



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۶۴۵۳

تجدیدنظر اول

۱۳۹۱

INSO

6453

1st.Revision

2013

اندازه‌گیری کائولن و زئولیت در
پاک‌کننده‌های پودر لباسشویی به روش
جذب اتمی

**Determination of clay and zeolite in
powdered laundry detergents by atomic
absorption**

ICS: 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 استانداردهای 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) و 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، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و 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

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«اندازه‌گیری کائولن و زئولیت در پاک‌کننده‌های پودر لباسشویی به روش جذب اتمی»
(تجدید نظر اول)

رئیس:

حسن زاده، ندا
(دکتری شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد اهواز

دبیر:

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آتشی، مژگان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

پرهیزگار، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه پتروشیمی رازی

چراغی، حسین
(فوق لیسانس مهندسی مواد)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

خزاعی فر، علی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه پتروشیمی رازی

دهدشتی زاده، الهام
(لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد پتروشیمی بندر امام

طحان حسین، اعظم
(لیسانس شیمی)

مسئول فنی شرکت زرافشان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

قمی، متینه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

مکوندی، علی
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

منجم زاده، مرجان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا
(فوق لیسانس شیمی)

پیش گفتار

استاندارد "اندازه گیری کائولن و زئولیت در پاک کننده‌های پودر لباسشویی به روش جذب اتمی" نخستین بار در سال ۱۳۸۱ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف و تایید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در یک‌هزار و شصت و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۱/۱۲/۱۶ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه 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، 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.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۶۴۵۳: سال ۱۳۸۱ است.

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

ASTM D 5547: 2009, Standard Test Method for Clay and Zeolite in Powdered Laundry Detergents by Atomic Absorption

مقدمه

کائولن و زئولیت دارای نسبت‌های متفاوتی از سیلیسیم و آلومینیم می‌باشند. نسبت سیلیسیم به آلومینیم معیاری از سطح نسبی کائولن و زئولیت در پودرهای شوینده می‌باشد. این به آن معناست که پودرهای شوینده که نسبت سیلیسیم به آلومینیم آنها با کائولن یا زئولیت مطابقت دارد، به ترتیب فقط حاوی کائولن یا زئولیت می‌باشند. پودرهای شوینده‌ای که نسبت سیلیسیم به آلومینیم آنها بین نسبت Si/Al کائولن و زئولیت قرار می‌گیرد، حاوی کائولن و نیز زئولیت می‌باشند. این روش براساس ارتباط خطی بین ترکیب نسبی (یا نسبت) کائولن به زئولیت و نسبت Si/Al در پودرهای شوینده می‌باشد.

اندازه‌گیری کائولن و زئولیت در پاک‌کننده‌های پودر لباسشویی به روش جذب اتمی

هشدار- در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری کائولن و زئولیت در پاک‌کننده‌های پودر لباسشویی از طریق جذب اتمی می‌باشد. این استاندارد برای اندازه‌گیری کائولن و زئولیت در پاک‌کننده‌های پودر لباسشویی کاربرد دارد.

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 ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-2 ASTM E 180, Practice for Determining the Precision of ASTM Methods for Analysis and Testing of Industrial and Specialty Chemicals

۳ اصول آزمون

آزمایه با لیتیم متابورات، ذوب شده و در اسید حل می‌شود، سپس مقدار آلومینیوم و سیلیسیم آن از طریق جذب اتمی اندازه‌گیری شده و نسبت سیلیسیم به آلومینیوم (Si/Al) محاسبه می‌شود. مقدار کائولن و زئولیت آزمایه از روی نسبت سیلیسیم به آلومینیوم آن و نسبت سیلیسیم به آلومینیوم کائولن و زئولیت مورد انتظار در آزمایه محاسبه می‌شود. یک منحنی کالیبراسیون فقط با دو نقطه آزمایشی یکی نسبت Si/Al در زئولیت استاندارد (٪ ۱۰۰ زئولیت و ٪ ۰ کائولن) و دیگری نسبت Si/Al کائولن استاندارد (٪ ۱۰۰ کائولن و ٪ ۰ زئولیت) رسم می‌شود.

۴ مزاحمت‌ها

هر ماده‌ای به غیر از کائولن و زئولیت که حاوی سیلیسیم یا آلومینیوم یا هر دو باشد، ایجاد مزاحمت می‌کند.

