



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۳۶۹۲-۲

چاپ اول

ISIRI

13692-2

1st . Edition

کانه های آهن – اندازه گیری مقدار سیلیسیم
– قسمت ۲: روش اسپکتروفتومتری
مولیبدوسیلیکات احیا شده

Iron ores-Determination of silicon content –
part 2:Reduced molybdosilicate
spectrophotometric method

ICS:73.060.10

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* 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 پیشنهادها 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بینالمللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. مؤسسه 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 سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدورگواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد 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 آنها 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 مؤسسه است.

* مؤسسه 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
«کانه های آهن – اندازه گیری مقدار سیلیسیم –
قسمت ۲: روش اسپکتروفتومتری مولیبدو سیلیکات احیا شده»

رئیس:

مسکین فام، معصومه
(دکترای شیمی معدنی)

دبیر:

حق بین، معصومه
(لیسانس شیمی)

مصطفوی، بی تا
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابوالحسنی، الهه
(فوق لیسانس شیمی)

خیراندیش، ایمان
(لیسانس مهندسی معدن)

فلاح، عباس
(لیسانس زمین شناسی)

نیرومند، سارا
(فوق لیسانس شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

دانشگاه آزاد اسلامی واحد لاهیجان

شرکت مادر تخصصی آزمایشگاه فنی و مکانیک
خاک استان فارس

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

سازمان زمین شناسی و اکتشافات معدن کشور

کارشناس

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
ه،د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۵ وسایل
۳	۶ نمونه برداری و آماده سازی نمونه ها
۳	۷ روش انجام آزمون
۶	۸ بیان نتایج
۸	۹ گزارش آزمون
۱۰	پیوست الف (الزامی) نمودار گردشی روش پذیرش مقادیر تجزیه ای آزمون ها
۱۱	پیوست ب (اطلاعاتی) استنتاج تکرارپذیری و رواداری قابل قبول
۱۲	پیوست پ (اطلاعاتی) داده های مربوط به دقت آزمایشات تجزیه ای بین المللی

پیش گفتار

استاندارد" کانه های آهن- اندازه گیری مقدار سیلیسیم- قسمت ۲ : روش اسپکتروفتومتری مولیبدو سیلیکات احیا شده " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در یکصد و شانزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مواد معدنی مورخ ۸۹/۱۲/۱۴ 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:

ISO 2598-2:1992, Iron ores - Determination of silicon content - part2: Reduced molybdosilicate spectrophotometric method

کانه‌های آهن – اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم – قسمت ۲: روش اسپکتروفتومتری مولیبدو سیلیکات احیا شده

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مقدار سیلیسیم در کانه‌های آهن به روش اسپکتروفتومتری مولیبدو سیلیکات احیا شده می‌باشد.

این روش برای مقدار سیلیسیم بین ۰/۱ درصد (جرمی-جرمی) تا ۵ درصد (جرمی-جرمی) در کانه‌های طبیعی آهن، کانه‌های تغلیظ شده (کنسانتره) و همجوش (آگلومرها) شامل محصولات کلوخه ای^۱ به خصوص کانه‌های فلوتور دار کاربرد دارد. مقدار فلوتور نمونه بر مقدار اندازه گیری تاثیر نمی گذارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی به آنها 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 شده باشد، اصلاحیه ها 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 اصلاحیه های بعدی آنها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۷۳، کانه آهن – آماده سازی نمونه

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶، ظروف شیشه ای آزمایشگاهی – بورت ها – ویژگی ها

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹، لوازم شیشه ای آزمایشگاهی – پی پت های تک نشانه – مشخصات

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۸۴، کانه آهن – آماده سازی آزمایش های خشک شده برای تجزیه

۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰، شیشه آلات آزمایشگاهی – بالن های حجم سنجی با یک خط نشانه – ویژگی ها

