



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

1693-2



سیمانهای هیدرولیکی - روشهای آزمون شیمیایی
قسمت دوم - اندازه گیری کلسیم اکسید آزاد

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، صاحبان مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت

مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد - «سیمانهایی هیدرولیکی - روشهای آزمون شیمیایی - قسمت دوم - تعیین مقدار گلسیم اکسید آزاد»

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
ترک فشقای 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
چشیده، قاسم (لیسانس شیمی کاربردی)	کارخانه سیمان سفید نی ریز
حبیبی خامنه، عزیز (لیسانس شیمی)	کارخانه سیمان تهران - واحد هفتم
دی البرزی، الهام (لیسانس شیمی)	کارخانه سیمان تهران - واحد هفتم
سازور، رسول (لیسانس شیمی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
سبزی آذران، محمد حسن (لیسانس شیمی)	کارخانه سیمان صوفیان
شریفیان، جواد (لیسانس شیمی)	کارخانه های سیمان تهران
غلامحسینیان، قاسم (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 خوزستان
میرمحمد خانی، 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

پیشگفتار.....ب

- ۱ هدف و دامنه کاربرد.....۱
- ۲ مراجع الزامی.....۱
- ۳ تعداد آزمونها و محدوده تغییرات مجاز ۲
- ۴ کلسیم اکسید آزاد (روشهای آزمون اختیاری)..... ۳
- ۴-۱ اساس روش.....۳
- ۴-۲ روش اصلاح شدة فرانک (روش اختیاری الف)..... ۴
- ۴-۳ روش سریع استرانسیم نیترات (روش انتخابی ب)..... ۴
- ۷.....

پیشگفتار

استاندارد «سیمانهای هیدرولیکی - روشهای آزمون شیمیایی - قسمت دوم - تعیین مقدار کلسیم اکسید آزاد» که توسط کمیسیونهای فنی مربوط تهیه و تدوین شده و در هفتادمین جلسه کمیته ملی استاندارد ساختمان و مصالح و فرآورده های ساختمانی مورخ ۱۳۸۱/۳/۲۶ مورد تأیید قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع و علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استاندارد ارائه شود در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوطه مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد. در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای بین المللی و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود. این استاندارد و قسمت اول آن جایگزین استاندارد ملی ایران ۱۶۹۳: سال ۱۳۵۵ تجزیه شیمیایی سیمان - اندازه گیری عناصر فرعی سیمان اعلام می گردد.

منبع و مآخذي كه براي تهيه اين استاندارد به كار رفته به شرح زير است :

ASTM C114- Standard Test Methods for Chemical Analysis of Hydraulic Cement

سیمانه‌های هیدرولیکی - روش‌های آزمون شیمیایی - قسمت دوم - تعیین مقدار کلسیم اکسید آزاد

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش اندازه‌گیری کلسیم اکسید آزاد در کلینکر تازه و سیمان‌های هیدرولیکی است.

۱-۲ این استاندارد متضمن کلیه نکات ایمنی نمی‌باشد. استفاده‌کننده از این استاندارد مسئولیت رعایت نکات ایمنی و تعیین محدودیتهای اجرایی را قبل از استفاده بعهده دارد.

۲ مراجع الزامی

مدارك الزامی زیر حاوی مقرراتی است كه 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 مدارك مورد نظر نیست. معهذاً بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای مدارك الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/ یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و/ یا تجدید نظر آن مدارك الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است.

۱-۲ استاندارد ملی ایران ۲۹۳۱ : سال ۱۳۶۸ ویژگیها و روشهای آزمون سیمان پرتلند سفید

۲-۲ استاندارد ملی ایران ۳۵۱۷ : سال ۱۳۷۳ استاندارد ویژگیهای سیمانهای سرباره‌ای

۳-۲ استاندارد ملی ایران ۳۸۹ : سال ۱۳۷۸ ویژگیهای سیمان پرتلند

۴-۲ استاندارد ملی ایران ۳۴۳۲ : سال ۱۳۸۰ سیمان پرتلند پوزولانی - ویژگیها

۵-۲ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگیها و روشهای آزمون

۶-۲ استاندارد ملی ایران ۱۶۹۲ : سال ۱۳۸۲ سیمانهای هیدرولیکی - روشهای آزمون شیمیایی - اندازه گیری عناصر اصلی

