

۵ روش C – روش مانومتری

۵.۱ اصل روش

بخشی از آزمون تا دمای مشخص شده، در یک محفظه بسته و تحت خلأ، گرم می شود؛ بدین ترتیب تبخیر کامل آب تضمین می گردد. افزایش فشار حاصل، که با مقدار آب متناسب است، اندازه گیری می شود. مقدار آب موجود در نمونه با استفاده از ضریب کالیبراسیون محاسبه می شود. ضریب کالیبراسیون با تعیین مقدار آب ازدست رفته از یک هیدرات با مقدار آب معلوم، که تحت همان شرایط بخش آزمون قرار گرفته است، به دست می آید.

۵.۲ معرف

۵.۲.۱ مولیدات سدیم دی هیدرات ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) با گرید تحلیلی معتبر.

همچنین می توان از هیدرات های دیگری که تحت شرایط آزمون آب تبلور خود را از دست می دهند، برای مثال باریم کلرید دی هیدرات ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)، استفاده کرد.

۵.۳ دستگاه

دستگاه های معمول آزمایشگاهی و موارد زیر:

۵.۳.۱ دستگاه اندازه گیری فشار: دستگاهی که به صورت شماتیک در شکل ۳ نشان داده شده است، توصیه می شود.

دستگاه نشان داده شده یک سیستم تمام شیشه ای با اتصالات کاملاً آب بندی شده در برابر خلأ است که ترجیحاً به صورت اتصالاتی کروی ساخته می شود. بالن های A و B به ترتیب دارای حجم های $(0,05 \pm 0,5)$ l و حداقل 1 هستند. بالن ها به لوله ای (C) متصل اند که در یک انتها به فشارسنج خلأ بالا (D) و در انتهای دیگر به رابط لوله نمونه مجهز به شیر قطع و وصل (E) متصل می شود. لوله C دارای یک اتصال به پمپ خلأ (N) مجهز به شیر قطع و وصل (F) است و برای جدا کردن بالن ها به شیر قطع و وصل (G) مجهز شده است. در دو طرف شیر قطع و وصل G، لوله از طریق سرهای ضد پاشش (H) و شیرهای یک طرفه (K) به مانومتر روغنی ل شکل (L) متصل می شود؛ طول بازوهای مانومتر حداقل 350 mm است. لوله نمونه (M) باید از شیشه مقاوم به حرارت ساخته شود. حجم لوله های نمونه در یک مجموعه نباید بیش از 5 ml با یکدیگر اختلاف داشته باشد.

استفاده از دستگاهی با طراحی متفاوت مجاز است، مشروط بر اینکه الزامات تکرارپذیری ذکر شده در ۵.۵.۴.۶ برآورده شوند. یادداشت: روغن سیلیکون برای پر کردن مانومتر مناسب است.

۵.۳.۲ وسیله گرمایش، مناسب برای گرم کردن لوله نمونه تا دمای مشخص شده، مانند آون الکتریکی. چیدمان تجهیزات ترجیحاً باید به گونه ای باشد که نصب و خارج کردن وسیله گرمایش به سادگی انجام شود.

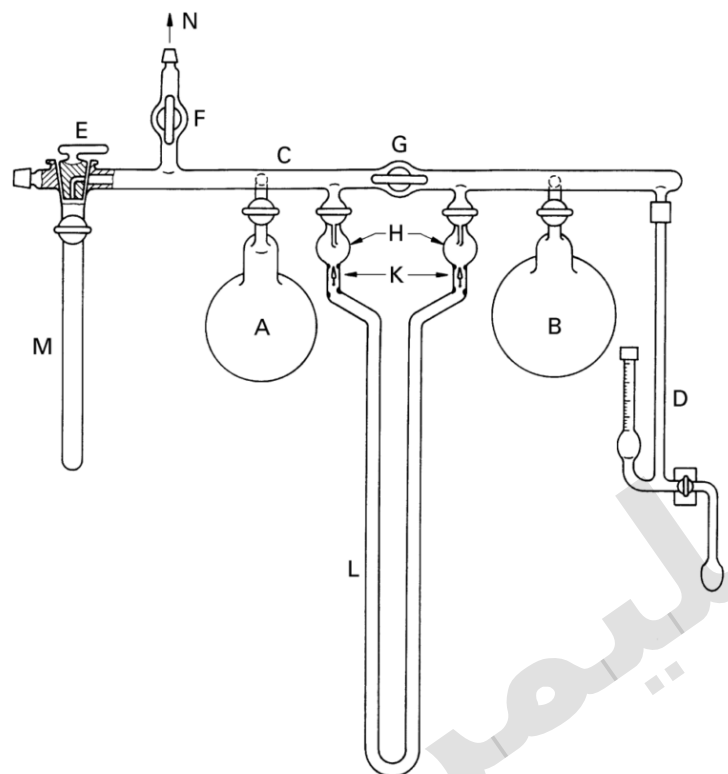
۵.۴ آماده سازی نمونه

۵.۴.۱ گرانول‌ها

یک ظرف از پیش خشک شده را به سرعت با نمونه ای نماینده از ماده آزمون پر کنید و برای به حداقل رساندن جذب رطوبت از اتمسفر، بلافاصله آن را ببندید.

