



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱-۱۳۲۴۱

چاپ اول

ISIRI

13241-1

1st. Edition

دیرگذازها - تجزیه شیمیایی فراورده‌های
دیرگذاز و مواد خام حاوی سیلیسیم کارباید -
قسمت ۱: اطلاعات کلی و آماده‌سازی نمونه

**Refractories -The chemical analysis of
silicon-carbide-containing raw materials
and refractory products —Part 1:
General information and sample
preparation**

ICS:81.080

به نام خدا

آشنایی با سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان 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* صاحب نظران 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 ذی نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی 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 و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان استاندارد تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن‌را اجباری نماید. 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 (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان استاندارد این گونه 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 (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

* سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

1- International organization for Standardization

2- International Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« دیرگذاها - تجزیه شیمیایی فراورده‌های دیرگذاز و مواد خام حاوی سیلیسیم کارباید - قسمت ۱: اطلاعات کلی و آماده‌سازی نمونه »

رئیس:

کاظمی، شهاب
(دکتری مهندسی مواد)

دبیران:

احمدی، حاجی رضا
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)
حقیقی، نعمت الله
(کارشناسی ارشد زمین شناسی)

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

شرقی، عبدالعلی
(دکتری عمران)

عباسی زرگله، محمد حسین
(کارشناسی مواد - سرامیک)

فتوحی، محمود
(کارشناسی مهندسی مواد - سرامیک)

قادر، مجتبی
(کارشناسی مهندسی مواد - سرامیک)

محمدی، رضا
(کارشناسی ارشد زمین شناسی)

سمت و / یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه بوعلی سینا همدان

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان همدان

مدرس دانشگاه پیام نور استان همدان مرکز بهار

سازمان نظام مهندسی معدن استان همدان

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان همدان

هیئت علمی دانشگاه شهید بهشتی

کارشناس اداره کل نظارت بر اجرای استاندارد سازمان
استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شرکت فراورده‌های دیرگذاز تهران

شرکت فراورده‌های دیرگذاز صنعت پاسارگاد

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان همدان

شرکت صنایع ذوب ایران

محمد زاده، اصغر
(کارشناسی مهندسی مواد - سرامیک)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان همدان

مehچوب، کتایون
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت فراورد های دیرگداز آذر

نبی، مصطفی
(کارشناسی مهندسی مواد - سرامیک)

کارشناس دفتر تدوین استاندارد

نوری، نگین
(کارشناس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با مؤسسه استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۳	۳ اصطلاحات و تعاریف
۵	۴ نمونه برداری و آماده سازی آزمون
۷	۵ تجزیه های مقدماتی
۷	۶ بیان نتایج
۷	۷ گزارش آزمون
۹	کتابنامه

پیش گفتار

استاندارد" دیرگذاها - تجزیه شیمیایی فراورده‌های دیرگذا و مواد خام حاوی سیلیسیم کارباید- قسمت ۱: اطلاعات کلی و آماده‌سازی نمونه " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در یک صد و دوازدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مواد معدنی مورخ ۸۹/۱۱/۲۶ 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 می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر 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 مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 21068-1: 2008 Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products —Part 1: General information and sample preparation

دیرگذازاها - تجزیه شیمیایی فراورده‌های دیرگذاز و مواد خام حاوی سیلیسیم

کارباید - قسمت ۱: اطلاعات کلی و آماده‌سازی نمونه

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین فنون آماده‌سازی نمونه‌ها برای تجزیه شیمیایی فراورده‌های دیرگذاز و مواد خام حاوی سیلیسیم کاربرد است.

۱-۲ این استاندارد برای فراورده‌ها و مواد خام زیر کاربرد دارد.

الف- آجرهای گرافیتی حاوی سیلیسیم کاربرد؛

ب- آجر سیلیسیم کاربرد (همراه با آجرهای حاوی سیلیسیم نیتراید)؛

پ- دیرگذازهای حاوی کربن و/یا سیلیسیم کاربرد مخلوط شده با خاک رس؛

ت- دیرگذازهای حاوی کربن و/یا سیلیسیم کاربرد مخلوط شده با سیلیس (و سیلیس ذوب شده)؛

ث- دیرگذازهای حاوی کربن و/یا سیلیسیم کاربرد مخلوط شده با مواد غنی از آلومینیم؛

ج- دیرگذازهای حاوی کربن و/یا سیلیسیم کاربرد مخلوط شده با منگنز (و دولومیت)؛

چ- دیرگذازهای حاوی کربن و/یا سیلیسیم کاربرد مخلوط شده با مینرال کروم یا مواد منگنز-کروم؛

ح- دیرگذازهای حاوی کربن و/یا سیلیسیم کاربرد به غیر از موارد مذکور در بند الف تا چ.