۷-۲ استاندارد ملی ایران ۱۷۴۲ : سال ویژگیهای کاغذ صافی جهت مصارف شیمیایی

۳ تعداد آزمونها و محدوده تغییرات مجاز

نتایج آزمونهای دوتایی در روزهای مختلف باید با محدوده تغییرات مجاز داده شده در جدول ۱ مطابقت داشته باشد. در غیر این صورت آزمون باید تا زمانی که دو یا سه نتیجه با محدوده تغییرات مجاز داده شده در جدول ۱ 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، انجام می شود. میانگین نتایج بدست آمده برای هر ترکیب باید مطابق ستون سوم از جدول ۱ 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
ترکیب	بیشینه تفاوت بین نتایج دوتایی	بیشینه تفاوت میانگین نتایج دوتایی از مقادیر استاندارد مرجع تأیید شده
کلسیم اکسید آزاد (Cx)	۲۰	— ^۲
<p>۱- در مواردی نظیر شرح روشهای آزمون سریع که به هفت نمونه سیمان استاندارد مرجع نیاز است، حداقل 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 می شود. حداقل 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 محدوده های ذکر شده قرار گیرند.</p> <p>۲- عبارت غیر قابل کاربرد، مقدار تأیید شده ای گزارش نشده است.</p>		

۴ کلسیم اکسید آزاد (روشهای آزمون اختیاری) ۱-۴ اساس روش

روشهای بیان شده در این استاندارد روشهای سریع برای تعیین کلسیم اکسید آزاد در کلینکر تازه سیمان است. زمانی که این روشها برای سیمان یا کلینکر کهنه آن استفاده میشود، باید امکان حضور کلسیم هیدروکسید $[Ca(OH)_2]$ در نظر گرفته شود. بنابراین با روشهای مذکور نمی توان کلسیم اکسید آزاد و کلسیم هیدروکسید آزاد را از قبل تشخیص داد. دو روش اختیاری برای این آزمون در نظر گرفته شده است.

الف - روش اصلاح شده فرانک که در آن آهک ترکیب نشده بعد از انحلال در اتیل استوآستات - ایزوبوتیل الکل با پر کلریک اسید رقیق سنجیده میشود.

ب - در روش دیگر محلول الکل - گلسیرین آهک ترکیب نشده در حضور استرانسیم نیترات^۱ (به عنوان تسریع کننده) با آمونیم استات سنجیده میشود.

۲-۴ روش اصلاح شده فرانک (روش اختیاری الف) ۱-۲-۴ محلولهای لازم

۱-۱-۲-۴ حلال اتیل استوآستات - ایزوبوتیل الکل
سه حجم اتیل استوآستات و ۲۰ حجم ایزوبوتیل الکل را با هم مخلوط کنید.

۲-۱-۲-۴ شناساگر تیمول آبی^۲
۰/۱ گرم پودر شناساگر تیمول آبی را در ۱۰۰ میلیلیتر ایزوبوتیل الکل حل کنید.

۳-۱-۲-۴ محلول استاندارد ۰/۲ نرمال پرکلریک اسید
۲۲ میلیلیتر پرکلریک اسید ۷۰ تا ۷۲ درصد را تا یک لیتر با ایزوبوتیل الکل رقیق کنید. این محلول را مطابق روش زیر استاندارد کنید:

۰/۱۰۰۰ گرم استاندارد اولیه کلسیم کربنات را در یک بوتله پلاتینی در ۹۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سلسیوس حرارت دهید. بوتله و محتویاتش را تا رسیدن به وزن ثابت در دسیکاتور خنک، و با تقریب ۰/۰۰۰۱ گرم وزن کنید. توزینها را به سرعت انجام دهید تا از جذب آب و کربن دی اکسید محیط جلوگیری شود. فوراً کلسیم اکسید را بدون آسیاب کردن به یک ارلن مایر خشک و تمیز منتقل کنید. مجدداً بوتله خالی را تا تعیین وزن کلسیم اکسید اضافه شده با تقریب ۰/۰۰۰۱ گرم وزن کنید. سپس روش را مطابق بند ۱-۳-۲-۴ از جایی که با افزودن ۷۰ میلیلیتر اتیل استوآستات - ایزو بوتیل الکل شروع میشود،

1 - $Sr(NO_3)_2$

2-Thymol Blue Indicator

ادامه دهید. کلسیم اکسید معادل محلول استاندارد پرکلریک اسید را بر حسب گرم بر میلی‌لیتر با تقسیم وزن کلسیم اکسید مصرف شده به حجم پرکلریک اسید لازم برای سنجش حساب کنید.

