



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۴۵۹۵

چاپ اول

INSO

14595

1st. Edition

زئولیت ۴A مورد مصرف در صنایع شوینده
- ویژگی ها و روش های آزمون

**Zeolite4A Detergent Grade -
Specifications and test methods**

ICS:71.060.50;71.100.40

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود 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، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای 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 استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهی نامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
	آشنایی با مؤسسه استاندارد
ب	
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	مراجع الزامی
۲	ویژگیها
۳	نمونه برداری
۵	روش های آزمون
۱۲	بسته بندی
۱۳	نشانه گذاری
۱۵	پیوست الف (الزامی) پیک زئولیت مرجع

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

"زئولیت 4A مورد مصرف در صنایع شوینده - ویژگی ها و روش های آزمون"

رئیس:

عراقی، عذرا
(دکترای داروسازی)

سمت و / یا نمایندگی

کارشناس استاندارد

دبیر:

رایگان ، زهرا
(لیسانس شیمی)

کارشناس استاندارد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

توحید آملی ، اسماعیل
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت مهدتاژ

خضری ، سیدهادی
(دکترای شیمی)

شرکت نوکان

خالق پرست ، شهره
(لیسانس شیمی)

شرکت پاکشو

عابدینی ، محمد فاضل
(فوق لیسانس شیمی)

شرکت پاکنام

عمادالدین ، فاطمه
(لیسانس شیمی)

شرکت پاکسان

عبدالهی ، مراد
(فوق لیسانس شیمی)

شرکت مهد تاژ

فراهانی ، معصومه
(لیسانس شیمی)

شرکت پاکسان

کمپانی سعید، عارفه
(دکترای شیمی)

شرکت پاکسان

کارشناس استاندارد	محمودی امین، زهرا (لیسانس شیمی)
سازمان ملی استاندارد	منتظری، نزهت (فوق لیسانس محیط زیست)
اداره کل استاندارد تهران	مقتدر، مهناز (فوق لیسانس محیط زیست)
شرکت کف	نوید بخش، مهدی (لیسانس شیمی)
شرکت مهدتاژ	یوسفی زا، کیوان (لیسانس شیمی)

پیش گفتار

استاندارد " زئولیت ۴A مورد مصرف در صنایع شوینده -ویژگی ها و روشهای آزمون " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوطه توسط (سازمان ملی استاندارد) تهیه و تدوین شده و در نهمین بیستمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیائی و پلیمر مورخ ۹۱/۰۲/۱۹ مورد تصویب 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 پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

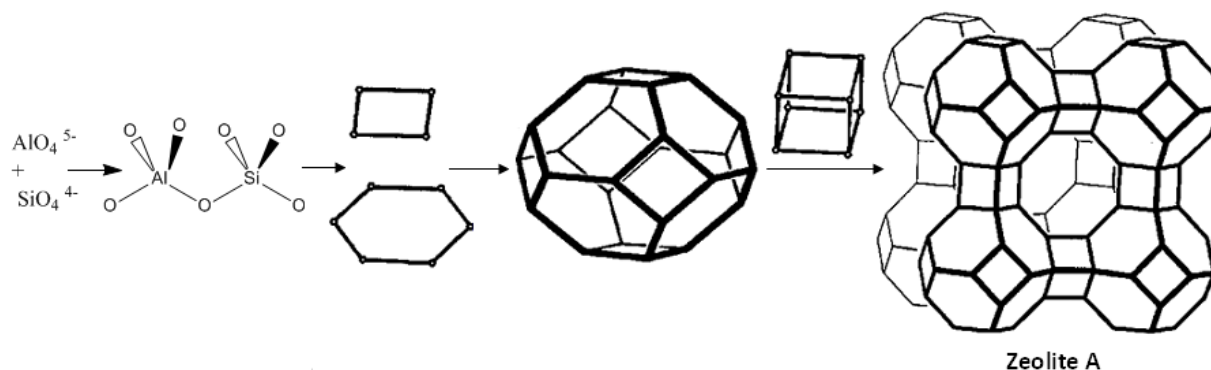
1-BIS 15267:2003, Zeolite Detergent Grade –specification

مقدمه

زئولیت ها آلومینو سیلیکات های آبدار با فرمول عمومی $M_x[(AlO_2)_x(SiO_2)_y].zH_2O$ هستند. معمولاً "M" یکی از فلزات قلیایی همچون Na یا یکی از فلزات قلیایی خاکی همچون Ca می باشد. این پلیمرهای معدنی به دو فرم طبیعی و سنتزی مشاهده می شوند و در صنایع مختلفی همچون کاغذ سازی، رنگ، پلیمر، تصفیه آب، کشاورزی، دامپروری، نفت و گاز و ... به کار می روند.