موارد مذکور در قسمت‌های ۱ تا ۳ این استاندارد برای تجزیه شیمیایی عبارتند از:

۱- افت ناشی از خشک شدن^۱ (LOD)؛

۲- افت ناشی از حرارت^۲ (LOI)؛

۳- کربن کل، C_{total} ؛

۴- کربن آزاد، C_{free} ؛

۵- سیلیسیم کاربرد، SiC ؛

۶- سیلیسیم آزاد (Si_{free})؛

۷- آلومینیم آزاد (Al_{free})؛

۸- منیزیم آزاد (Mg_{free})؛

۹- آهن آزاد (Fe_{free})؛

۱۰- سیلیسیم (IV) اکسید (SiO_2)؛

۱۱- آلومینیم اکسید (Al_2O_3)؛

۱۲- آهن (III) اکسید (آهن اکسید کل به صورت Fe_2O_3)؛

۱۳- تیتانیوم (IV) اکسید (TiO_2)؛

۱۴- کلسیم اکسید (CaO)؛

1- Loss on drying

2- Loss on ignition

۱۵- منیزیم اکسید (MgO)؛

۱۶- سدیم اکسید (Na₂O)؛

۱۷- پتاسیم اکسید (K₂O)؛

۱۸- کروم (III) اکسید (Cr₂O₃)؛

۱۹- زیرکونیم اکسید (ZrO₂)؛

۲۰- بور اکسید (بور کل به صورت B₂O₃)؛

۲۱- نیتروژن؛

۲۲- اکسیژن؛

۲۳- نیترایدها (BN، AlN، Si₃N₄)، سیالون، اکسی نیترایدها و غیره).

محدوده‌های ترکیب درصدی که در این استاندارد تعیین می‌شود در جدول یک داده شده است.

جدول ۱- محدوده‌ی تعیین (درصد) جرمی

ترکیب	محدوده
LOI	۹۹ تا ۱۰-
C _{total}	۹۹ تا ۰٫۱
C _{free}	۹۹ تا ۰٫۱
SiC	۹۹ تا ۳
Si _{free}	۱۰ تا ۰٫۱
Al _{free}	۱۰ تا ۰٫۱
Mg _{free}	۱۰ تا ۰٫۱
Fe _{free}	۱۰ تا ۰٫۱
SiO ₂	۹۵ تا ۰٫۱
Al ₂ O ₃	۹۵ تا ۰٫۱
Fe ₂ O ₃	۱۵ تا ۰٫۱
TiO ₂	۵ تا ۰٫۱
CaO	۶۰ تا ۰٫۱
MgO	۹۵ تا ۰٫۱
Na ₂ O	۵ تا ۰٫۱
K ₂ O	۵ تا ۰٫۱
Cr ₂ O ₃	۴۰ تا ۰٫۱
ZrO ₂	۱ تا ۰٫۱
B ₂ O ₃	۵ تا ۰٫۱
Si ₃ N ₄	۳۵ تا ۰٫۱

۲ مراجع الزامی

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

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۰۸۶۰۰، کمیت ها و یکاها قسمت صفر: اصول کلی
- 2-2 ISO 5022, Shaped refractory products - Sampling and acceptance testing
- 2-3 ISO 8656-1, Refractory products - Sampling of raw materials and unshaped products - Part 1: Sampling scheme
- 2-4 ISO 12677, Chemical analysis of refractory products by XRF — Fused cast bead method
- 2-5 ISO 21068-2:2008, Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products - Part 2: Determination of loss on ignition, total carbon, free carbon and silicon carbide, total and free silica and total and free silicon
- 2-6 EN 12698-1:2007, Chemical analysis of nitride bonded silicon carbide refractories - Part 1: Chemical methods

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۳

مواد دیرگداز بی شکل

مخلوط هایی شامل یک توده و یک یا چند چسب که به صورت آماده به مصرف برای استفاده مستقیم در محل بعد از اضافه کردن یک یا چند مایع مناسب تهیه می شوند.

یادآوری ۱- مواد دیرگداز بی شکل ممکن است شامل مواد فلزی، آلی یا الیاف سرامیکی باشند.