۵ مواد و/یا واکنشگرها

در طول آزمون به غیر از موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرها با درجه خلوص مشخص و از آب مقطر طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید. درجات دیگر می‌توانند استفاده شوند مشروط به این که معین شود که خلوص واکنشگر به اندازه کافی بالا بوده و موجب کاهش صحت اندازه‌گیری نمی‌شود.

۱-۵ محلول استاندارد آلومینیوم، حاوی $1000 \mu\text{g}$ آلومینیوم در هر میلی‌لیتر یا معادل آن

۲-۵ محلول استاندارد سیلیسیم، حاوی $1000 \mu\text{g}$ سیلیسیم در هر میلی‌لیتر

۳-۵ پتاسیم کلرید، با خلوص تجزیه‌ای

۴-۵ محلول پتاسیم کلرید ۱٪ (وزنی / حجمی)، ۱ g پتاسیم کلرید را در ۱۰۰ ml آب مقطر حل کنید. به خوبی مخلوط کرده و در ظرف پلاستیکی نگهداری کنید.

۵-۵ هیدروکلریک اسید غلیظ، با خلوص تجزیه‌ای

۶-۵ محلول هیدروکلریک اسید (۱:۱)

حجم‌های یکسانی از هیدروکلریک اسید غلیظ و آب مقطر را مخلوط کرده، به خوبی هم زده و در ظرف پلاستیکی نگهداری کنید.

۷-۵ پتاسیم یدید، با خلوص تجزیه‌ای

۸-۵ لیتیم متابورات، مخصوص ذوب

۹-۵ زئولیت استاندارد

همان ماده مورد انتظار در آزمایش به عنوان استاندارد استفاده می‌شود.

۱۰-۵ کائولن استاندارد

همان ماده مورد انتظار در آزمایش به عنوان استاندارد استفاده می‌شود.

۶ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاهی همراه با وسایل زیر استفاده می‌شوند.

۱-۶ اسپکتروفتومتر جذب اتمی، مجهز به مشعل نیتروز اکسید-استیلن با لامپ کاتد توخالی سیلیسیم و آلومینیوم

۲-۶ مخزن‌های استیلن و نیتروز اکسید، همراه با تنظیم کننده مناسب

۳-۶ کوره مافل، قابل تنظیم در دمای 1000°C

۴-۶ ترازوی تجزیه‌ای

۵-۶ مشعل فیشر (چراغ بونزن) یا معادل

۶-۶ بوته پلاتینی، ۲۰ ml یا بزرگ‌تر

۷-۶ انبر با نوک پلاتینی

۸-۶ بورت، با ظرفیت ۲۵ ml

۹-۶ بالن حجم‌سنجی پلی‌پروپیلنی، ۱۰۰ ml و ۲۰۰ ml

۱۰-۶ استوانه مدرج، ۱۰ ml و ۲۵ ml

۱۱-۶ بشر پلاستیکی، ۱۵۰ ml

۱۲-۶ همزن مغناطیسی و میله همزن

۱۳-۶ مخلوط‌کن، یا در صورت در دسترس نبودن هاون و دسته آن

۷ شرایط دستگاهی

دستگاه جذب اتمی را با پیروی از دستورکارهای سازنده، به‌صورت ارایه شده در جدول ۱ تنظیم کنید.

جدول ۱- شرایط دستگاهی جذب اتمی

مشخصه	اندازه‌گیری آلومینیوم	اندازه‌گیری سیلیسیم
طول موج، nm	۳۰۹٫۳	۲۵۱٫۶
محدوده	UV	UV
طول شکاف، nm	۰٫۲	۰٫۲
شعله، nm	نیتروزاکسید- استیلن شعله قرمز	نیتروزاکسید- استیلن احیا کننده قوی با ارتفاع ۲ cm تا ۳ cm و لبه‌های بیرونی زرد

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ اندازه‌گیری آلومینیوم

۱-۱-۸ ۱-۱ دقیقاً ۰٫۱ g (با تقریب ۰٫۱ mg) از زئولیت استاندارد (همان ماده مورد انتظار در آزمایش) را در یک بوته پلاتینی تمیز و خشک وزن کنید. همچنین دقیقاً ۰٫۲ g از کاتولن استاندارد (همان ماده مورد انتظار در آزمایش) را در یک بوته پلاتینی تمیز و خشک دیگری وزن کنید.

۲-۱-۸ ۲-۱ آزمایش نماینده‌ای از شوینده پودر شده را به‌وسیله مخلوط‌کن به‌صورت پودری یکنواخت و نرم آسیاب کنید (در صورت در دسترس نبودن مخلوط‌کن از هاون و دسته آن استفاده کنید).

