



سیستم مدیریت ایزو
www.isomanagement.ir

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

☎ ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

☎ ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۲۷۷۷
تجدیدنظر اول

۱۳۹۷

INSO
12777

1st Revision
2018

Identical with
ISO 622

سوخت‌های معدنی جامد- تعیین مقدار
فسفر- مولیبدو فسفات کاهیده- روش
فتومتری

**Solid mineral fuels - Determination
of phosphorus content - Reduced
molybdophosphate photometric
method**

ICS: 75.160.10

استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۷۷۷ (تجدیدنظر اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران-ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج-ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«سوخت‌های معدنی جامد- تعیین مقدار فسفر- مولیبدوفسفات کاهیده- روش فتومتری»

رئیس:

میکائیل، رضا
(دکتری مهندسی معدن)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت‌علمی دانشگاه صنعتی ارومیه

دبیر:

خانابائی، حمید رضا
(کارشناسی ارشد فرآوری مواد معدنی)

مدیرعامل شرکت دقیق سنگ آزما

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بکائی، فروغ
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

مدیر فنی شرکت چسب و رزین قم

تولائی، علیرضا
(کارشناسی شیمی)

مدیر کنترل کیفیت شرکت چسب و رزین قم

تولائی، مهدی
(کارشناسی ارشد مدیریت)

کارشناس اداره کل استاندارد استان قم

خانابائی، امیرحسین
(کارشناسی مهندسی عمران)

کارشناس شرکت دقیق سنگ آزما

خلج، فاطمه
(کارشناسی ارشد زمین‌شناسی اقتصادی)

مدرس دانشگاه پیام نور مرکز قم

سید حسینی، رسول
(کارشناسی زمین‌شناسی)

رئیس سازمان نظام مهندسی معدن استان قم

عبدیان، محمودرضا
(کارشناسی ارشد فرآوری مواد معدنی)

مدیر فنی شرکت دقیق سنگ آزما

قمی، محمد
(دکتری مهندسی معدن)

مدیر آزمایشگاه‌های گروه مهندسی معدن دانشگاه صنعتی اراک

کاظم‌زاده، محمدنقی
(کارشناسی مهندسی معدن)

رئیس اداره معادن سازمان صنعت، معدن و تجارت استان قم

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارگراضی، مریم
(فوق دکتری شیمی معدنی)

ندری، روح الله
(دکتری زمین‌شناسی)

ویراستار:

تولائی، مهدی
(کارشناسی ارشد مدیریت)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت‌علمی دانشگاه آزاد اسلامی تهران شمال

عضو هیئت‌علمی دانشگاه پیام نور مرکز قم

کارشناس اداره کل استاندارد استان قم

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ واکنش‌گرها
۳	۶ وسایل
۵	۷ آماده‌سازی نمونه
۵	۸ روش اجرای آزمون
۹	۹ بیان نتایج
۹	۱۰ دقت روش

پیش‌گفتار

استاندارد «سوخت‌های معدنی جامد-تعیین مقدار فسفر- مولییدو فسفات کاهیده-روش فتومتر» که نخستین بار در سال ۱۳۸۹ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون-های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در سید و پانزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد معدن و مواد معدنی مورخ ۱۳۹۷/۰۱/۲۸ تصویب شد. اینک این استاندارد 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 می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۷۷۷: سال ۱۳۸۹ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای مزبور است:

ISO 622: 2016, Solid mineral fuels – Determination of phosphorus content – Reduced molybdophosphate photometric method

سوخت‌های معدنی جامد- تعیین مقدار فسفر- مولیبدوفسفات کاهیده- روش فتومتری

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارائه روش فتومتری مولیبدوفسفات کاهیده به منظور اندازه‌گیری مقدار کل فسفر موجود در زغال‌سنگ سخت، لیگنیت و زغال کک می‌باشد. برای این که فسفر به درون محلول وارد شود دو روش ارائه شده است که عبارت‌اند از حذف ماده کربن دار با استخراج از زغال‌سنگ یا خاکستر زغال کک توسط اسید و اکسایش مکرر زغال‌سنگ یا زغال کک توسط اسید.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 383, Laboratory glassware - Interchangeable conical ground joints

2-2 ISO 565, Test sieves - Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet - Nominal sizes of openings

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۵: سال ۱۳۸۲، الک‌های آزمون- تور فلزی، صفحه فلزی مشبک ورق الکتروفرمی- اندازه اسمی چشمه‌ها، با استفاده از استاندارد ISO 565:1990 تدوین شده است.