یادآوری ۲- این مخلوط ها هم به صورت متراکم و هم به صورت عایق هستند. مخلوط های عایق مخلوط هایی هستند که هنگام اندازه گیری درصد تخلخل حقیقی آنها (طبق استاندارد ^[۱] EN 1094-4) با استفاده از آزمونه ای که تا شرایط مشخص شده گداخته شده باشد، درصد تخلخل حقیقی آنها از ۴۵ درصد کمتر نباشد.

۲-۳

مواد دیرگداز شکل دار متراکم

ترکیبات دیرگداز پیش شکل داده شده و پخته شده یا حرارت دیده، برای حصول یک سرامیک و یا یک اتصال کربنی

یادآوری - مواد دیرگداز شکل‌دار بر طبق استانداردهای ISO 10081-1, ISO 10081-2, ISO 10081-3 و ISO 10081-4 [۱۰] تا [۱۳] طبقه‌بندی می‌شوند.

۳-۳

رطوبت

آبی که در فراورده‌ها و مواد خام دیرگداز به صورت پیوند شیمیایی نبوده و منشأ آن جذب رطوبت طی انبارش یا باقی‌مانده آب مورد مصرف برای آماده‌سازی یک مخلوط دیرگداز قابل ریخته‌گری می‌باشد.

۴-۳

اجزاء فرار

اجزایی که در دمای $750^{\circ}C$ تحت اتمسفر آرگون تبخیر می‌شوند.

یادآوری - در کل آب پیوند شیمیایی شده (دیرگدازهای بی شکل هیدرولیکی و با اتصال فسفات)، گروه‌های هیدروکسیل و ترکیبات آلی با فشار بخار کم موجود در قطران، قیر، رزین، یا دیگر چسباننده‌های آلی حذف می‌شوند.

۵-۳

دیرگدازهای کربنی و/یا سیلیسیم کاربیدی

فرمولاسیون‌های دارای ترکیبات دیرگداز که به صورت فراورده‌های شکل‌دار و بی شکل دارای SiC و/یا کربن تهیه می‌شوند.

یادآوری - در جایی که کربن می‌تواند به صورت گرافیت، چسباننده آلی (مثل قیر، قطران، رزین، کربن سیاه) باشد، میزان SiC در ماده دیرگداز ممکن است از یک درصد جرمی تا ۱۰۰ درصد جرمی تغییر کند.

۶-۳ کربن آزاد

ترکیبات کربنی از قبیل گرافیت، کربن آمورف و کربن آلی (قیر، قطران یا رزین)

۷-۳ ترکیبات فلزی آزاد

ترکیبات فلزی که به داخل دیرگدازها اضافه می‌شوند یا به صورت ترکیبات باقی‌مانده در فرایند تولید یا فراوری مواد اولیه ظاهر می‌شوند.

مثال - Si در SiC

یادآوری - این ترکیبات فلزی که در فرایند گدازش تشکیل یا باقی می‌مانند را نیز شامل می‌شود (مثل سیلیس آزاد، آلومینیم آزاد و منیزیم آزاد).

۸-۳ اکسیدها

اسیدهای فلزی که به عنوان ترکیب به داخل مخلوط‌های دیرگداز اضافه می‌شوند یا به صورت ترکیبات باقی‌مانده در فرایند تولید یا فراوری مواد اولیه تشکیل می‌شوند.

مثال - SiO₂ در SiC

یادآوری- باید بین SiO_2 و میزان سیلیس آزاد یا در ترکیب، سیلیس آزاد و سیلیسیم دی اکسید سطحی تفاوت قائل شد.

۹-۳ افت ناشی از حرارت در 850°C

تغییر جرمی وقتی ۵g نمونه یا باقی مانده حاصل خشک شدن در 110°C ، به مدت سه ساعت در دمای 850°C داخل یک کوره الکتریکی هواکش دار حرارت داده می شود.

یادآوری ۱- خشک شدن در دمای 110°C در بند ۴-۲-۳ توضیح داده شده است.

یادآوری ۲- این مقدار برای تعیین سیلیسیم (IV) اکسید، آلومینیم اکسید، آهن (III) اکسید، تیتانیم (IV) اکسید، کلسیم اکسید، منیزیم اکسید، سدیم اکسید، پتاسیم اکسید، کروم (III) اکسید، زیرکونیم اکسید و بور اکسید استفاده می شود.