۳-۱-۸ ۳-۱ دقیقاً ۰٫۳ g (با تقریب ۰٫۱ mg) از آزمایش‌های) آسیاب شده را در یک بوته پلاتینی تمیز و خشک دیگر وزن کنید.

۴-۱-۸ ۴-۱ ۲ g (± 0.1 g) از لیتیم متابورات به هریک از بوته‌های پلاتینی افزوده و محتویات را با یک میله پلاستیکی مخلوط کنید.

۸-۱-۵ بوته‌ها و محتویات آن را در کوره مافل سرد قرار داده و کوره را روشن کنید. وقتی دما به $^{\circ}\text{C}$ ۱۰۰۰ رسید دما را حداقل به مدت ۵ دقیقه دیگر ثابت نگه‌دارید.

یادآوری- اگر نمونه در کوره داغ قرار گیرد، مشتعل شده و به بیرون پخش می‌شود. در صورتی که استفاده از کوره سرد در شروع امکان پذیر نیست، ابتدا نمونه را به آرامی روی مشعل فیشر (بند ۶-۵) زغالی کرده (از شعله‌ور شدن نمونه اجتناب کنید)، سپس در کوره قرار دهید.

۸-۱-۶ ۹۰ ml آب مقطر درون بشرهای ۱۵۰ ml اضافه کنید (از بشرها به تعداد استانداردها و نمونه‌های موجود استفاده کنید).

۸-۱-۷ یک میله هم‌زن مغناطیسی درون هر بشر قرارداده و بشرها را روی هم‌زن مغناطیسی قرار دهید. به سرعت هم‌زده تا آب داخل بشر بچرخد اما چیزی به بیرون نریزد. توصیه می‌شود این مجموعه وسایل (هم‌زن و بشر) نزدیک کوره حاوی استانداردهای خاکستر شده و نمونه‌ها باشند.

۸-۱-۸ با استفاده از انبر نوک پلاتینی، یک بوته را از کوره در آورده و بلافاصله روی چراغ بوزن (بند ۶-۵) قرار دهید تا نمونه ذوب شده جامد نشود.

۸-۱-۹ حدود ۲ mg (یک مقدار اندک در انتهای اسپاتول) پتاسیم یدید به نمونه ذوب شده بیافزایید. یک گوی مذاب تشکیل خواهد شد. گوی مذاب را گرداگرد درون ظرف بچرخانید تا قطرات یا ذرات به هم بچسبند. پتاسیم یدید بعنوان عامل آزادکننده، فرار است و لازم است این مرحله نسبتاً سریع انجام گیرد (حدود ۲ دقیقه). در صورتی که گوی مذاب باز شده و درون ظرف روان شود، با افزودن پتاسیم یدید تازه دوباره عمل ذوب شدن و تشکیل گوی را تکرار کنید.

۸-۱-۱۰ هر گوی مذاب را سریعاً داخل یک بشرپلاستیکی حاوی آب در حال چرخش بریزید. هشدار- از ماسک صورت و دستکش استفاده کنید.

۸-۱-۱۱ به هر یک از بشرها ۲۰ ml هیدروکلریک اسید (۱:۱) و ۲۰ ml از محلول ۱٪ پتاسیم کلرید افزوده و تا انحلال کامل، هم بزنید. سپس با آب مقطر به‌طور کمی به بالن حجم‌سنجی پلاستیکی ۲۰۰ ml منتقل کرده، به حجم رسانده و به‌خوبی مخلوط کنید.

۸-۱-۱۲ حجم‌های ۵ ml، ۷/۵ ml و ۱۰ ml از محلول استاندارد آلومینیوم (بند ۵-۱) را با استفاده از بورت به سه بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml جداگانه بیافزایید. این استانداردها به ترتیب حاوی ۵۰ μg ، ۷۵ μg و ۱۰۰ μg آلومینیوم در هر میلی‌لیتر می‌باشند (این محلول‌ها باید روزانه تازه تهیه شوند).

۸-۱-۱۳ ۱۰ ml هیدروکلریک اسید (۱:۱) و ۱۰ ml محلول ۱٪ پتاسیم کلرید و ۱ g لیتیم متابورات به هر یک از بالن‌های بند (۸-۱-۱۲) افزوده و با آب مقطر به حجم رسانده و تا انحلال کامل خوب هم بزنید. ۸-۱-۱۴ یک شاهد واکنشگر تهیه کنید.

۸-۱-۱۵ دستگاه جذب اتمی را مطابق بند ۷-۱ تنظیم کنید.