زئولیت یکی از سازنده های اصلی مورد مصرف در پاک کننده ها می باشد که توانایی حمل سورفکتانت های مایع و ترکیبات آلی، زدایش یون های سخت از محیط شستشو، تخریب ساختار چرک از طریق حذف یون های سخت آن، جذب سطحی چربی ها در محیط شستشو و ... را دارد.

زئولیت های مورد مصرف در صنایع شوینده، زئولیت A، P، X و AX می باشند که همگی از نوع سنتزی می باشند و تفاوت هایی در ساختار و اجزاء سازنده آنها وجود دارد. متداول ترین زئولیت مورد مصرف در فرمولاسیون پودر های شوینده، زئولیت 4A یا NaA با فرمول $Na_{12}(AlO_2)_4(SiO_2)_{12}.27H_2O$ بوده و ساختار آن مطابق شکل زیر می باشد. زئولیت 4A فقط به صورت سنتزی مشاهده می شود و برای تولید آن سدیم سیلیکات و سدیم آلومینات در محیط قلیایی وارد واکنش می شوند تا سدیم آلومینو سیلیکات آمورف تولید شود. فاز آمورف حاصل در دمای بالا در شرایط کریستالیزاسیون قرار می گیرد تا به زئولیت 4A تبدیل شود. زئولیت تولید شده از طریق فیلتراسیون از محلول قلیایی جدا شده و در دستگاه خشک کن رطوبت آن گرفته می شود تا به پودر زئولیت تبدیل شود.



زئولیت 4A مورد مصرف در صنایع شوینده – ویژگی ها و روش های آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین ویژگی ها ، روش های آزمون ، نمونه برداری ، بسته بندی و نشانه گذاری زئولیت 4A مورد مصرف در صنایع شوینده می باشد .

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظرها و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ سال ۱۳۸۰ ، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه و ویژگی

ها و روش های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۰۵ : سال ۱۳۶۴ ، نمونه گیری تصادفی و چگونگی استفاده از

جداول اعداد تصادفی

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۸۱ : سال ۱۳۸۱ ، دی کلسیم فسفات مورد مصرف در خمیردندان

– ویژگی ها و روش های آزمون

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۰۶ : سال ۱۳۸۲ زئولیت (۴A) – روش آزمون تعیین درصد

تبلورنسبی بوسیله دستگاه پراش اشعه ایکس –(XRD) روش آزمون

۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۰۶ : سال ۱۳۸۲ زئولیت (۴A) – روش اندازه گیری ظرفیت تبادل

یونی – روش آزمون

2-6 ISO 13320 : 1999, Particle Size Analysis Lazer Diffraction Metod

۳ ویژگی ها

۳-۱ ویژگی عمومی

۳-۱-۱ توصیف : زئولیت 4A ، سدیم آلومینو سیلیکات هیدراته غیر هیدروسکوپی و به صورت پودر نرم سفید رنگ و بی بو است .

۳-۱-۲ شناسایی کیفی : هنگامی که حدود ۵ گرم از نمونه و ۵۰ میلی لیتر آب در یک بشر همراه با هم زدن به حالت سوسپانسیون درآید و به آن ۱۰ میلی لیتر HCl غلیظ (۳۷٪) افزوده شود، محتویات بشر از حالت سوسپانسیون شیری رنگ به محلول شفاف و یکنواخت تبدیل می شود.

۳-۲ ویژگی های شیمیایی و فیزیکی

ویژگی های شیمیایی زئولیت 4A باید مطابق جدول شماره ۱ باشد. روش های آزمون طبق بند همین استاندارد است .

جدول ۱- ویژگی های شیمیائی و فیزیکی زئولیت ۴A

ردیف	ویژگی ها	حدود قابل قبول	روش آزمون بند
۱	میانگین اندازه ذرات برحسب میکرون	حداکثر ۱۰	۲-۵
۲	باقیمانده روی الک (۴۵ میکرون) درصد جرمی	حداکثر ۰/۵	۳-۵
۳	دانسیته توده g/l	حداقل گزارش شود ^a	۴-۵
۴	درجه سفیدی	حداقل ۹۴	۵-۵
۵	pH سوسپانسیون 5 درصد	۱۰/۵-۱۲	۶-۵
۶	کاهش وزن در ۸۰۰ °C (درصد جرمی)	۱۸-۲۲	۷-۵
۷	ظرفیت تبادل کلسیم mgCaO/gZeolite	حداقل 155 ^b	۸-۵
۸	ترکیب شیمیائی		
۱-۸	آلومینیوم (برحسب Al ₂ O ₃) درصد جرمی	۲۶-۲۹	۹-۵
۲-۸	سیلیس (برحسب SiO ₂) درصد جرمی	۳۱-۳۵	۱۰-۵
۳-۸	سدیم (برحسب Na ₂ O) درصد جرمی	۱۷-۱۹	۱۱-۵
۹	قلیائیت غیر ساختاری (بر حسب Na ₂ O) درصد جرمی	حداکثر ۳/۵	۱۲-۵
۱۰	تبلور نسبی ^c	حداقل ۹۵	۱۳-۵
^a براساس توافق خریدار و فروشنده			
^b برحسب کربنات کلسیم ۲۷۷ mg CaCO ₃ /g Zeolite			
^c چنانچه ویژگی های ردیف ۸ در محدوده های تعیین شده نباشد، انجام این آزمون الزامی است.			