2-6 ISO 3081:1986, iron ores – increment sampling – manual method

۳ اصول آزمون

تجزیه آزمون به وسیله ذوب با سدیم تترابورات یا مخلوط ذوب (کربنات و تترابورات) و واکنش با نیتریک اسید رقیق صورت می پذیرد. مولیبدات آمونیوم برای تبدیل کردن سیلیکات به کمپلکس مولیبدو سیلیکات و احیای کمپلکس به مولیبدن بلو^۱ اضافه می شود. اندازه گیری های اسپکتروفوتومتری جذب کمپلکس مولیبدن بلو در طول موج حدود ۶۰۰ نانومتر صورت می گیرد.

۴ مواد و / یا واکنشگرها

در هنگام تجزیه از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه ای مشخص و آب مقطر یا آب با خلوص مشابه آب مقطر استفاده کنید.

- ۱-۴ سدیم تترابورات ($Na_4B_4O_{10}$) به صورت پودر، بدون آب.
- ۲-۴ پتاسیم نیترات (KNO_3) برای استفاده در یادآوری ۲ بند ۷-۴-۱.
- ۳-۴ مخلوط ذوب.
- ۱۰۰ g سدیم کربنات (Na_2CO_3) و پتاسیم کربنات (K_2CO_3) بدون آب به نسبت ۱ به ۳ و ۳۰ گرم سدیم تترابورات (۱-۴) و ۵/۰ گرم پتاسیم نیترات (۲-۴) را مخلوط کنید.
- ۴-۴ نیتریک اسید با جرم حجمی ۱/۴ گرم بر میلی لیتر رقیق شده با نسبت ۱ به ۹.
- ۵-۴ آمونیوم مولیبدات $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ محلول ۱۲۰ گرم بر لیتر.
- ۶-۴ اکسالیک اسید ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) محلول ۵۰ گرم بر لیتر.
- ۷-۴ سولفوریک اسید با جرم حجمی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر رقیق شده با نسبت ۱ به ۳.
- ۸-۴ اسکوریک اسید ($C_6H_8O_6$) محلول ۲۰ گرم بر لیتر. محلول را در همان روز استفاده تهیه کنید.

- ۹-۴ هیدروژن پراکسید، محلول ۳ درصد (حجمی - حجمی)
- محلول پراکسید هیدروژن را با رقیق کردن به نسبت ۱ به ۹، محلول ۳۰ درصد (حجمی - حجمی) تهیه کنید. در یادآوری بند ۷-۴-۱ استفاده می شود.

- ۱۰-۴ محلول استاندارد سیلیسیم (۵۰ میکرو گرم سیلیسیم در میلی لیتر)
- مقدار مناسب از سیلیسیم دی اکسید را در دمای $1050^\circ C$ کلسینه کرده و سپس آن را خنک کنید.
- (53.5 ± 0.1) میلی گرم از آن را در یک بوته پلاتینی وزن کنید ۴۰۰ میلی گرم از آهن (III) اکسید و ۴ گرم سدیم تترابورات (۱-۴) یا مخلوط ذوب (۳-۴) را اضافه و مخلوط نمایید.
- مخلوط را به تدریج تا دمای $1100^\circ C$ (۷-۴-۱) گرم کنید تا یک مذاب شفاف بدست آید.

مذاب را خنک کرده و در ۲۰۰ میلی لیتر محلول نیتریک اسید (۴-۱۰) حل کنید، سپس به یک بالون حجم سنجی تک نشانه ۵۰۰ میلی لیتر منتقل کرده، با آب رقیق و مخلوط کنید.

۱۱-۴ محلول زمینه

به موازات تهیه محلول استاندارد سیلیسیم (۴-۱۰)، یک محلول زمینه از ۴ گرم سدیم تترابورات (۴-۱) یا مخلوط ذوب (۴-۳) و ۴۰۰ میلی گرم آهن (III) اکسید همان طور که در (۴-۱۰) توضیح داده شد بدون اضافه کردن سیلیسیم دی اکسید تهیه کنید.