۸-۱-۱۶ دستگاه را با شاهد صفر کنید. جذب استانداردهای آلومینیوم، استاندارد زئولیت و کائولن و آزمايه را در طول موج ۳۰۹/۳ nm اندازه‌گیری کنید. اندازه‌گیری را سه بار دیگر برای هر بالن تکرار کرده و میانگین جذب را محاسبه کنید. به غیر از محلول‌های آلومینیوم، بقیه محلول‌ها را برای اندازه‌گیری سیلیسیم طبق بند ۸-۲ نگه‌دارید.

۸-۱-۱۷ یک منحنی استاندارد را با رسم میانگین جذب در مقابل غلظت هر یک از محلول‌های استاندارد آلومینیوم برحسب میکروگرم بر میلی لیتر تهیه کنید.

۸-۱-۱۸ غلظت آلومینیوم در آزمایش (ها) را با مقایسه جذب میانگین با منحنی استاندارد و قرایت مستقیم غلظت آلومینیوم میکروگرم بر میلی لیتر، اندازه‌گیری کنید.

۸-۱-۱۹ محاسبات

درصد جرمی آلومینیوم را با استفاده از رابطه زیر محاسبه کنید.

$$\% \text{ آلومینیوم} = \frac{C \times 200}{wt \times 10000} \quad (1)$$

که در آن:

C غلظت آلومینیوم برحسب میکروگرم بر میلی لیتر؛

۲۰۰ رقت نهایی برحسب میلی لیتر؛

wt وزن زئولیت و کائولن استاندارد‌ها و آزمایش (ها) بر حسب گرم؛

۱۰۰۰۰ ضریب تبدیل میکروگرم بر گرم به درصد.

۸-۲ اندازه‌گیری سیلیسیم

۸-۲-۱ حجم‌های ۵ ml، ۱۰ ml و ۱۵ ml از محلول استاندارد سیلیسیم (بند ۵-۱) را با استفاده از بورت به سه بالن حجم‌سنجی پلاستیکی ۱۰۰ ml جداگانه بیافزایید.

۸-۲-۲ ۱۰ ml هیدروکلریک اسید (۱:۱) و ۱۰ ml محلول ۱٪ پتاسیم کلرید و ۱ g لیتیم متابورات به هر یک از بالن‌های بند ۸-۲-۱ افزوده، با آب مقطر به حجم رسانده و تا انحلال کامل خوب هم بزنید. این استانداردها به ترتیب حاوی ۵۰ μg، ۱۰۰ μg و ۱۵۰ μg سیلیسیم در هر میلی لیتر می‌باشند (این محلول‌ها را روزانه تازه تهیه کنید).

۸-۲-۳ یک شاهد تهیه کرده و ۵۰٪ ml از محلول استاندارد کائولن بند ۸-۱ را با آب مقطر در یک بالن حجم‌سنجی پلاستیکی ۱۰۰ ml تا حجم ۱۰۰٪ ml رقیق کنید.

۸-۲-۴ دستگاه جذب اتمی را مطابق بند ۷-۱ تنظیم کنید.

۸-۲-۵ دستگاه را با شاهد صفر کنید. جذب محلول‌های استاندارد سیلیسیم و محلول استاندارد زئولیت و کائولن و آزمایش (های) حاصل از بند ۸-۱ را در طول موج ۲۵۱٫۶ nm اندازه‌گیری کنید. اندازه‌گیری را سه بار دیگر برای هر بالن تکرار کرده و جذب میانگین را محاسبه کنید.

۸-۲-۶ یک منحنی استاندارد با رسم جذب‌های میانگین در مقابل غلظت هر یک از محلول‌های استاندارد سیلیسیم برحسب میکروگرم بر میلی لیتر تهیه کنید.

۸-۲-۷ غلظت سیلیسیم در آزمایش (ها)، استاندارد زئولیت و استاندارد کائولن را با مقایسه جذب میانگین با منحنی استاندارد و قرایت غلظت سیلیسیم برحسب میکروگرم بر میلی لیتر اندازه‌گیری کنید.

۸-۲-۸ محاسبه

درصد جرمی سیلیسیم را با استفاده از رابطه زیر محاسبه کنید.

$$\% \text{ سیلیس} = \frac{C \times 200}{wt \times 10000} \quad (2)$$

که در آن:

C غلظت سیلیسیم از منحنی برحسب میکروگرم بر میکرو لیتر؛
 ۲۰۰ رقت نهایی برحسب میلی لیتر؛
 wt وزن استاندارد(های) ژئولیت و کائولن و آزمایش(ها) برحسب گرم؛
 ۱۰۰۰۰ ضریب تبدیل میکروگرم بر گرم به درصد.