2-3 ISO 1171, Solid mineral fuels - Determination of ash

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۳۷۷: سال ۱۳۸۹، سوخت‌های معدنی جامد - تعیین خاکستر، با استفاده از استاندارد ISO 1171:2010 تدوین شده است.

2-4 ISO 18283, Hard coal and coke - Manual sampling

۳ اصطلاحات و تعاریف

هیچ اصطلاحات و تعاریفی در این استاندارد تعریف نشده است. می توان برای دریافت اصطلاحات و تعاریف به پایگاه های داده اصطلاحات مورداستفاده در استانداردسازی مراجعه نمود.

۴ اصول آزمون

۱-۴ استخراج

روش اول: مواد کربن دار به وسیله خاکستر شدن درون کوره مافل^۱ تحت شرایط مشخص خارج شده و استخراج فسفر با سولفوریک اسید و هیدروفلوئوریک اسید انجام می شود.

روش دوم: مواد کربن دار با اکسایش مکرر توسط نیتریک اسید در حضور سولفوریک اسید خارج می شود.

۲-۴ تعیین

آمونیم مولیدات و محلول آسکوربیک اسید را به محلول اسیدی اضافه کنید. جذب محلول آبی رنگ حاصل را با دستگاه نوری مناسب تعیین کنید.

۵ واکنشگرها

در طی آزمون، فقط از واکنشگرهای شناخته شده با خلوص تجزیه ای و فقط آب مقطر یا آب با خلوص معادل آب مقطر را استفاده کنید.

۱-۵ هیدروفلوئوریک اسید، محلول تقریباً ۴۰۰g/l.

هشدار- هیدروفلوئوریک اسید آبدار، مایع با قدرت خوردگی زیاد است که با شیشه واکنش می دهد، بخار آن سوزش آور و سمی است. اثر این ماده بر روی پوست و چشم ها شدیداً خورنده است و موجب سوختگی های شدید و دردناک می شود که ممکن است بلافاصله آشکار نشود و درمان آن به آهستگی صورت پذیرد. بهتر است استفاده از محلول فقط زیر هود با تهویه مناسب انجام شود. در صورت تماس اتفاقی یا مشکوک، با آب فراوان بشویید و بلافاصله مراقبت های درمانی را پیگیری کنید. توصیه می شود سازندگان اطلاعات بیشتری از محصول را در اختیار قرار دهند.

1- Muffle furnace

۲-۵ سولفوریک اسید، محلول تقریباً ۴۹۰ g/l.

۳-۵ سولفوریک اسید غلیظ، (با جرم حجمی ۱/۸۴ g/ml)، محلول با نسبت جرمی تقریباً ۰.۹۸٪.

۴-۵ نیتریک اسید غلیظ، (با جرم حجمی ۱/۴۲ g/ml)، محلول با نسبت جرمی تقریباً ۰.۷۰٪.

۵-۵ آمونیوم مولیبدات، محلول ۶۰ g/l.

۶-۵ آسکوربیک اسید، محلول ۵۰ g/l.

محلول تازه را به صورت روزانه تهیه کنید.

۷-۵ آنتیموان پتاسیم تارتارات ($\text{KSbO.C}_4\text{H}_4\text{O}_6$)، محلول ۱/۳۶ g/l.