۵.۴.۲ قطعات نهایی

نمونه را به قطعاتی با ابعاد چند میلی متر برش دهید یا اره کنید. برای به حداقل رساندن جذب رطوبت، کار را به سرعت انجام دهید. نمونه را مطابق ۵.۴.۱ نگهداری کنید.



Key

A	bulb, volume (0.5 ± 0.05) l	E, F, G	stopcocks	M	sample tube
B	bulb, volume ≥ 1 l	H	splash heads	N	to vacuum pump
C	connecting tube	K	check valves		
D	high-vacuum gauge	L	oil manometer		

Figure 3 — Apparatus for the determination of water content using method C (manometric)

۵.۵ روش اجرا

۵.۵.۱ اقدامات احتیاطی

با توجه به مقدار کم آب اندازه‌گیری‌شده، باید همواره نهایت دقت به‌کار گرفته شود تا از آلوده شدن نمونه با آب موجود در ظرف نمونه، اتمسفر یا تجهیزات انتقال جلوگیری شود.

نمونه‌های رزین جاذب رطوبت باید از اتمسفر محافظت شوند.

۵.۵.۲ آماده‌سازی بخش‌های آزمون

دو اندازه‌گیری انجام دهید. جرم بخش آزمون را به‌گونه‌ای انتخاب کنید که اختلاف فشاری حداقل 50 mm حاصل شود. اگر حجم بالن‌های A و B به‌ترتیب $(0,05 \pm 0,5)$ و حداقل 1 باشد، می‌توان از جرم توصیه‌شده بخش آزمون در جدول ۲ استفاده کرد.

Table 2 — Test portion

Expected water content, w % by mass	Mass of test portion, m g
$w > 1$	$0,5 > m \geq 0,2$
$1 \geq w > 0,5$	$1 > m \geq 0,5$
$0,5 \geq w > 0,2$	$2,5 > m \geq 1$
$0,2 \geq w > 0,1$	$5 > m \geq 2,5$
$0,1 \geq w$	$m \geq 5$

۵.۵.۳ بررسی نشتی

دستگاه را به‌صورت زیر از نظر نشتی بررسی کنید: یک لوله نمونه خشک و خالی را که در طول بررسی نیازی به گرم شدن ندارد، به دستگاه متصل کنید. شیرهای قطع‌ووصل E، F و G را باز کنید.

سیستم را تا فشار کمتر از Pa 100 تخلیه کنید و شیرهای قطع و وصل F و G را ببندید. پس از 1 h بررسی کنید که فشار همچنان کمتر از Pa 100 باشد و اختلاف فشار نشان داده شده توسط مانومتر کمتر از 2 mm روغن باشد. اگر این الزامات برآورده نشدند، نشستی‌ها را بررسی کرده و آزمون را تکرار کنید. بررسی‌ها را هر قدر لازم است انجام دهید تا از هوابندی دستگاه در طول اندازه‌گیری‌ها اطمینان حاصل شود. یادداشت: هنگام تعویض روغن مانومتر، ممکن است لازم باشد دستگاه را برای چند ساعت تحت خلأ قرار دهید تا هرگونه آلودگی از روغن جدید خارج شود. ۵.۵.۴ اندازه‌گیری

۵.۵.۴.۱ بخش آزمون (مطابق جدول ۲) را به سرعت با دقت 1 mg وزن کرده و درون یک لوله نمونه خشک قرار دهید و لوله را به دستگاه متصل کنید. شیرهای قطع و وصل E و G را باز کنید. شیر قطع و وصل F را بچرخانید تا سیستم به پمپ خلأ متصل شود و فشارسنج خلأ (D) را باز کنید. سیستم را تا فشار کمتر از Pa 100 تخلیه کنید. شیر قطع و وصل F را بچرخانید تا دستگاه از پمپ خلأ جدا شود. شیر قطع و وصل G را ببندید. ۵.۵.۴.۲ وسیله گرمایشی را که قبلاً تا دمای مشخص شده در استاندارد مربوط به ماده گرم شده است، (با این حال، ۵.۵.۴.۳ را نیز ببینید) در اطراف لوله نمونه قرار دهید و لوله را به مدت 50 min در این دما گرم کنید، یا تا زمانی که اختلاف فشار نشان داده شده توسط مانومتر روغنی، طی 5 min در محدوده 1 mm ثابت بماند (با این حال، ۵.۵.۴.۴ را نیز ببینید). ۵.۵.۴.۳ در روش مانومتری، اغلب از دمای $(5 \pm 200)^\circ\text{C}$ استفاده می‌شود. با این حال، دمای 200°C ممکن است برای برخی مواد چگالشی بیش از حد بالا باشد. اگر دما خیلی پایین باشد، تمام آب موجود در ماده مورد آزمون تبخیر نمی‌شود، درحالی‌که دماهای بیش از حد بالا به دلیل عواملی مانند تخریب و واکنش‌های چگالش موجب تولید آب می‌شوند.