۹ محاسبه درصد کائولن و ژئولیت در آزمایشها

۱-۹ نسبت سیلیسیم به آلومینیوم برای استاندارد کائولن، استاندارد ژئولیت و آزمایش(های) به ترتیب از درصد جرمی آلومینیوم و درصد جرمی سیلیسیم به دست آمده از بندهای ۸-۱ و ۸-۲ محاسبه می شوند.

۲-۹ معادله خط مستقیم $y = mx + c$ از اتصال نقاط زیر به دست می آید:

$$\begin{aligned} x_1, y_1 &= \text{Si/Al (C)}, \cdot & (3) \\ x_2, y_2 &= \text{Si/Al (Z)}, 100 \end{aligned}$$

که در آن:

Si/Al (C) نسبت سیلیسیم به آلومینیوم در کائولن استاندارد؛

Si/Al (Z) نسبت سیلیسیم به آلومینیوم در ژئولیت استاندارد؛

۰ غلظت ژئولیت در استاندارد کائولن؛

۱۰۰ غلظت ژئولیت در استاندارد ژئولیت.

۳-۹ سطح نسبی ژئولیت در آزمایش(ها) را با استفاده از رابطه بند ۹-۲ و نسبت سیلیسیم به آلومینیوم آزمایش(ها) از بند ۹-۱ محاسبه کنید.

$$C + y(RLZ) = mx \quad (4)$$

که در آن:

$y(RLZ)$ سطح نسبی ژئولیت در آزمایش؛

m شیب خط (بند ۹-۲)؛

x نسبت سیلیسیم به آلومینیوم آزمایش؛

C عرض از مبدأ خط (بند ۹-۲).

۴-۹ درصد ژئولیت در آزمایش

درصد جرمی ژئولیت در آزمایش را از رابطه زیر محاسبه کنید.

$$\% \text{ ژئولیت} = \frac{(ATS)(RIZ)}{(AZ)} \quad (5)$$

که در آن:

ATS درصد آلومینیوم در آزمایش (بند ۸-۱)؛

RLZ سطح نسبی زئولیت در آزمایش (بند ۹-۳)؛
 AZ درصد آلومینیم در استاندارد زئولیت.

۵-۹ درصد کائولن در آزمایش

درصد جرمی کائولن در آزمایش را از رابطه زیر محاسبه کنید.

$$\% \text{ کائولن} = \frac{(ATS)(100 - RLZ)}{(AC)} \quad (6)$$

که در آن:

ATS درصد آلومینیم در آزمایش (بند ۸-۱)؛

RLZ سطح نسبی زئولیت در آزمایش (بند ۹-۳)؛

AC درصد آلومینیم در استاندارد کائولن.

۶-۹ محاسبه نمونه برای کائولن و زئولیت و پودر شوینده نوعی

۱-۶-۹ نتایج تجربی

جدول ۲- نتایج تجربی برای کائولن و زئولیت و پودر شوینده نوعی

پودر شوینده	استاندارد زئولیت	استاندارد کائولن	
۳/۳	۱۶	۸/۸	درصد جرمی آلومینیم
۵/۴	۱۷/۶	۲۷/۳	درصد جرمی سیلیسیم
۱/۶۴	۱/۱	۳/۱	نسبت سیلیسیم به آلومینیم

۱-۱-۶-۹ با استفاده از نقاط $x_1, y_1 = 3, 10$ و $x_2, y_2 = 1, 100$ رابطه خط زیر به دست می آید.

$$y = -50x + 155 \quad (7)$$

۲-۱-۶-۹ سطح نسبی زئولیت (RLZ) در پودر شوینده برابر است با:

$$y = -(50)(1,64) + 155 = 73 \quad (8)$$

۳-۱-۶-۹ درصد جرمی زئولیت در پودر شوینده برابر است با:

$$\frac{(ATS)(RIZ)}{(AZ)} = \frac{(3.3)(73)}{16} = 15.1 \quad (9)$$

۴-۱-۶-۹ درصد جرمی کائولن در پودر شوینده برابر است با:

$$\frac{(ATS)(100 - RLZ)}{(AC)} = \frac{(3.3)(100 - 73)}{(8.8)} = 10.1 \quad (10)$$

۱۰ دقت و انحراف

۱-۱۰ شش آزمایشگاه در تجزیه دو پودر شوینده (B, A) مشارکت داشته اند. جدول ۱ را ببینید.