۵ وسایل

علاوه بر وسایل آزمایشگاهی معمول شامل پی پت تک نشانه و بالن های حجم سنجی با یک خط نشانه که مطابق استانداردهای ملی ایران به شماره های ۱۹۵۹ و ۷۵۲۰ می باشند، وسایل زیر استفاده می شوند:

۱-۵ بوته های پلاتینی با گنجایش ۳۰ میلی لیتر

۲-۵ کوره مافل^۱ تا دمای حدود ۱۱۰۰ °C

۳-۵ اسپکتروفتومتر مناسب برای اندازه گیری در طول موج حدود ۶۰۰nm

۶ نمونه برداری و نمونه ها

۱-۶ نمونه آزمایشگاهی

برای تجزیه، از نمونه آزمایشگاهی با اندازه ذرات کمتر از ۱۰۰ میکرومتر استفاده کنید که مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۹۷۳، برداشته و آماده شده باشد. در مورد کانه هایی که دارای مقادیر قابل ملاحظه ای آب پیوندی یا ترکیبات قابل اکسید می باشند، از ذرات با اندازه کمتر از ۱۶۰ میکرومتر استفاده کنید. **یادآوری** - در استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۸۴ راهنمایی برای مقادیر قابل توجه آب پیوندی یا ترکیبات اکسید پذیر تهیه شده است.

۲-۶ آماده سازی آزمایش پیش خشک شده

نمونه آزمایشگاهی را کاملاً مخلوط کنید. چند قسمت از آن را به گونه ای برداشته که آزمایش حاصل نماینده کل محتوای ظرف باشد. آزمایش را در دمای $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ مطابق استاندارد ملی ۷۲۸۴، خشک کنید (این یک آزمایش از پیش خشک شده می باشد).

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ تعداد اندازه گیری ها

روی هر آزمایش از پیش خشک شده، باید اندازه گیری حداقل دوبرار و بطور مستقل براساس پیوست الف صورت گیرد.

1-Muffle furnace

یادآوری - واژه مستقل به این معنی است که نتیجه دوم و هر نتیجه بعدی تحت تاثیر نتیجه (ها) قبلی نمی باشد . برای این روش تجزیه ای خاص، این شرایط به معنی تکرار روش کار به وسیله آزمون گر یکسان در زمان متفاوت یا توسط آزمون گر متفاوت که در هر مرحله دوباره واسنجی مناسب را انجام دهد، می باشد.

۷-۲ آزمون

با برداشتن چند قسمت مجزا، حدود ۰/۵ گرم آزمایه از پیش خشک شده حاصل از بند ۶-۲ را با دقت ۰/۰۰۲ گرم، وزن کنید.

یادآوری - به منظور جلوگیری از جذب مجدد رطوبت، آزمون باید سریع برداشته شده و وزن شود.

۷-۳ آزمون شاهد و آزمون کنترل

در هر مرحله، باید به صورت موازی با آزمون نمونه (ها) کانه و تحت شرایط یکسان، یک آزمون شاهد و یک آزمون ماده مرجع تأیید شده از جنس کانه انجام شود. یک آزمایه از پیش خشک شده از ماده مرجع تأیید شده باید مطابق بند ۶-۲ آماده شود.

یادآوری - ماده مرجع باید از نوع نمونه مورد اندازه گیری بوده و هردو باید به اندازه کافی خواص مشابه داشته باشند تا در هر شرایطی، نیاز به اعمال تغییرات قابل ملاحظه ای در روش تجزیه ای نباشد.

وقتی که به طور همزمان اندازه گیری بر روی چندین نمونه انجام شود مقدار شاهد را می توان با یک آزمون مشخص کرد به شرط اینکه روش اجرای آزمون یکسان بوده و معرف ها و مواد شیمیایی مورد استفاده از منبع یکسانی برداشته شده باشد . تمامی معرف های مورد استفاده در مورد آزمون باید با مقادیر مشابهی به آزمون شاهد اضافه شود.