۸-۵ محلول واکنشگر

۲۵ ml محلول سولفوریک اسید (زیربند ۲-۵)، ۱۰ ml محلول آمونیوم مولیبدات (زیربند ۵-۵)، ۱۰ ml محلول آسکوربیک اسید (زیربند ۶-۵) و ۵ ml محلول آنتیموان پتاسیم تارتارات (زیربند ۷-۵) را مخلوط کنید. محلول تازه را بلافاصله قبل از استفاده تهیه کنید.

۹-۵ فسفر، محلول استاندارد هم‌ارز ۰/۱۰۰ g فسفر در لیتر.

۰/۴۳۹۲ g پتاسیم دی هیدروژن منو فسفات (KH_2PO_4) (که در دمای $110 \pm C$ به مدت یک ساعت خشک شده) را با تقریب ۰/۱۰۰۰۱ g وزن کرده و در آب حل کنید. محلول را به صورت کامل به بالون حجم‌سنجی تک نشانه ۱۰۰۰ ml منتقل کنید، سپس تا خط نشانه محلول را رقیق و به حجم برسانید و به هم بزنید. ۱ ml از این محلول استاندارد حاوی ۰/۱۰۰ mg فسفر است.

۱۰-۵ فسفر، محلول استاندارد هم‌ارز یک mg فسفر بر لیتر.

۱۰ ml از محلول استاندارد فسفر (زیربند ۹-۵) را به بالن حجم‌سنجی تک نشانه ۱۰۰۰ ml منتقل کنید، تا خط نشانه محلول را رقیق کرده و به حجم برسانید و به هم بزنید. محلول تازه را بلافاصله قبل از استفاده تهیه کنید. ۱ ml از این محلول استاندارد حاوی ۱ μg فسفر است.

۶ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاهی و وسایل زیر را استفاده کنید:

۱-۶ کوره مافل، مطابق استاندارد ISO 1171.

۲-۶ بشقاب، از جنس سیلیس، چینی یا پلاتین، مطابق با الزامات استاندارد ISO 1171.

۳-۶ صفحه عایق، از جنس سیلیس، با ضخامت ۶ mm یا معادل آن با اندازه‌ای که به‌آسانی درون کوره مافل حرکت کند (به زیربند ۱-۶ مراجعه شود).

۴-۶ بوتله پلاتین^۱، به ظرفیت ۲۵ ml تا ۳۰ ml با درپوش.

۵-۶ حمام هوای داغ

۶-۶ وسایل هضم^۲ (به شکل ۱ مراجعه شود)، که از شیشه‌ی بروسیلیکات ساخته‌شده و شامل قسمت‌های زیر است:

۱-۶-۶ بالن، بالن کج‌دال^۳، با ظرفیت ۳۰۰ ml که مجهز به یک اتصال شیشه‌ای سمباده‌ای (با اندازه $\frac{24}{29}$) بر اساس استاندارد ISO 383 می‌باشد.

۲-۶-۶ مجرای دود، با قطر خارجی تقریباً ۲۸ mm که مجهز به قیف چکاننده با ظرفیت حداقل ۱۵ ml و یک اتصال مخروطی شیشه‌ای سمباده‌ای (با اندازه $\frac{24}{29}$) بر اساس استاندارد ISO 383 می‌باشد. مجرای دود ممکن است یک‌تکه باشد یا از اتصال قطعات مجزا توسط اتصالات شیشه‌ای سمباده‌ای تشکیل شده باشد.

۳-۶-۶ خارج کننده دود^۴، شامل یک لوله شیشه‌ای با قطر تقریباً ۴۰ mm است که یک انتهای آن بسته‌شده و انتهای دیگر آن جهت اتصال به پمپ آب امتدادیافته است. این لوله مجهز به شیر تخلیه و مجموعه‌ای از سوراخ‌های لبه‌دار برای جا دادن چندین کانال دود می‌باشد.

۷-۶ اسپکتروفتومتر، یا جذب سنج فتوالکتریکی، با حساسیت موردنیاز.