۲-۱۰ انحراف استاندارد برای کائولن در گستره $5,2\%$ تا $9,9\%$ و برای زئولیت در گستره $19,6\%$ تا $28,9\%$ می باشد. جدول ۱ را ببینید.

۳-۱۰ توصیه می‌شود برای قضاوت در مورد پذیرش نتایج معیارهای زیر مورد استفاده قرار گیرد.

۱-۳-۱۰ تکرار پذیری (یک آزمون گر) برای کائولن

انحراف استاندارد نتایج (هر یک میانگین دو تکرار)، به دست آمده توسط یک آزمون گر در روزهای متفاوت برابر ۰٫۷٪ مقدار مطلق وزنی در ۱۲ درجه آزادی^۱ تخمین زده شده است. توصیه می‌شود این دو میانگین در صورتی که بیش از ۲٫۲٪ مقدار مطلق وزنی اختلاف داشته باشند، مشکوک در نظر گرفته شوند (با سطح اطمینان ۹۵٪).

۲-۳-۱۰ تکرار پذیری (یک آزمون گر) برای زئولیت

انحراف استاندارد نتایج (هر یک میانگین دو تکرار)، به دست آمده توسط یک آزمون گر در روزهای متفاوت برابر ۱٫۰٪ مقدار مطلق وزنی در ۱۲ درجه آزادی تخمین زده شده است. توصیه می‌شود این دو میانگین در صورتی که بیش از ۳٫۱٪ مقدار مطلق وزنی اختلاف داشته باشند، مشکوک در نظر گرفته شوند (با سطح اطمینان ۹۵٪).

۳-۳-۱۰ تجدید پذیری برای کائولن (چندین آزمایشگاه)

انحراف استاندارد نتایج (هر یک میانگین دو تکرار)، به دست آمده توسط آزمون گرها در آزمایشگاه‌های متفاوت برابر ۱٫۳٪ مقدار مطلق وزنی در ۱۰ درجه آزادی تخمین زده شده است. توصیه می‌شود این دو میانگین در صورتی که بیش از ۴٫۱٪ مقدار مطلق وزنی اختلاف داشته باشند، مشکوک در نظر گرفته شوند (با سطح اطمینان ۹۵٪).

۴-۳-۱۰ تجدید پذیری برای زئولیت (در چندین آزمایشگاه)

انحراف استاندارد نتایج (هر یک میانگین دو تکرار)، به دست آمده توسط آزمون گرها در آزمایشگاه‌های متفاوت برابر ۲٫۳٪ مقدار مطلق وزنی در ۱۰ درجه آزادی تخمین زده شده است. توصیه می‌شود این دو میانگین در صورتی که بیش از ۷٫۲٪ مقدار مطلق وزنی اختلاف داشته باشند، مشکوک در نظر گرفته شوند (با سطح اطمینان ۹۵٪).

جدول ۳- آزمون دو پودر شوینده توسط شش آزمایشگاه

زئولیت		کائولن		نمونه
مقدار به دست آمده (۲۴ بار آزمون)	مقدار اضافه شده	مقدار به دست آمده (۲۴ بار آزمون)	مقدار اضافه شده	
۲۸٫۹	۲۹٫۷۹	۵٫۲	۵٫۲۰	A
۱۹٫۶	۱۹٫۹۵	۹٫۹	۹٫۷۴	B

۱- تعداد مقادیر مستقل لازم برای تعیین یک آماره را درجه آزادی می‌نامند.

۵-۳-۱۰ بررسی محدوده دو بار آزمون برای کائولن

درصد کائولن را با تقریب ۰٫۰۱ گزارش کنید. دوبار آزمون که در محدوده ٪ ۳٫۲ مقدار مطلق وزنی باشند برای میانگین قابل قبول هستند (با سطح اطمینان ٪ ۹۵).

۶-۳-۱۰ بررسی محدوده دو بار آزمون برای زئولیت

درصد زئولیت را با تقریب ۰٫۰۱ گزارش کنید. دوبار آزمون انجام شده که در محدوده ٪ ۳٫۸ مقدار مطلق وزنی باشند برای میانگین قابل قبول هستند (با سطح اطمینان ٪ ۹۵).

۷-۳-۱۰ انحراف، برای کائولن حدود ٪ ۲ بالاتر به طور نسبی و برای زئولیت حدود ٪ ۳ کمتر به طور نسبی (۱-۱۰) بود.