توصیه می‌شود دمای گرمایش با توجه به ماده مورد آزمون، تجهیزات مورد استفاده و شرایط عملی، با استفاده از روش شرح داده شده در پیوست A بهینه‌سازی شود. ۵.۵.۴.۴ برای نمونه‌های ناشناخته، نمی‌توان رطوبت زیاد را منتفی دانست. بنابراین، در 10 min نخست آزمون، مانومتر را به طور مداوم مشاهده کنید و اگر فشار بیش از حد بالا رفت، شیر قطع و وصل G را باز کرده و آزمون را با بخش آزمون کوچک‌تری تکرار کنید. ۵.۵.۴.۵ پس از 50 min، یا هنگامی که اختلاف فشار ثابت می‌ماند، اختلاف فشار را با دقت نزدیک‌ترین میلی‌متر بخوانید. گرم کردن لوله نمونه را متوقف کنید، شیر قطع و وصل G را باز کنید و با چرخاندن شیر قطع و وصل E، خلأ موجود در لوله نمونه را از بین ببرید. اجازه دهید لوله نمونه خنک شود و محتویات آن را با دقت 1 mg وزن کنید. ۵.۵.۴.۶ اگر نتایج دو اندازه‌گیری بیش از 0,005 % جرمی با یکدیگر اختلاف داشته باشند، نشستی‌ها را بررسی کنید (۵.۵.۳ را ببینید) و دو اندازه‌گیری دیگر

انجام دهید.

۵.۵.۵ کالیبراسیون

حداقل پنج بخش آزمون از مولیبدات سدیم دی‌هیدرات را، هرکدام به جرم تقریبی 30 mg تا 40 mg، وزن کرده و در لوله‌های نمونه تمیز و خشک قرار دهید.

روش مشخص‌شده در ۵.۵.۴.۲ تا ۵.۵.۴.۵ را برای هر بخش از مولیبدات سدیم دی‌هیدرات انجام دهید. مدت گرمایش را می‌توان از 50 min به 15 min کاهش داد.

ضریب کالیبراسیون f ، متناظر با جرم آب برحسب گرم که برای ایجاد اختلاف فشار 1 mm روغن لازم است، با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$f = \frac{m_{\text{ref}} \times w_{\text{ref}}}{\Delta p}$$

where

m_{ref} is the mass, in grams, of the test portion of sodium molybdate dihydrate;

w_{ref} is the water content, in grams per gram, of the sodium molybdate dihydrate;

Δp is the pressure difference, in millimetres of oil, indicated by the manometer.

اگر برای کالیبراسیون از هیدراتی غیر از مولیبدات سدیم دی‌هیدرات استفاده می‌شود، جرم بخش‌های آزمون و مقدار w را متناسب با آن اصلاح کنید. ضریب f را به صورت میانگین مقادیر به‌دست‌آمده از بخش‌های آزمون مختلف محاسبه کنید. در این محاسبه، نتایجی را که بیش از 5 % با میانگین سایر نتایج اختلاف دارند، نادیده بگیرید.

هنگام استفاده از محموله جدید مولیبدات سدیم دی‌هیدرات، مقدار آب آن را بررسی کنید؛ ابتدا یک بخش آزمون را وزن کنید، سپس آن را به مدت 1 h در دمای 200 °C خشک کرده و در نهایت دوباره وزن کنید.

برای کالیبراسیون از آب به صورت خالص استفاده نکنید، زیرا مقدار مورد نیاز آن برای وزن کردن با دقت کافی بسیار کم است.

۵.۶ بیان نتایج

مقدار آب w ، که به صورت درصد جرمی بیان می شود، از فرمول زیر به دست می آید.

$$w = \frac{f \times \Delta p}{m} \times 100$$

where

f is the calibration factor, determined as described in 5.5.5;

Δp is the pressure difference, in millimetres of oil, indicated by the manometer;

m is the mass, in grams, of the test portion.