۴ نمونه برداری

۴-۱ الزامات عمومی نمونه برداری

۴-۱-۱ در نمونه گیری ، آماده سازی، انبار کردن و جابجایی نمونه ها دستور العمل ها و احتیاط های زیر باید رعایت شود.

۴-۱-۲ نمونه گیری در محیطی انجام شود که محموله در مقابل گردوغبار، رطوبت و سایر عوامل طبیعی نباشد .

۴-۱-۳ وسایل نمونه برداری باید در زمان استفاده تمیز و خشک باشد.

۴-۱-۴ مراقبت های لازم جهت جلوگیری از آلودگی نمونه ، وسایل نمونه برداری و بسته ها مورد استفاده باید انجام شود.

۴-۱-۵ بسته های انتخابی ژئولیت جهت نمونه برداری ابتدا باید با وسایل مناسب بخوبی مخلوط شود .

۴-۱-۶ نمونه های برداشتی باید در بسته ها شیشه ای در بسته تمیز و خشک و یا هر ظرف مناسب دیگر که هیچ واکنش شیمیایی با نمونه نداشته باشد نگهداری شود.

۴-۱-۷ بسته ها نمونه برداری باید پس از پر شدن بخوبی بسته شوند به طوری که غیرقابل نفوذ نسبت به هوا و رطوبت باشد و بر روی هر ظرف مشخصات نمونه (مطابق بند ۴-۲) و تاریخ نمونه برداری بر چسب گذاری شود.

۴-۱-۸ نمونه ها باید در مکان خشک و خنک نگهداری شود.

۲-۴ مقیاس نمونه برداری

۴-۲-۱ بهر : همه بسته ها از یک محموله ژئولیت از یک درجه (طبق بند ۳) که از یک سری ساخت واحد تولیدی است، بهر را تشکیل می دهد. در صورتی که محموله از چند سری ساخت مختلف تشکیل شده باشد هر سری ساخت باید بطور جداگانه برچسب گذاری شود در این صورت مجموعه بسته های هر سری ساخت یک بهر را تشکیل می دهد.

۴-۲-۲ برای تعیین انطباق ماده در یک بهر با ویژگی ها، نمونه های هر بهر باید بطور جداگانه آزمایش شود.

۴-۲-۳ تعداد یا شماره های بسته ها (n) در هر بهر که بطور تصادفی انتخاب می شوند، به اندازه بهر (N) بستگی دارد و باید مطابق جدول شماره ۲ باشد.

۴-۲-۴ بسته ها باید بصورت تصادفی از بهرها انتخاب شوند . جهت اطمینان می توان از جداول اعداد تصادفی استفاده کرد. (به استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۰۵ : سال ۱۳۷۱ مراجعه کنید) . در صورت عدم دسترسی به آن جداول از روش زیر می توان استفاده کرد:

از یک بسته ها بصورت اتفاقی شروع کنید به شمردن، ۳، ۲، ۱ تا جایی که به عدد r برسید که r مساوی عدد صحیح N/n می باشد این عمل را ادامه داده و از تمامی بسته های که عدد r به آن ها تعلق می گیرد نمونه برداری کنید.

جدول ۲ تعداد بسته ها انتخابی برای نمونه برداری

اندازه نمونه	اندازه بهر
n	N
3	تا ۵۰
4	۵۱ تا ۱۰۰
5	۱۰۱ تا ۳۰۰
7	۳۰۱ تا ۵۰۰
10	۵۰۱ به بالا

۳-۴ نمونه های مرکب^۱ و نمونه های مرجع^۲

۴-۳-۱ از هر ظرف انتخاب شده (طبق بند ۴-۲-۴) مقدار مناسبی را (تقریباً سه برابر مقدار مورد نیاز جهت انجام آزمون های بند ۵) با کمک یک وسیله مناسب بردارید. این نمونه، نمونه منفرد است.

۴-۳-۲ از هر نمونه منفرد مقادیر کم و مساوی از ژئولیت برداشته و جهت تهیه نمونه مرکب کاملاً مخلوط کنید.

۴-۳-۳ هر نمونه منفرد و مرکب را باید به شیشه های جداگانه منتقل کرده و با مشخصات کامل برچسب گذاری کنید.