۴ نمونه برداری و آماده سازی نمونه

۱-۴ کلیات

چنانچه توافقی بین کاربر و تولیدکننده صورت نگرفته باشد نمونه برداری باید برای فراورده های دیرگداز شکل دار طبق استاندارد بند ۲-۲ و برای فراورده های دیرگداز بی شکل طبق استاندارد بند ۲-۳ انجام شود.

یادآوری- اطلاعاتی درباره روش های نمونه برداری برای تجزیه های مواد توده ای خاص در استاندارد ISO 11648-2^[۱۴] داده شده است.

۲-۴ عملیات مقدماتی روی نمونه

۱-۲-۴ کلیات

به منظور اجتناب از نادرستی ناشی از آماده سازی در نتایج، نمونه ها باید مطابق با روش مذکور در بند ۲-۲-۴ تا ۴-۲-۴ آماده شوند.

۲-۲-۴ خرد کردن

به استثنای مواد خام، نمونه ها به طور کلی به شکل قطعات بزرگ هستند که قبل از مرحله خردایش نهایی به خرد کردن اولیه نیاز دارند. به دلیل آلودگی به ویژه با آهن، ضروری است که کاهش اندازه در آسیاب فکی تا حد ممکن حداقل باشد، تا حدی که نمونه ای که نماینده کل بوده و بیشترین اندازه ای که برای مرحله خردایش نهایی مناسب باشد، به دست آید.

اگر آهن آزاد یا آهن کل مورد نیاز باشد، توصیه می شود نمونه مجزایی در ابزار غیر آهنی خرد شود. در مرحله خردایش نهایی، استفاده از حداقل مقدار آسیاب ضرورت دارد، چرا که آسیاب مازاد منجر به اکسایش سیلیسیم کارباید به سیلیس می شود.

یادآوری- به عنوان یک مثال، آسیاب نمونه تا زیر $75\ \mu\text{m}$ یا به طور دقیق تر زیر $125\ \mu\text{m}$ ممکن است منجر به افزایش سیلیس بین ۰/۰۶٪ تا ۰/۴٪ و کاهش SiC بین ۰/۰۴٪ تا ۰/۲۵٪ شود.

برای تولید آزمونه ای با حداقل اکسایش، آسیاب کردن را به دقت انجام داده و ماده را از میان یک الک $150\ \mu\text{m}$ عبور دهید. به دلیل سختی این مواد، بهتر است خردایش نهایی (برای حصول ذرات با اندازه زیر

$150\ \mu m$) با استفاده از یک ویال^۱ تنگستن کارباید در یک آسیاب لرزشی یا آسیاب‌های دیگر پوشش داده شده با تنگستن کارباید (یا هر ماده‌ای که نمونه را با گونه‌های مورد آزمون آلوده نکند) انجام شود. آلودگی در اثر جذب مواد ویال در فرایند سایش اجتناب نا پذیر است و چنانچه آلودگی تاثیرگذار باشد باید اصلاحاتی در تجزیه انجام شود. این اصلاحات برای رقیق شدن نمونه به وسیله محیط آسیاب، برای افت حرارتی در اثر افزایش وزنی از اکسایش تنگستن کارباید باید انجام شوند. این اصلاحات به ضرایبی نیاز دارند تا اتصالگرهای نیکلی یا کبالتی در مواد خردکننده مجاز حضور داشته باشند (پیوست ب استاندارد بند ۲-۴ را ببینید).

به طور مشابه در مورد اندازه‌گیری‌های کربن آزاد و کربن کل، باید به ازای هر یک درصد اکسید تنگستن یافت شده در نمونه تجزیه‌ای، 0.51% درصد از کربن کسر گردد، سپس باید حساب کربن به ترتیب برای ضریب رقیق سازی فوق تصحیح شود. هنگامی که محیط آسیابی سیلیکون کاربایدی در دسترس نباشد، دو نمونه تجزیه‌ای تهیه شود اولی با استفاده از ملات یا ویال آلومینایی و دیگری با استفاده از ملات کوبشی آهنی. نمونه تهیه شده با ملات آهن را برای اندازه‌گیری‌های غیر از آهن کل و آهن آزاد و نمونه آسیاب شده با آلومینا را برای آهن کل، آهن آزاد و سیلیس آزاد استفاده کنید.

۴-۲-۴ خشک کردن

برای تجزیه شیمیایی، نمونه باید خشک باشد. نمونه را در دمای $110^{\circ}C \pm 10^{\circ}C$ تا جرم ثابت خشک کنید.