زمانی که اندازه گیری به طور همزمان روی چندین نمونه کانه مشابه انجام می شود، می توان تنها از یک ماده مرجع گواهی شده استفاده نمود.

۷-۴ اندازه گیری

۷-۴-۱ تجزیه آزمون

آزمون (۲-۷) را با ۴ گرم سدیم تترابورات (۴-۱) یا مخلوط ذوب (۴-۳) در بوتله پلاتینی (۵-۱) مخلوط کنید. (یادآوری ۱ و ۲ را ببینید)

دهانه باز بوتله پلاتینی را بپوشانید و به آرامی در کوره مافل (۵-۲) تا دمای حدود 1100°C گرم کنید. سپس کوره را در این دما ثابت نگه داشته تا آزمون به طور کامل حل شود. (یادآوری ۳ را ببینید)

بوتله پلاتینی را خنک کنید. (یادآوری ۴ را ببینید) آن را در یک بشر شیشه ای ۶۰۰ میلی لیتری حاوی ۲۰۰ میلی لیتر نیتریک اسید (۴-۴) قرار داده و مخلوط ذوب را در دمای زیر 90°C حل کنید. (یادآوری ۵ را ببینید)

محلول را خنک کرده و آن را در یک بالون حجم سنجی ۵۰۰ میلی لیتری تک نشانه با آب رقیق و مخلوط نمایید. (این محلول آزمون می باشد)

یاد آوری ۱ - جهت کاهش اثرات خوردگی بر بوته پلاتینی، توصیه می‌شود ۲ گرم سدیم تترا بورات (۱-۴) یا مخلوط ذوب (۳-۴) ابتدا در یک بوته، ذوب اولیه شده و هنگامی که سطح دیواره پایینی در حال خنک شدن است، بچرخد. سپس باقیمانده ۲ گرم سدیم تترا بورات یا مخلوط ذوب، با آزمون موجود در سطح خنک شده ذوب مخلوط و ذوب شود.

یاد آوری ۲ - هنگام ذوب با سدیم تترا بورات (۱-۴) باید ۰/۱ گرم پتاسیم نیترات (۲-۴) به نمونه های شامل عناصر کاهنده یا سولفیدی، اضافه شود تا تجزیه را سریع کرده و از حمله به بوته جلوگیری کند.

یاد آوری ۳ - چرخش مخلوط ذوب در حین گرم کردن به حل شدن آزمون کمک می‌کند. به طور معمول، ۱۵ دقیقه کافی است، گرچه ذوب باید تا انحلال کامل آزمون ادامه یابد.

یاد آوری ۴ - برای سرعت بخشیدن به انحلال بعدی مذاب خنک شده، پیشنهاد میشود که مخلوط به آرامی در حین خنک شدن چرخانده شود تا یک لایه فیلم یکنواخت روی سطح داخلی بوته شکل گیرد. کمی حرارت در حین چرخاندن ممکن است به این فرآیند کمک کند.

یاد آوری ۵ - مقدار زیاد منگنز نمونه ممکن است حالت ابری ایجاد کند، در این حالت چند قطره محلول هیدروژن پراکسید (۹-۴) اضافه کنید و سپس تا جوشش حرارت دهید تا در حداقل زمان لازم تجزیه مقدار اضافی هیدروژن پراکسید صورت گیرد.

۷-۴-۲ آماده سازی محلول شاهد

به موازات ذوب آزمون، ذوب دوم را با استفاده از تمام واکنشگرها و مراحل توضیح داده شده در بند ۷-۴-۱ تنها با حذف آزمون تهیه کنید.

مذاب خنک شده را حل کنید. کلیه عملیات را مشابه آماده سازی محلول آزمون انجام داده و در نهایت در یک بالن حجم سنجی ۵۰۰ میلی لیتر با آب رقیق و خوب مخلوط کنید.