۴-۳-۴ نمونه مرجع

نمونه مرجع را از نمونه مرکب و نمونه های منفرد تهیه کنید سپس آن ها را مهرموم کرده و در محل مورد توافق خریدار و فروشنده نگهداری کنید.

۴-۳-۵ آزمون

از نمونه های تهیه شده طبق بند ۴-۳-۲ که کاملاً مخلوط شده است به اندازه سه برابر مورد نیاز هر آزمون، آزمون را تهیه کنید.

۴-۴ تعداد آزمون ها

۴-۴-۱ آزمون های ترکیب شیمیائی و ظرفیت تبادل کلسیم، باید بر روی همه نمونه های منفرد انجام شود.

۴-۴-۲ بقیه ویژگی ها در جدول شماره ۱ باید روی نمونه مرکب انجام شود.

۴-۵ معیار انطباق

۴-۵-۱ برای نمونه های منفرد

برای آن دسته از ویژگی ها که روی نمونه های منفرد آزمون شده ، میانگین و محدوده نتایج آزمون باید از فرمول زیر محاسبه شود:

$$\bar{x} = \frac{\text{جمع نتایج آزمون}}{\text{تعداد آزمون}} = \text{میانگین} \quad \text{معادله (۱)}$$

محدوده (R) = اختلاف بین حداکثر و حداقل مقادیر نتایج آزمون

۴-۵-۱-۱ برای اظهار انطباق بهر

$\bar{x} + 0.6 R$ باید کمتر یا مساوی حداکثر حدود قابل قبول مشخص شده باشد، و
 $\bar{x} - 0.6 R$ باید بزرگتر یا مساوی حداقل حدود قابل قبول مشخص شده باشد.

۴-۵-۲ برای نمونه مرکب

برای اظهار انطباق بهر با الزامات مشخص شده، نتایج آزمایش روی نمونه مرکب، باید حدود قابل قبول مشخص شده را برآورده کند.

۵ روش های آزمون

۵-۱ تمامی مواد شیمیایی از نوع خالص آزمایشگاهی و همچنین آب مقطر (درجه ۳) طبق استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸ سال ۱۳۸۰ استفاده شود.

۵-۲ اندازه گیری میانگین درشتی ذرات

۵-۲-۱ وسایل

۵-۲-۱-۱ دستگاه اندازه گیری توزیع اندازه ذرات با استفاده از پرتو لیزر^۱ در محدوده ی 0.100μ تا 3000μ

۵-۲-۱-۲ پاک کننده مجهز به حمام اولتراسونیک

یادآوری - تمامی وسایل باید کاملاً تمیز و عاری از گرد و خاک باشد.

۲-۲-۵ روش کار

دستگاه را طبق دستور سازنده کالیبره کرده و مسیر ورود نمونه را شستشو دهید . تا مطمئن شوید ذره ای در مسیر باقی نمانده است. محفظه پراکنش^۱ دستگاه را از آب مقطر پر کنید. مقداری از نمونه را به محفظه پراکنش دستگاه منتقل کنید (مقدار بهینه نمونه میزانی است که ۱۰٪ نور لیزر را جذب کند). سپس با انتخاب روش پراکنش تر^۲ میانگین اندازه ذرات نمونه را اندازه گیری کنید. یادآوری - جزئیات روش آزمون طبق استاندارد (E) ۱۹۹۹ : ISO ۱۳۳۲۰ می باشد.

۳-۵ اندازه گیری باقیمانده روی الک

۱-۳-۵ وسایل

۱-۱-۳-۵ الک 45μ (الک شماره ۳۲۵)
۲-۱-۳-۵ گرمخانه قابل تنظیم در $10.5^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$

۲-۳-۵ روش کار

۵ g از نمونه را با دقت 0.001g در یک بشر وزن کنید و با 100ml آب مقطر مخلوط کنید سپس این سوسپانسیون را از الک (بند ۱-۳-۵) که قبلاً توزین شده است، عبور دهید. الک را توسط آب شیر آنقدر شستشو دهید تا آب شستشو کدر نباشد .
یادآوری - دقت کنید فشار آب به اندازه ای باشد که باعث پاشش نمونه نشود .
سپس الک و محتویات آنرا دو بار هر بار با 50ml آب مقطر شستشو دهید. سپس الک را به مدت یک ساعت در گرمخانه (بند ۲-۱-۳-۵) خشک کنید. پس از رسیدن به وزن ثابت آنرا وزن کنید.

۳-۳-۵ بیان نتایج

باقیمانده روی الک از معادله زیر محاسبه کنید :

$$\text{معادله (۲)} = \frac{(m_1) \times 100}{m} = \text{باقیمانده روی الک (درصد جرمی)}$$

که در آن

m_1 جرم باقیمانده خشک برحسب گرم

m جرم نمونه برحسب گرم

۴-۵ اندازه گیری دانسیته توده

دانسیته توده زئولیت ۴A را طبق استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۸۱ : سال ۱۳۸۱ اندازه گیری کنید .