1- Platinum crucible
2- Digestion apparatus
3- Kjeldahl flask
4- Fume extractor

۷ آماده‌سازی نمونه

نمونه زغال‌سنگ یا زغال کک باید نمونه آزمونی باشد که از الک آزمایشگاهی $212 \mu\text{m}$ مطابق الزامات استاندارد ISO 565، عبور کرده و طبق استاندارد ISO18283 نمونه‌برداری و آماده‌سازی شده باشد. نمونه باید بلافاصله قبل از اندازه‌گیری به‌طور کامل مخلوط شود. بهتر است این عمل به‌وسیله دستگاه مکانیکی انجام شود.

۸ روش اجرای آزمون

۸-۱ روش اکسایش خشک

۸-۱-۱ درصد خاکستر موجود در زغال‌سنگ یا زغال کک را به‌گونه‌ای که در استاندارد ISO 1171 مشخص شده اندازه‌گیری کنید. خاکستر را درون هاونی از جنس عقیق^۱ نرم کنید به صورتی که از الک $63 \mu\text{m}$ مطابق با استاندارد ISO 565 عبور کند.

۸-۱-۲ در حدود 0.05 g از خاکستر را درون بوته پلاتینی (زیربند ۴-۶) با درستی 0.1 mg وزن کنید.

۸-۱-۳ 210 ml محلول سولفوریک اسید (زیربند ۵-۲) و در حدود 210 ml محلول هیدروفلوئوریک اسید (زیربند ۵-۱) را به بوته اضافه کنید. درپوش را روی بوته گذاشته و عمل هضم را روی حمام آب جوش به مدت 30 min زیر هود با تهویه مناسب انجام دهید. درپوش را برداشته و بشویید و محلول شستشو را درون بوته جمع کنید. اجازه دهید محلول، روی حمام آب تبخیر شود تا بیشتر هیدروفلوئوریک اسید و آب خارج شوند.

۸-۱-۴ بوته را به حمام هوای داغ (زیربند ۶-۵) منتقل کنید، تا زمانی که دوده‌های سفید غلیظ سولفوریک اسید به مدت چند دقیقه خارج شوند، تبخیر را ادامه دهید. بعد از خنک شدن، 0.5 ml از محلول سولفوریک اسید (زیربند ۵-۲) را به آن اضافه کنید و مجدداً به مدت چند دقیقه حرارت دهید و اجازه دهید محلول سرد شود.

یادآوری - ضروری است که محتویات بوته در هر مرحله کاملاً تبخیر نشده و خشک نشود.

1- Agate mortar

۵-۱-۸ از آنجایی که تمام مواد استخراج شده باید به صورت محلول باشند، در حدود ۲۰ ml آب به بوتله اضافه کنید و عمل هضم را روی حمام آب به مدت ۳۰ min انجام دهید. اجازه دهید سرد شود، محلول را به یک بالن حجم‌سنجی تک نشانه ۱۰۰ ml منتقل کرده و با آب مقطر رقیق کرده، به حجم برسانید (محلول الف). اگر نمونه دارای مقدار زیادی آرسنیک باشد می‌تواند در نتایج خطا ایجاد کند و بهتر است از قبل اندازه‌گیری فسفر، محلول کاهیده شود.

۶-۱-۸ محلول پوچ^۱ را دقیقاً مانند مراحل زیربند ۸-۱ اما با حذف خاکستر زغال سنگ یا زغال کک تهیه کنید.

۲-۸ روش اکسایش تر

۱-۲-۸ در حدود ۱ g نمونه زغال سنگ یا زغال کک را با درستی ۱ mg وزن کنید.

۲-۲-۸ آزمون (زیربند ۸-۲-۱) را به بالن کج‌دال (زیربند ۶-۶-۱) خشک و تمیز منتقل کنید. دستگاه (زیربند ۶-۶) را همان‌طور که در شکل ۱ نشان داده شده، زیر هود با تهویه مناسب سوار کنید. ۷ ml سولفوریک اسید (زیربند ۵-۳) و ۳/۵ ml نیتریک اسید (زیربند ۵-۴) را به وسیله قیف چکاننده اضافه کنید و بالن را بچرخانید، به طوری که هر نمونه باقی مانده در گردن بالن رو به پایین شسته شود.