یادآوری ۱- خشک کردن در طول شب به طور معمول کافی است.

یادآوری ۲- آب پیوند شیمیایی شده و اجزاء فرار در قطران و رزین ممکن است با این روش آماده‌سازی نمونه تحت تاثیر قرار بگیرند، اما به طور کمی در دمای $110^{\circ}C$ حذف نمی‌شوند. در این حالت پیش عملیات حرارتی مورد نیاز است (بند ۷-۱-۳ استاندارد بند ۲-۵ را ببینید).

۴-۲-۴ توزین

مقدار مشخص شده آزمون برای آنالیز شیمیایی و تمام روش کارهای توزین از قبیل تغییرات در جرم باید با استفاده از ترازوهای آزمایشگاهی به صورت زیر توزین شوند:

الف- برای توزین آزمون به منظور تعیین کربن کل، کربن آزاد، سیلیسیم کارباید و سیلیسیم نیتراید به روش هدایت گرمای ذوب (در یک گاز بی اثر) و آزمون برای کالیبراسیون باید از ترازوهای آزمایشگاهی با قابلیت توزین تا $0.1\ mg$ استفاده شود.

ب- برای توزین آزمون به منظور اندازه‌گیری‌های دیگر استفاده از ترازوهای آزمایشگاهی با قابلیت توزین تا $0.1\ mg$ کافی است.

1- Vial

۵ تجزیه‌های مقدماتی

به طور معمول ترکیب نمونه به طور تقریبی معلوم است. در صورت مشخص نبودن انجام تجزیه مقدماتی ضرورت دارد.

چنانچه ماهیت ماده نامعلوم باشد، باید حضور گونه‌های دیگر سیلیس غیر از SiC یا SiO₂ در نمونه (مثل سیلیسیم، سیلیسیم نیتراید، سیالون، سیلیس اکسی-نیتراید) با انجام تجزیه‌های نیمه کمی با تفرق پرتو X^۱ (XRD) طبق استاندارد بند ۲-۶ بررسی شود.

یادآوری ۱- وجود آلومینیم آزاد با این روش امکان پذیر است.

یادآوری ۲- با روش XRD، حدود تشخیص بر اساس ساختار بلور ممکن است تغییر کند (به طور تقریبی بین ۰/۱٪ و ۱٪ جرمی)

علاوه بر تجزیه XRD مقدماتی، یک آزمون کیفی را می توان برای نیتروژن با قرار دادن ۰/۵ g نمونه پودر در یک لوله جوشان، افزودن چند دانه NaOH و حرارت دادن روی شعله تا زمان ذوب دانه ها انجام داد. آزمون برای وجود آمونیاک با یک کاغذ pH مرطوب انجام می شود. چنانچه مقدار کافی از آمونیاک تشخیص داده نشود، می توان تعیین نیتروژن را حذف نمود.

۶ بیان نتایج

نتایج آزمون را برحسب ترکیب درصد (کسر جرمی) محاسبه کرده و نتیجه را به صورت میانگین دو اندازه گیری طبق استاندارد بند ۲-۱ به صورت زیر بیان کنید:

الف) اگر عدد صحیح کسر جرمی دو رقمی است، نتیجه را تا یک رقم بعد از اعشار بیان کنید.

ب) اگر عدد صحیح کسر جرمی یک رقمی است، نتیجه را تا دو رقم بعد از اعشار بیان کنید.

۷ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۷ ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛
- ۲-۷ تمام اطلاعات مورد نیاز برای شناسایی نمونه مورد آزمون؛
- ۳-۷ شماره استاندارد مورد استفاده برای نمونه برداری؛
- ۴-۷ ترکیبات شیمیایی اندازه گیری شده؛
- ۵-۷ جزئیات خاص روش های استفاده شده؛
- ۶-۷ نتایج آزمون، شامل نتایج اندازه گیری های مجزا و میانگین آنها که به صورت مشخص شده در هر قسمت محاسبه و طبق بند ۶ بیان شده اند.
- ۷-۷ در صورت امکان:
- ۱-۷-۷ بایاس آماده سازی نمونه؛

۲-۷-۷ دقت و بایاس اندازه‌گیری؛

۸-۷ هرگونه انحراف از روش مشخص شده؛

۹-۷ هرگونه ویژگی نامعمول مشاهده شده طی آزمون؛

۱۰-۷ تاریخ آزمون؛

۱۱-۷ نام آزمایشگاه.