۵-۵ اندازه گیری درجه سفیدی

۱-۵-۵ اساس کار

درجه سفیدی زئولیت ۴A به وسیله بازتاب سنج^۱ اندازه گیری می شود .

۲-۵-۵ وسایل

۱-۲-۵-۵ بازتاب سنج

۳-۵-۵ روش کار

بازتاب سنج را کالیبره کنید. سپس نمونه را بداخل سل دستگاه منتقل کرده و پس از ۱۵ بارضربه زدن، بازتاب (سفیدی نمونه) را درطول موج ۴۶۰ nm بدون نور ماوراء بنفش اندازه گیری کنید .

۶-۵ اندازه گیری pH

pH محلول سوسپانسیون ۵٪ نمونه را توسط pH متردردمای محیط اندازه گیری کنید .

۷-۵ اندازه گیری کاهش وزن در اثر حرارت

۱-۷-۵ وسایل

۱-۱-۷-۵ بوته چینی ۵۰ ml

۲-۱-۷-۵ کوره الکتریکی قابل تنظیم دردمای $800^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$

۵-۷-۲ روش اجرای آزمون

۲g-3g از نمونه را بادقت ۰/۰۰۱g دریک بوته چینی که قبلا درکوره (بند۵-۷-۱-۲) به وزن ثابت رسیده و توزین شده است، وزن کنید . سپس بوته چینی همراه نمونه را به مدت یک ساعت درکوره (بند۵-۷-۱-۲) قراردهید. بوته را از کوره خارج کنید درون دسیکاتور آنرا سرد کرده و بوته را وزن کنید .

۵-۷-۳ بیان نتایج

کاهش وزن را از معادله زیر محاسبه کنید .

$$\text{معادله (۳)} = \frac{(m_0 - m_1) \times 100}{m_0} = \text{کاهش وزن (درصد جرمی)}$$

که در آن :

m_1 جرم باقیمانده پس از حرارت دادن برحسب گرم

m_0 جرم نمونه بر حسب گرم

۵-۸-۱ اندازه گیری ظرفیت تبادل کلسیم (Ca BC)

۵-۸-۱-۱ مواد و / یا شناساگرها

۵-۸-۱-۱-۱ محلول استیک اسید

یک حجم از محلول استیک اسید غلیظ $\rho = 1/05 \text{ Kg/l}$ را با یک حجم از آب مقطر رقیق کرده و کاملاً مخلوط کنید.

۵-۸-۱-۲ محلول آمونیوم هیدروکسید ۱۵٪ m/v

۱۷ ml از محلول آمونیوم هیدروکسید $\rho = 0/9 \text{ Kg/l}$ را به یک بالن ۱۰۰۰ml منتقل کنید سپس با آب مقطر به حجم برسانید. محلول را کاملاً مخلوط کنید.

۵-۸-۱-۳ محلول EDTA ۰/۱ مولار

۲۹/۲g از EDTA را بادقت ۰/۰۰۱g وزن کنید سپس آنرا درمقداری آب مقطر حل کرده و دریک بالن ۱۰۰۰ml با آب مقطر به حجم برسانید.

یادآوری - از محلول استاندارد آماده نیز می توانید استفاده کنید.

۵-۸-۱-۴ محلول EDTA ۰/۰۱ مولار

۱۰۰ml از محلول (بند ۵-۸-۱-۳) را دریک بالن ۱۰۰۰ml با آب مقطر به حجم برسانید.

۵-۸-۱-۵ محلول کلسیم نیترات ۰/۰۵ مولار

g ۱۱/۸۱ از کلسیم نیترات چهارآبه را در مقداری آب مقطر حل کنید و در یک بالن ۱۰۰۰ ml حجم آنرا با آب مقطر به ۱ l برسانید.

یادآوری - می توان از محلول کلسیم کلرید که به روش زیر تهیه می شود نیز استفاده کرد.

g ۷/۳۵۱ از کلسیم کلرید دو آبه را در مقداری آب مقطر حل کنید و در یک بالن ۱۰۰۰ ml حجم آنرا با آب مقطر به ۱ l برسانید.

۵-۸-۱-۶ محلول بافر pH= ۹/۸

g ۵۰ از آمونیوم کلرید را در یک بشر وزن کنید حدود ۴۰۰ ml آب مقطر به آن اضافه کنید pH این محلول را با استفاده از محلول آمونیوم هیدروکسید (بند ۵-۸-۱-۲) و یا استیک اسید (بند ۵-۸-۱-۱) تا ۹/۸ تنظیم کنید .