۳-۲-۸ پس از فروکش کردن واکنش اولیه، به دقت بالن را حرارت دهید، به طوری که ادامه واکنش به آرامی و بدون ایجاد کف انجام شود. حرارت دادن بالن را تحت شرایط مشابه تا زمانی که فقط دود سولفوریک اسید خارج شود، ادامه دهید. ۰/۲ ml تا ۰/۴ ml نیتریک اسید (زیربند ۵-۴) را به قیف چکاننده اضافه کنید و قطره‌قطره اسید را به بالن بیفزایید.

یادآوری - در صورتی که با افزایش مخلوط اسید کف شدید ایجاد شد، یک پارچه مرطوب در دهانه بالا بگذارید و با فروکش کردن کف، آن را به طور متناوب حرارت دهید.

۴-۲-۸ به مدت ۲ min تا ۳ min حرارت دهید تا زمانی که دیگر دود قهوه‌ای غلیظ خارج نشود. افزودن نیتریک اسید و حرارت دادن آن را تکرار کنید و به‌طور متناوب بالن را بچرخانید تا هر ماده کربن داری که به کناره‌های بالن چسبیده، شسته شده و وارد محلول شود، تا زمانی که همه مواد کربن دار قابل‌رویت، اکسیدشده و محلول، زرد متمایل به سبز کم‌رنگ شود این کار را ادامه دهید. در موارد استثناء این عملیات ممکن است در بعضی نمونه‌های زغال کک یک ساعت و نیم تا دو ساعت یا حتی بیشتر طول بکشد.

یادآوری- در ۱۵ min حرارت دادن اولیه نمونه زغال‌سنگ، مخلوط واکنش، حالت قیر مانند دارد و سپس از رنگ سیاه به قهوه‌ای مایل به سرخ تیره تا کهربایی و سرانجام زرد متمایل به سبز کم‌رنگ تغییر می‌کند. اگر بعد از ۴۵ min حرارت دادن، مایع هنوز سیاه بماند، می‌تواند یکی از دو علت زیر باشد:

الف- دمای خیلی پایینی به‌کاربرده شده و نیتریک اسید با نمونه واکنش نداده است؛ دما را بالا ببرید تا نیتریک اسید اضافی تقطیر شود، اکسایش عادی را به شکل شرح داده‌شده ادامه دهید.

ب- دمای خیلی بالایی به‌کاربرده شده، نیتریک اسید بدون واکنش دادن تقطیرشده است؛ محلول را سرد کرده، نیتریک اسید بیشتری افزوده و مخلوط را همان‌طور که شرح داده‌شده، حرارت دهید.

۵-۲-۸ بالن را با شدت بیشتری حرارت دهید تا دوده‌های سفیدرنگ ظاهر شوند و اجازه دهید به مدت ۵ min دود کند. بالن را تقریباً تا دمای اتاق سرد کنید، قیف چکاننده و مجرای دود سوار شده را جدا کنید و تعدادی مهره شیشه‌ای^۱ به محتویات بالن اضافه کنید.

یادآوری- اگر رنگ از کهربایی به قرمز تیره تبدیل شد، مجدداً ۲۰ ml تا ۴۰ ml نیتریک اسید اضافه کنید، حرارت دهید تا دود ایجاد شود و اجازه دهید به مدت ۵ min دود کند.

۶-۲-۸ ۱۰ ml آب را با احتیاط اضافه کنید، حرارت دادن را تا زمانی که دوده‌های سفید ظاهر شوند ادامه دهید و سپس اجازه دهید به مدت ۱۰ min به‌آرامی دود کند. بالن را سرد کنید تا تولید دوده‌های سفید متوقف شود، ۰/۲ ml نیتریک اسید اضافه کنید، بالن را دوباره حرارت دهید و اجازه دهید بیشتر از ۱۰ min دود کند.