کتابنامه

- [1] EN 1094-4, Insulating refractory products — Part 4: Determination of bulk density and true porosity
- [2] JIS 2011, Methods for chemical analysis of refractories containing carbon and/or silicon-carbide
- [3] ISO 1927, Prepared unshaped refractory materials (dense and insulating) — Classification
- [۴] استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲-۱، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری قسمت اول: تعاریف و اصول کلی
- [5] ISO 9286, Abrasive grains and crude — Chemical analysis of silicon carbide
- [6] ISO 10058-1, Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and gravimetric silica
- [7] ISO 10058-2, Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 2: Wet chemical analysis
- [8] ISO 10058-3, Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 3: Flame atomic absorption spectrometry (FAAS) and inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES)
- [9] ISO 10060, Dense, shaped refractory products — Test methods for products containing carbon
- [۱۰] استاندارد ملی ایران شماره ۶۷۳۷، دیرگذاها - طبقه‌بندی فرآورده‌های شکل‌دار قسمت اول: آلومینو سیلیکات‌ها
- [۱۱] استاندارد ملی ایران شماره ۶۷۳۸، دیرگذاها - طبقه‌بندی فرآورده‌های شکل‌دار قسمت دوم: قلیایی‌ها با کربن باقی‌مانده کمتر از ۷ درصد
- [۱۲] استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۲۸۳-۳، دیرگذاها - طبقه‌بندی فرآورده‌های شکل‌دار - قسمت ۳: قلیایی‌ها با کربن باقی‌مانده بین ۷ تا ۵۰ درصد
- [۱۳] استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۲۸۳-۴، دیرگذاها - طبقه‌بندی فرآورده‌های شکل‌دار متراکم - قسمت ۴ - فرآورده‌های خاص
- [14] ISO 11648-2 Statistical aspects of sampling from bulk materials — Part 2: Sampling of particulate materials
- [15] EN 12698-1, Chemical analysis of nitride bonded silicon carbide refractories — Part 1: Chemical methods
- [۱۶] استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۲۴۰-۱، دیرگذاها - تجزیه شیمیایی فرآورده‌های دیرگذاز کروم‌دار و مواد خام حاوی کروم (جایگزینی برای روش فلورسانس اشعه X) - قسمت ۱: وسایل، واکنشگرها، انحلال و تعیین وزنی سیلیس - روش آزمون

[۱۷] استاندارد ملی ایران شماره ۲- ۱۳۲۴۰، دیرگدازها- تجزیه شیمیایی فراورده‌های دیرگداز کروم‌دار مواد خام حاوی کروم (جایگزینی برای روش فلورسانس اشعه X)- قسمت ۲: تجزیه شیمیایی تر-روش آزمون

[۱۸] استاندارد ملی ایران شماره ۳-۱۳۲۴۰، دیرگدازها - تجزیه شیمیایی فراورده‌های دیرگداز کروم‌دار و مواد خام حاوی کروم (جایگزینی برای روش فلورسانس اشعه X)- قسمت ۳: روش طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای (FAAS) و طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی (ICP-AES) - روش آزمون

[19] ISO 21079-1, Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia and silica — Refractories containing 5 % to 45 % of ZrO₂ (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 1: Apparatus, reagents and dissolution Single-user licence only, copying and networking prohibited.

[20] ISO 21079-2, Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia, and silica — Refractories containing 5 % to 45 % of ZrO₂ (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 2: Wet chemical analysis

[21] ISO 21079-3, Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia, and silica — Refractories containing 5 % to 45 % of ZrO₂ (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 3: Flame atomic absorption spectrophotometry (FAAS) and inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP -AES)

[۲۲] استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۲۶۱۰ تجزیه شیمیایی فراورده‌های نسوز آلومینوسیلیکات (آلترناتیو روش فلورسانس اشعه X) قسمت ۱- تجهیزات - واکنشگرها - انحلال و وزن سنجی سیلیکا

[23] ISO 21587-2, Chemical analysis of aluminosilicate refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 2: Wet chemical analysis

[۲۴] استاندارد ملی ایران شماره ۳-۱۲۶۱۰ تجزیه شیمیایی فراورده‌های نسوز آلومینوسیلیکات قسمت ۳- روش‌های طیف‌سنجی پلاسما زوج شده القایی و جذب اتمی

[25] ISO 26845, Chemical analysis of refractories — General requirements for wet chemical analysis, atomic absorption spectrometry (AAS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) methods