-۳ تا بند ۹-۲-۷ را ادامه دهيد.

ج-۴ محاسبه و ارائه‌ي نتايج

ج-۴-۱ مقدار كلريد موجود در سنگدانه (C)، بر حسب درصدي از جرم سنگدانه خشك، از رابطه‌ي زير محاسبه مي‌شود:

$$C=۰/۰۷۰۹۲(V_۲-۱۰TV_۳)$$

كه در آن:

$V_۲$: حجم محلول نقره نيترات اضافه شده، بر حسب ميلي‌ليتر.

$V_۳$: حجم محلول استاندارد تيوسيانات اضافه شده، برحسب ميلي‌ليتر.

T: غلظت محلول استاندارد تيوسيانات، بر حسب مولار. **ج-۴-۲** نتايج را همانند بند ۱۰-۲ بيان كنيد.

پيوست د

شرح آزمون تعيين دقت روش اندازه‌گيري مقدار كلريد سنگدانه‌ها

(محلول در آب)

(اطلاعاتي)

د-۱ داده‌هاي دقيق درج شده در جدول (۲) نتايج تعدادي آزمايش هستند كه در سالهاي ۱۹۸۵-۱۹۸۴ ميلادي توسط ۱۰ آزمايشگاه انجام شده است. روش آزمايش مشخص گرديد و داده‌ها با اصول ذكر شده در بند ۶-۲ تحليل شد.

د-۲ نمونه‌هاي رسيده بسته‌هاي[۱] تقريباً ۲۰۰ كيلوگرمي بودند. از هر نمونه اوليه، ۲۰ نمونه آزمايشي با جرم ۵ تا ۱۰ كيلوگرم آماده گرديد و به هر آزمايشگاه دو نمونه فرستاده شد. اين آزمايشگاه‌ها، هر نمونه را به چهار قسمت تقسيم كردند. يك قسمت براي تعيين يون كلريد، يك قسمت براي تعيين سولفات محلول در آب و دو قسمت براي تعيين كل سولفات براساس روش بند ۳-۲ به كار رفت.

جدول ۲- داده‌هاي دقيق، تعيين كلريد محلول در آب

سنگدانه	n	$\bar{X}$	r_1	R_1	R2	$\sqrt{V_r}$	$\sqrt{V_L}$	$\sqrt{V_s}$
سنگ‌آهك خاكستري كم رنگ ۱۴ ميلي‌متر (D)	۸	۰/۰۰۰۵	۰/۰۰۰۵	۰/۰۰۱۳	۰/۰۰۱۵	۰/۰۰۰۱۸	۰/۰۰۰۴۳	۰/۰۰۰۲۵
شيل زغال سنگ[۱] ۲۸ ميلي‌متر(C)	۸	۰/۰۰۲۵	۰/۰۰۰۹	۰/۰۰۱۳	۰/۰۰۱۶	۰/۰۰۰۳۱	۰/۰۰۰۳۴	۰/۰۰۰۳۵
شن و ماسه كف دريا ۱۴ ميلي‌متر (B)	۱۰	۰/۰۳۳	۰/۰۰۳	۰/۰۰۷	۰/۰۰۹	۰/۰۰۱۲	۰/۰۰۲۳	۰/۰۰۱۹
مخلوط سنگ‌آهك خاكستري شكسته همراه با شن و صدف خرد شده ۵ ميلي‌متر (E)	۱۰	۰/۰۴۶	۰/۰۰۳	۰/۰۱۰	۰/۰۱۱	۰/۰۰۱۱	۰/۰۰۳۴	۰/۰۰۲۰
سربارة كوره ۱۴ ميلي‌متر (A)	۷	۰/۰۵۸	۰/۰۰۲	۰/۰۸۴	۰/۰۸۶	۰/۰۰۰۶	۰/۰۳۰	۰/۰۰۶

۱- Lots

۱- Colliery Shale

n :تعداد آزمايشگاه‌هايي است كه نتايج آنها در محاسبة داده‌هاي دقيق آمده است.