۷-۲-۸ برای اطمینان از کامل شدن اکسیداسیون، بالن را تقریباً تا دمای اتاق سرد کرده و به همان روش بیان‌شده در زیربند ۵-۲-۸ را تکرار کنید.

۸-۲-۸ بالن را تقریباً تا دمای اتاق سرد کنید، ۱۰ ml آب اضافه کرده، حرارت دهید تا دود ایجاد شود و اجازه دهید به مدت ۲۰ min دود کند. مجدداً ۱۰ ml دیگر آب اضافه کنید، حرارت دهید تا دود ایجاد شود، اجازه دهید به مدت ۱۰ min دود کنند و سرد شود.

۹-۲-۸ از آنجایی که تمام مواد استفاده شده باید به صورت محلول باشند، ۲۰ ml دیگر آب به بالن اضافه کنید و عمل هضم را روی حمام آب به مدت ۳۰ min انجام دهید. محلول را با عبور از یک کاغذ صافی سخت شده و شسته شده با اسید، صاف کنید، اجازه دهید سرد شود، مایع صاف شده را به یک بالن حجم سنجی تک نشانه با ظرفیت ۱۰۰ ml منتقل کرده و با آب رقیق کنید و تا خط نشانه به حجم برسانید (محلول ب) (به یادآوری زیربند ۸-۱-۵ مراجعه شود)

۱۰-۲-۸ محلول پوچ را دقیقاً مانند مراحل زیربند ۸-۲ اما با حذف نمونه زغال سنگ یا زغال کک تهیه کنید.

۸-۳ اندازه گیری

۱-۳-۸ ۱۰ ml از محلول الف یا ب را به عنوان محلول مناسب (زیربند ۸-۱-۵ یا زیربند ۸-۲-۹) مقدار برداشته شده بر اساس مقدار فسفر نمونه ممکن است متغیر باشد)، ۱۰ ml محلول پوچ (زیربند ۸-۱-۶ یا زیربند ۸-۲-۱۰ هر کدام که مناسب است) و ۱۰ ml از محلول استاندارد (زیربند ۵-۱۰) را به طور جداگانه توسط پیپت به بالن های حجم سنجی تک نشانه با ظرفیت ۵۰ ml اضافه کنید. بالن چهارم ۵۰ ml برای پوچ واکنشگر نیاز است. برای نمونه هایی که حاوی تا ۳۰ µg فسفر هستند، منحنی واسنجی خطی است. برای زغال سنگ یا زغال کک هایی که حاوی مقادیر زیادی فسفر هستند، ممکن است لازم باشد مقدار کمتری از محلول برداشته شود.

۲-۳-۸ ۵ ml محلول واکنشگر (زیربند ۵-۸) را توسط پیپت درون هر بالن اضافه کنید، حین افزودن محتویات بالن را بچرخانید، با آب رقیق کرده و تا خط نشانه به حجم برسانید و کاملاً مخلوط کنید. اجازه دهید محلول به مدت ۲۰ min بماند.

۳-۳-۸ جذب محلول ها را نسبت به آب با دستگاه اسپکتروفتومتر (زیربند ۶-۷) با استفاده از سلول های ۴۰ میلی متری در طول موج ۷۱۰ nm یا با دستگاه جذب سنج فتوالکتریک که مجهز به پالایه^۱ مناسب، اندازه گیری کنید.

۹ بیان نتایج

۹-۱ روش محاسبه و رابطه‌ها

درصد فسفر (P) در نمونه آزمون را با استفاده از رابطه‌های (۱) و (۲) محاسبه کنید.