۴-۲-۲ وسایل لازم ۴-۲-۲-۱ مجموعه رفلاکس

این مجموعه شامل یک ارلن مایر ۲۵۰ میلی‌لیتری ته صاف گردن کوتاه است. طول مبرد رفلاکس حداقل باید ۳۰۰ میلی‌متر باشد. بالون و مبرد رفلاکس باید با اتصالات شیشه‌ای سنباده‌ای استاندارد به هم وصل شوند. مبرد رفلاکس باید به یک لوله جاذب حاوی یک ماده جاذب الرطوبه مانند سیلیکاژل و یک ماده جاذب کربن دی اکسید مانند اسکاریت وصل شود. لوله جاذب باید از طریق یک چوب پنبه لاستیکی در قسمت بالایی ستون رفلاکس قرار گیرد.

۴-۲-۲-۲ بورت

بورت ۱۰ یا ۱۵ میلی‌لیتری با درجه بندی ۰/۰۵ یا کمتر
۴-۲-۲-۳ مجموعه صاف کردن تحت خلاء

شامل بوته کوچ نمرة ۳ با ظرفیت ۲۵ میلی‌لیتر (که در آن کاغذ صافی مناسب ۲۱ میلی‌متری قرار می‌گیرد)، گیره بوته، بالون ۵۰۰ میلی‌لیتری و منبع خلاء می باشد. نیمی از بوته با کاغذ صافی فشرده پر شده است.

۴-۲-۲-۴ گلوله های شیشه‌ای (سنگ جوش) ۴-۲-۳ روش اجرای آزمون

۴-۲-۳-۱ یک گرم نمونه آسیاب شده (رجوع شود به یادآوری) را با دقت ۰/۱ میلی‌گرم توزین و به یک ارلن مایر ۲۵۰ میلی‌لیتری خشک و تمیز منتقل کنید. چهارتا پنج گلوله شیشه‌ای در ارلن بیاندازید. ۷۰ میلی‌لیتر حلال تهیه شده اتیل استواتات - ایزوبوتیل الکل اضافه کنید. ارلن را هم بزنید تا نمونه پخش شود.

یادآوری- برای اینکه ذرات آهک آزاد که اغلب در بلورهای تری کلسیم سیلیکات سیمان محصور شده‌اند به طور مناسب در معرض واکنش قرار بگیرند، نمونه باید کاملاً آسیاب شود. با وجود این مدت زمان مجاورت نمونه با هوا باید در حداقل زمان ممکن باشد تا از کربناته شدن آهک آزاد جلوگیری شود. به ویژه از دمیدن مستقیم به داخل نمونه باید خودداری شود. نمونه باید به اندازه کافی نرم باشد تا به آسانی از الک نمرة ۲۰۰ (۷۵ میکرومتر) عبور کند (اما الک کردن سفارش نمی‌شود). در صورتی که نمونه فوراً آزمون نشود باید برای اجتناب از مجاورت با هوا، در ظرف کاملاً بسته نگهداری شود.

۴-۲-۳-۲ ارلن را به مبرد رفلکس وصل کرده و آنرا بجوشانید. مدت ۱۵ دقیقه رفلکس کنید.

۴-۲-۳-۳ ارلن را از مبرد و چوب پنبه جدا کنید و به سرعت تا دمایی محیط خنک کنید.

۴-۲-۳-۴ نمونه و محتویات ارلن را با استفاده از خلاء صاف کنید. ارلن و باقی مانده را با مقادیر کم (۱۰ تا ۱۵ میلیلیتر) ایزوبوتیل الکل شستشو دهید تا اینکه کل حجم مصرفی برای شستشو ۵۰ میلیلیتر شود.

۴-۲-۳-۵ قطره شناساگر تیمول آبی به محلول زیر صافی اضافه کنید و فوراً با پرکلریک اسید ۰/۲ نرمال تا اولین تغییر رنگ مشخص، سنجش کنید.

۴-۲-۴ محاسبه

درصد کلسیم اکسید آزاد را تا تقریب ۰/۱ درصد مطابق زیر محاسبه کنید:

$$\text{درصد کلسیم اکسید آزاد} = \frac{EV \times 100}{W}$$

که در آن :

E = کلسیم اکسید معادل پرکلریک اسید بر حسب گرم بر میلیلیتر
V = حجم محلول پرکلریک اسید لازم برای نمونه بر حسب میلیلیتر

W = وزن نمونه بر حسب گرم

۴-۳ روش سریع استرانسیم نیترات (روش انتخابی ب)

۴-۳-۱ مواد لازم

۴-۳-۱-۱ محلول استاندارد آمونیم استات (یک میلیلیتر معادل ۰/۰۰۵ گرم کلسیم اکسید است)