$\bar{x}$ **:** ميانگين همه‌ي داده‌ها.

r_1: تكرارپذيري[۲]، معياري از تفاوتهاي اندازه‌گيري داخل آزمايشگاهي.

R_1، R_2 :تجديدپذيري[۳]، معياري از تفاوتهاي اندازه‌گيري بين آزمايشگاهي.

$V_{r۱}$: انحراف‌هاي تكرارپذيري داخل آزمايشگاهي.

V_L: انحراف ناشي از تفاوتهاي بين آزمايشگاهي.

V_S : انحراف ناشي از خطاهاي نمونه‌برداري.

د-۳ روشهاي تعيين داده‌هاي خارج از دامنه كه در بند ۶-۲ آمده است، براي اين داده‌ها مورد استفاده قرار گرفت. خلاصه‌اي از اين نتايج در جدول (۳) ارائه شده است.

جدول ۳- نتايج كنار گذاشته شده از محاسبات داده‌هاي دقت جدول(۲)

آزمايشگاه	سنگدانه	ميانگين آزمايشگاهي	دامنه بين نمونه‌اي[۵]	دامنه بين آزمونه‌اي[۴]	
				نمونه‌آزمايشگاهي ۱	نمونة‌آزمايشگاهي ۲
L۱	C	خارج‌از دامنه[3]			
L۱	D	خارج‌از دامنه			
L۳	C			خارج‌از دامنه	
L۳	D			خارج‌از دامنه	
L۷	A			خارج‌از دامنه	خارج‌از دامنه
L۹	A		كنار گذاشته شده (نمونه از دست رفته)		
L۱۰	A			خارج‌از دامنه	
L۱۰	B				خارج‌از دامنه

د-۴ از آنجائي‌كه مقادير كمي از سنگدانه‌ها در اين آزمون استفاده شده‌اند، تخمين V_S فقط تغييراتي را نشان مي‌دهد كه ناشي از تقسيم نمونه‌هاي ۱۰۰ تا ۲۰۰ كيلوگرمي به نمونه‌هاي

۲- Repeatability
۳- Reproducibility
۱- Between- Test- Portion Range
۲- Between-Sample Range
۳- Quitlier

آزمايشگاهي ۵ تا ۱۰ كيلوگرمي است. همچنين سهم تغييرات كاهش نمونه بر تخمين V_{r_1} ، تنها مربوط به تغييرات ناشي از تقسيم نمونه‌هاي آزمايشگاهي ۵ تا ۱۰ كيلوگرمي به دو آزمونه مي‌باشد. در عمل، ممكن است مقادير بزرگتري از V_s (و شايد V_{r_1}) را كه در اين آزمون به دست مي‌آيد، انتظار داشته باشيد.

د-۵ مواد رسيده همان موادي است كه در آزمون دقت بند ۳-۲ (آزمون سولفات) بكار رفته است، اما گستره‌ي مقدار كلريد بدست آمده با اين مواد با نتايج عملي يكسان نبود.

براي دست‌يابي به دقت، كار بيشتري نياز است.

د-۶ داده‌هاي دقيق از جدول (۲) براي چهار ماده (سنگ آهك، شيل، ماسه و شن) در رابطه‌هاي زير صدق مي‌كند:

$$r_۱=۰/۰۰۰۷+۰/۰۶۰\bar{X}$$

$$R_۱=۰/۰۰۱۰+۰/۱۹۱\bar{X}$$

$$R_۲=۰/۰۰۱۳+۰/۲۲۴\bar{X}$$

از اين روابط مي‌توان براي درون يابي مقادير $r_۱$ ، $R_۱$ و $R_۲$ براي سطوحي از يون كلريد (درصد $\bar{X}$) بين نتايجي كه در جدول (۲) آمده، استفاده كرد. مقادير $R_۱$ و $R_۲$ براي سرباره‌ي كوره نسبت به مقاديري كه از روابط بدست مي‌آيند، بيشتر است. اين مسئله به خاطر وجود سولفيدها است.اين مشكل با روش توضيح داده شده در بند ۹-۲-۲ بر طرف مي‌شود.