این محلول را در بطری پلاستیکی دردار نگهداری کنید.

۵-۸-۱-۷ قرص شناساگر^۱

۵-۸-۲ وسایل

۵-۸-۲-۱ وسایل معمولی آزمایشگاهی

۵-۸-۲-۲ کاغذ صافی واتمن شماره ۴۲

۵-۸-۲-۳ pH متر

۵-۸-۲-۴ پیپت ژوژه ۵۰ ml

۵-۸-۳ روش اجرای آزمون

۵۰ ml از محلول کلسیم نیترات (بند ۵-۸-۱-۵) را توسط پیپت به یک بالن ژوژه ۵۰۰ ml منتقل کرده و با آب مقطر به حجم برسانید. کل این محلول را به یک ارلن ۷۵۰ ml منتقل کنید.

g ۰/۵ از نمونه را با دقت ۰/۰۰۱ گرم وزن کنید و به ارلن اضافه کنید . این محلول را به مدت ۱۵ min در دمای $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ بهم بزنید. پس از گذشت زمان و با استفاده از کاغذ صافی (بند ۵-۸-۲-۲) محلول را صاف کنید .

۱۰۰ ml از محلول زیرصافی را به یک بشر منتقل کنید. ۲۵ ml محلول بافر (بند ۵-۸-۱-۶) و یک قرص شناساگر (بند ۵-۸-۱-۷) به آن بیافزایید و pH را توسط pH متر و با افزودن استیک اسید (بند ۵-۸-۱-۱) و یا آمونیوم هیدروکسید (بند ۵-۸-۱-۲) در ۹/۸ تنظیم کنید سپس محلول را با محلول استاندارد EDTA (بند ۵-۸-۱-۴) تا تغییر رنگ از قرمز به سبز تیترا کنید. یک آزمون شاهد بدون نمونه انجام دهید .

^۱ شناساگر با شماره مرک ۸۴۳۰ برای تیتراسیون EDTA

یادآوری- در طول آزمون دما باید در 20°C ثابت باشد .

۵-۸-۴ بیان نتایج

ظرفیت تبادل یون کلسیم بر حسب میلی گرم کلسیم اکسید در هر گرم نمونه را از معادله (۴) و یا بر حسب میلی گرم کلسیم کربنات در هر گرم نمونه از معادله (۵) محاسبه کنید:

$$Ca\ BC\ (mg\ CaO/g) = \frac{(V1-V2) \times M \times 56 \times 5}{m \times d} \quad \text{معادله (۴)}$$

$$Ca\ BC\ (mg\ CaCO_3/g) = \frac{(V1-V2) \times M \times 100 \times 5}{m \times d} \quad \text{معادله (۵)}$$

که در آن :

V1 حجم EDTA مصرفی برای شاهد بر حسب ml

V2 حجم EDTA مصرفی برای نمونه بر حسب ml

M مولاریته EDTA

m جرم نمونه برداشتی بر حسب گرم

d درصد جرمی باقیمانده خشک نمونه

۵-۹ اندازه گیری آلومینیوم

۵-۹-۱ مواد و/یا واکنشگرها

۵-۹-۱-۱ محلول استاندارد EDTA ۰/۰۵ مولار

یادآوری - از محلول استاندارد آماده استفاده کنید.

۵-۹-۱-۲ نیتریک اسید غلیظ $\rho = 1/384\text{Kg/l}$

۵-۹-۱-۳ شناساگر گزین اورانژ

۵g/۰ از گزین اورانژ را در ۱۰۰ml آب مقطر حل کنید. یک تا دو قطره محلول رقیق سدیم هیدروکسید به آن اضافه کنید.

۵-۹-۱-۴ محلول بافر

۵g/۲۱ از سدیم استات خشک را با ۲ml استیک اسید در آب حل کنید سپس حجم آنرا به ۱l برسانید.

۵-۹-۱-۵ محلول استاندارد سرب نیترات ۰/۰۵mol/l

یادآوری - از محلول استاندارد آماده استفاده کنید.

۲-۹-۵ روش اجرای آزمون

حدود ۳g نمونه را با دقت ۰/۰۰۱g وزن کنید سپس به آن ۱۰۰ml آب مقطر و قطره قطره نیتریک اسید (بند ۲-۹-۵) اضافه کنید تا نمونه حل شود. سپس آن را در یک بالن حجمی ۵۰۰ml به حجم برسانید. ۵۰ml از این محلول را به یک ارلن مایر منتقل کنید. به آن ۵۰ml محلول (بند ۱-۹-۵) اضافه کرده و تا جوش حرارت دهید. این محلول را سرد نموده و pH آنرا با محلول آمونیاک به ۵ برسانید. ۱۵ml محلول بافر (بند ۴-۹-۵) به آن بیافزائید. این محلول را در مقابل شناساگر گزین اورانژ (بند ۳-۹-۵) و با محلول استاندارد سرب نترات (بند ۵-۸-۵) تا تغییر رنگ از زرد به صورتی تیترو کنید.