محلول استاندارد از آمونیم استات ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$) را با حل ۱۶ گرم آمونیم استات خشک در یک لیتر اتانول در یک بطری تمیز، خشک و دربسته، تهیه کنید. محلول را به روش بیان شده در بند ۴-۳-۲-۱ استاندارد کنید. بجز اینکه بجای نمونه، از کلسیم کربنات به شرح زیر استفاده کنید. حدود ۰/۱ گرم کلسیم کربنات را در بوتۀ پلاتینی تا رسیدن به وزن ثابت در دمای ۹۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سلسیوس حرارت دهید آنرا در دسیکاتور خنک، و با تقریب ۰/۰۰۰۱ گرم وزن کنید. برای جلوگیری از جذب آب و کربن دی اکسید توزینها را سریع انجام دهید. بلافاصله کلسیم اکسید را بدون آسیاب کردن به بالون تقطیر ۲۵۰ میلیلیتری حاوی حلال گلیسرین - اتانول و استرانسیم نیترات منتقل کنید. بوتۀ را برای تعیین وزن کلسیم اکسید با تقریب ۰/۰۰۰۱ گرم وزن کنید. آنگاه طبق بند ۴-۳-۲-۳-۲ ادامه دهید. مقدار کلسیم اکسید معادل

آمونیم استات را بر حسب گرم بر میلی‌لیتر با تقسیم وزن کلسیم اکسید مصرفی به حجم محلول لازم محاسبه کنید.
۴-۳-۲-۱ شناساگر فنل فتالئین - ۱/۰ گرم فنل فتالئین را در ۱۰۰ میلی‌لیتر اتانول (با فرمول ۲B) حل کنید (رجوع شود به یادآوری)

یادآوری- اتانول تقلیبی طبق فرمول ۲B (۹۹/۵ درصد اتانول و ۰/۵ درصد بنزول) ترجیح داده می‌شود اما ممکن است به وسیله ایزوپروپیل الکل^۱ جایگزین شود.

۴-۳-۱-۳ حلال گلیسرین - اتانول (۱+۲) - یک حجم گلیسرین را با دو حجم اتانول (با فرمول ۲B)، مخلوط کنید. به هر لیتر از این محلول، دو میلی‌لیتر محلول شناساگر فنل فتالئین اضافه کنید.

۴-۳-۱-۴ استرانسیوم نیترات با درجه خلوص تجزیه ای ۲-۳-۴ روش اجرای آزمون

۴-۳-۱-۲-۶۰ میلی‌لیتر حلال گلیسرین - اتانول را به یک بالون تقطیر ته صاف شیردار ۲۵۰ میلی‌لیتری، خشک و تمیز منتقل کنید. دوگرم استرانسیوم نیترات بی‌آب اضافه کنید. حلال را اندکی با افزودن قطراتی از محلول رقیق تازه تهیه شده سدیم هیدروکسید در اتانول، قلیایی کنید تا اینکه رنگ صورتی کم رنگ ظاهر شود. یک گرم نمونه آسیاب شده (نرم با اندازه ذرات کمتر از ۷۵ میکرومتر) را با دقت ۰/۱ میلی‌گرم (رجوع شود به یادآوری بند ۴-۳-۱-۲) وزن کنید و در بالون بریزید. به آن یک همزن پوشش‌دار (مگنت) اضافه کنید و فوراً به مبرد آب سرد وصل کنید. محلول موجود در بالون را روی صفحه گرم همزن مغناطیسی^۱ بطوری که به آرامی همزده شود به مدت ۲۰ دقیقه بجوشانید.

۴-۳-۲-۲ مبرد را جدا کنید و محتویات بالون را روی یک قیف بوختر پلی پروپیلنی کوچک تحت خلاء با استفاده از ارلن با لوله جانبی صاف کنید. محلول زیر صافی را به جوش آورید و فوراً با محلول آمونیم استات استاندارد تا نقطه پایانی بی‌رنگ سنجش کنید.

۴-۳-۳ محاسبه

درصد کلسیم اکسید آزاد را با تقریب ۰/۱ درصد مطابق رابطه زیر محاسبه کنید:

$$EV \times 100 = \text{درصد کلسیم اکسید آزاد}$$

که در آن :

1- analytical reagent
1-magnetic stirrer hot plate

E = کلسیم اکسید معادل محلول آمونیم استات بر حسب گرم در
میلیلیتر
V = حجم محلول آمونیم استات لازم برای نمونه بر حسب
میلیلیتر



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER



_ Hydraulic Cement -Test Methods for

Chemical Analysis - part 2

Determination of Free Calcium Oxide

1st. Revision