۹-۱-۱ روش اکسایش خشک (به زیربند ۷-۱ مراجعه شود)

$$(1) \quad \frac{A \times (D_1 - D_2)}{1000 \times V \times m \times (D_3 - D_4)}$$

که در آن:

- A درصد خاکستر در نمونه آزمون؛
- B جرم خاکستر برداشته شده بر حسب g؛
- V حجم نمونه محلول برداشته شده برای ایجاد رنگ بر حسب mm؛
- D₁ جذب محلول نمونه؛
- D₂ جذب محلول پوچ نمونه؛
- D₃ جذب محلول فسفر استاندارد (زیربند ۵-۱۰)؛
- D₄ جذب محلول پوچ واکنشگر است.

۹-۱-۲ روش اکسایش تر (به زیربند ۸-۲ مراجعه شود):

$$(2) \quad \frac{D_1 - D_2}{10 \times V \times m \times (D_3 - D_4)}$$

که در آن:

- m جرم نمونه بر حسب g؛
 - V، D₁، D₂، D₃ و D₄ مشابه تعاریف زیربند ۹-۱-۱ می‌باشد.
- ترجیحاً نتایج به صورت میانگین دو اندازه‌گیری با دقت % ۰٫۰۰۱ گزارش شود.

۱۰ دقت روش

۱۰-۱ تکرارپذیری

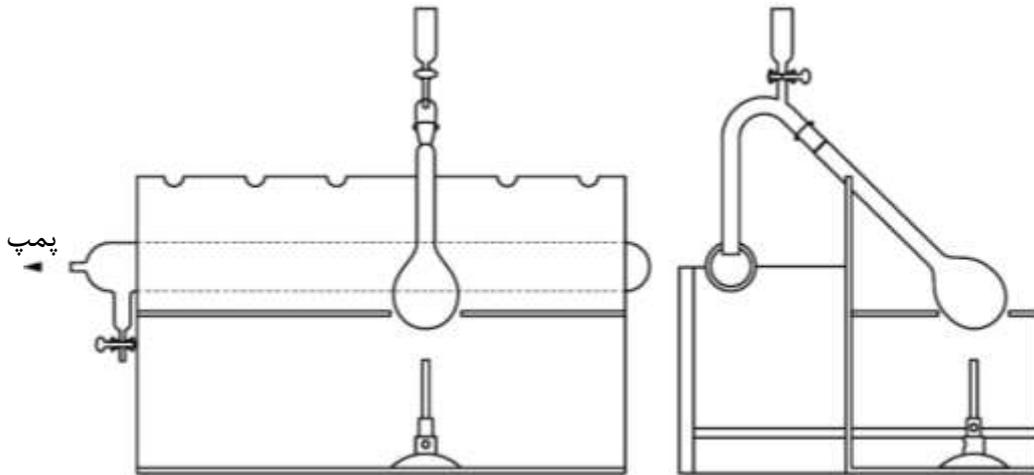
در صورتی که نتایج دو اندازه‌گیری، در زمان‌های متفاوت در یک آزمایشگاه به وسیله یک آزمایشگر با یک دستگاه روی دو جزء نماینده برداشته شده از یک نمونه (به بند ۷ مراجعه شود) انجام شود، نباید اختلافی بیشتر از مقادیر داده شده در جدول ۱ داشته باشد.

۲-۱۰ تجدیدپذیری

میانگین‌های نتایج دو اندازه‌گیری به‌دست آمده در دو آزمایشگاه متفاوت روی جزءهای نماینده برداشته‌شده از یک نمونه (به بند ۷ مراجعه شود) نباید اختلافی بیشتر از مقادیر داده‌شده در جدول ۱ داشته باشد.

جدول ۱- تجدیدپذیری و تکرارپذیری

تجدیدپذیری	تکرارپذیری	فسفر موجود در زغال سنگ یا کک (نسبت جرمی)
۰٫۰۰۵ مطلق ۲۵٪ میانگین نتایج	۰٫۰۰۲ مطلق ۱۰٪ میانگین نتایج	کمتر از ۰٫۰۲ برابر یا بیشتر از ۰٫۰۲



شکل ۱- دستگاه اکسایش تر نمونه