۳-۹-۵ بیان نتایج

میزان آلومینیوم نمونه را برحسب Al_2O_3 از معادله زیر محاسبه کنید :

$$Al_2O_3 \text{ (درصد جرمی)} = \frac{(V_1 - V_2) \times 2.55}{m} \quad \text{معادله (۶)}$$

که در آن :

V_1 حجم محلول EDTA ۰/۰۵ مولار اضافه شده برحسب میلی لیتر
 V_2 حجم محلول سرب نترات ۰/۰۵ مولار مصرفی برحسب میلی لیتر
 m جرم نمونه برحسب گرم

۱۰-۵ اندازه گیری سیلیس

۱-۱۰-۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۱-۱۰-۵ سدیم نترات

۲-۱-۱۰-۵ سولفوریک اسید غلیظ $\rho = 1/84 \text{ Kg/l}$

۲-۱۰-۵ روش اجرای آزمون

حدود ۰/۳g نمونه را با دقت ۰/۰۰۱g در یک بشر وزن کنید. به آن ۱g سدیم نترات و ۱۰ml سولفوریک اسید غلیظ (بند ۲-۱-۱۰) اضافه کنید. ۵min آنرا بجوشانید. مرتباً آنرا بهم بزنید. یادآوری - تمامی مراحل آزمون می بایستی زیرهود انجام شود.

سپس محلول را سرد کنید و ۲۰ml آب مقطر به آن اضافه کنید و مجدداً ۵min دیگر آنرا بجوشانید. پس از سرد کردن رسوب را از یک کاغذ صافی واتمن ۴۲ صاف کنید. آنقدر رسوب را با آب بشوئید تا عاری از

اسید شود. کاغذ صافی را در یک بوته چینی به وزن ثابت رسیده در $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ و توزین شده ، قرار دهید و آنرا در کوره $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ بسوزانید. پس از رسیدن به وزن ثابت و سرد کردن آنرا وزن کنید.

۳-۱۰-۵ بیان نتایج

سیلیس نمونه بر حسب SiO_2 را از معادله زیر محاسبه کنید :

$$\text{معادله (۷)} \quad \text{SiO}_2 \text{ (درصد جرمی)} = \frac{m_1 \times 100}{m}$$

که در آن :

m جرم نمونه بر حسب گرم

m_1 جرم رسوب بر حسب گرم

۱۱-۵ محاسبه سدیم

میزان سدیم نمونه بر حسب Na_2O از معادله زیر محاسبه کنید :

$$\text{معادله (۸)} \quad \text{Na}_2\text{O} = A - (B + C) \text{ (درصد جرمی)}$$

که در آن

A درصد جرمی نمونه خشک

B درصد جرمی SiO_2

C درصد جرمی Al_2O_3

۱۲-۵ اندازه گیری قلیائیت غیر ساختاری

۱-۱۲-۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۱۲-۵-۱ محلول کلریدریک اسید ۰/۱ مولار

یادآوری - از محلول استاندارد آماده استفاده کنید

۱-۱۲-۵-۲ شناساگر فنل فتالئین

۰/۱ g فنل فتالئین را در ۱۰۰ ml اتانول حل کنید.

۵-۱۲-۲ روش اجرای آزمون

۱ گرم نمونه را با دقت ۰/۰۰۱g وزن کنید. ۱۰۰ml آب مقطر به آن اضافه کرده و تا ۵min بهم بزنید. سپس آنرا صاف کنید (کاغذ واتمن ۴۴). صافی را سه بار هر بار با ۱۰ml آب مقطر بشوئید. محلول های زیرصافی را با محلول کلریدریک اسید (بند ۵-۱۲-۱-۱) در مجاورت شناساگر فنل فتالین تیترا کنید.

۵-۱۲-۳ بیان نتایج

میزان قلیائی غیرساختاری نمونه را برحسب Na_2O از معادله زیر محاسبه کنید :

$$\text{معادله (۹)} = \frac{V \times M \times 3/1}{m} = \text{قلیائی غیرساختاری برحسب } \text{Na}_2\text{O} (\text{درصدجرمی})$$

که در آن :

V حجم کلریدریک اسید مصرفی برحسب میلی لیتر

M مولاریته کلریدریک اسید مصرفی

m جرم نمونه برحسب گرم

۵-۱۳ اندازه گیری تبلور نسبی

درصد تبلور نسبی نمونه را طبق استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۰۶ : سال ۱۳۸۲ اندازه گیری کنید. یادآوری-هرنوع پیک دیگری غیر از شش پیک مربوط به زئولیت ۴A مرجع، حضور نا خالصی در نمونه را نشان می دهد.(به پیوست الف مراجعه کنید)

۶- بسته بندی

بسته بندی طبق توافق خریدار و فروشنده انجام می شود .

۷- نشانه گذاری

مطالب زیر باید بطور خوانا و با مرکب پاک نشدنی برای مصارف داخلی به زبان فارسی و یا همراه انگلیسی و برای صادرات به زبان انگلیسی و یا زبان مورد تقاضای کشور خریدار روی بسته بندی درج گردد.

۱-۷ نام و علامت تجاری

۲-۷ نام نشانی کارخانه سازنده

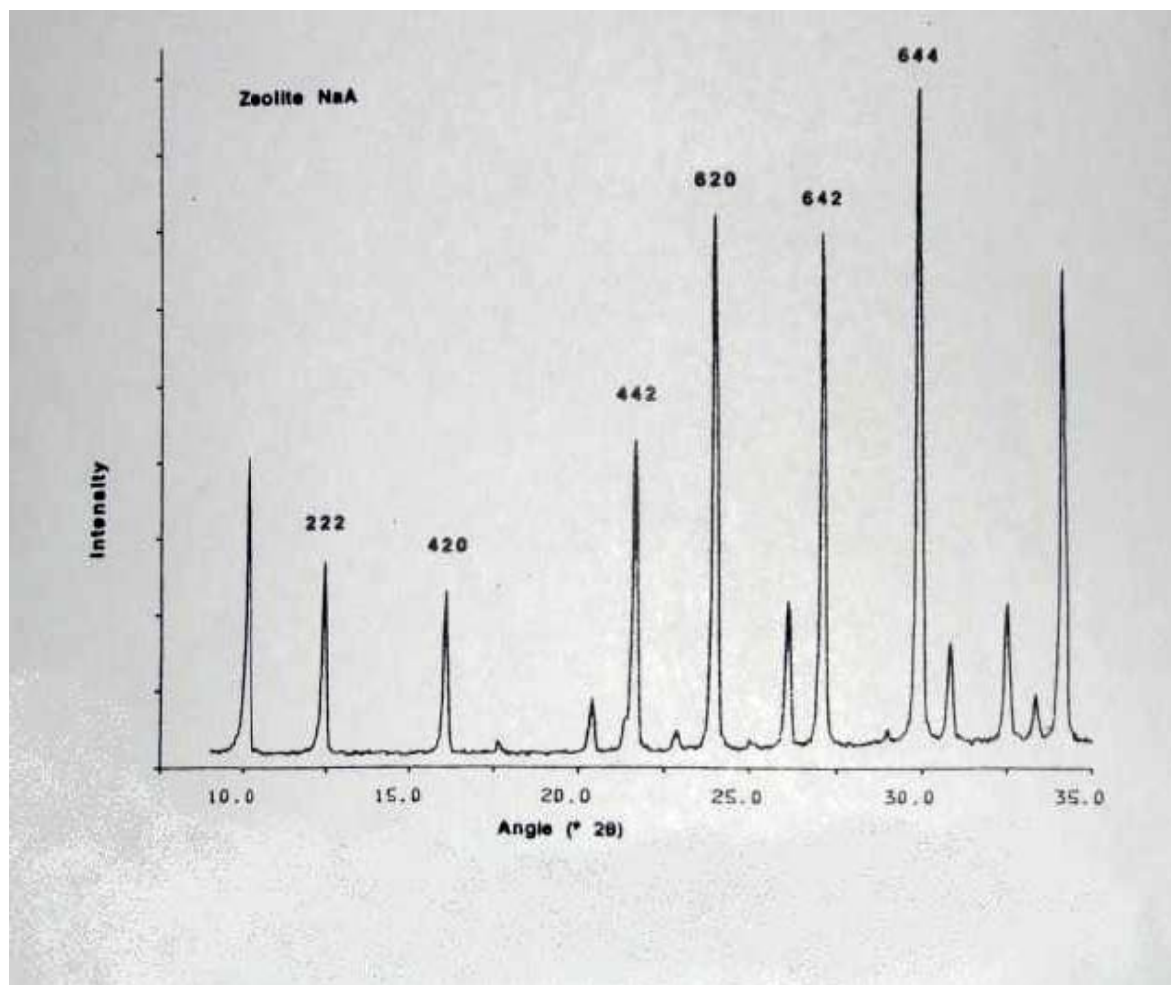
۳-۷ نام و نوع کالا

۴-۷ وزن

۵-۷ سری ساخت و تاریخ تولید

۶-۷ کشورسازنده

پیوست الف
(الزامی)
پیک زئولیت ۴A مرجع



شکل الف ۱- نمودار پراکنش پرتو ایکس زئولیت ۴A