۷-۴-۳ تنظیم اسپکترومتر

۵ میلی لیتر محلول آزمون را به یک بالن حجم سنجی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید. ۲ میلی لیتر نیتریک اسید (۴-۴) و ۵/۰ میلی لیتر محلول آمونیم مولیبدات (۵-۴) اضافه کنید. محلول را کاملاً مخلوط کنید و اجازه دهید برای ۵ دقیقه بماند.

واکنشگرهای زیر را در یک مکش سریع اضافه کنید، بعد از هر اضافه کردن محلول را بهم بزنید:

۱۰/۰ میلی لیتر محلول اکسالیک اسید (۶-۴)، ۵/۰ میلی لیتر سولفوریک اسید (۷-۴) و ۵/۰ میلی لیتر محلول اسکوربیک اسید (۸-۴). ماکزیمم زمان مجاز برای اضافه کردن کامل نباید بیش از ۳ دقیقه باشد. بعد از مخلوط کردن کامل، به محلول ۱ دقیقه فرصت دهید، سپس با آب به حجم رسانده و مخلوط کنید.

جذب محلول آزمون و محلول شاهد در برابر آب به عنوان مرجع را پس از ۵ دقیقه، در سل‌های نوری با طول مسیر ۱۰ میلی متر اندازه گیری کنید. قسمت مناسب منحنی جذب برای اندازه گیری در حدود ۶۰۰ نانومتر می‌باشد. جذب محلول نمونه را با جذب محلول شاهد تصحیح کنید.

یادآوری - برای نشان دادن حساسیت روش، اطلاعات زیر فراهم می‌باشد:

۰/۲۵۰ میلی گرم سیلیسیم که در ۱۰۰ میلی لیتر با لامپ بخار جیوه و صافی Hg 578 با سل‌های نوری با مسیر نور ۱ سانتی متر اندازه گیری شده است، جذب ۰/۵۵ می‌دهد.

۷-۵ واسنجی

برای رسم منحنی واسنجی، محلول استاندارد سیلیسیم (۴-۱۰) را به چندین قسمت مساوی تقسیم کرده و با مقدار مناسب محلول زمینه (۴-۱۱) بر اساس جدول ۱، به حجم ۵ میلی لیتر برسانید. یادآوری - در حین آماده سازی محلول آزمون و محلول های واسنجی، واکنشگرهای ذوب یکسان باید مورد استفاده قرار گیرد.

این محلول ها همان طور که در بند ۷-۴-۳ مشخص شده است، تهیه کنید و جذب حاصل را با جذب به-دست آمده از محلول واسنجی صفر، تصحیح کنید. جذب محاسبه شده از سل نوری یک سانتیمتر، بر روی طول و جرم سیلیسیم معلوم را بر روی محور عرض رسم کنید. شیب Z نمودار را برای محاسبه مقدار سیلیسیم بر حسب درصد جرم به کار برید.

جدول ۱- کسر مقادیر

مقدار سیلیسیم در ۰/۵ گرم نمونه (درصد جرمی-جرمی)	جرم سیلیسیم در مقادیر ۵ میلی لیتر بند (۷-۵) (میلی گرم)	محلول زمینه (۴-۱۱) (میلی لیتر)	محلول استاندارد سیلیسیم (۴-۱۰) (میلی لیتر)
۰/۰۰	۰/۰۰	۵/۰	۰/۰۰
۰/۱۰	۰/۰۰۵۰	۴/۹	۰/۱۰
۰/۲۰	۰/۰۱۰	۴/۸	۰/۲۰
۰/۵۰	۰/۰۲۵	۴/۵	۰/۵۰
۱/۰۰	۰/۰۵۰	۴/۰	۱/۰۰
۳/۰۰	۰/۱۵۰	۲/۰	۳/۰۰
۵/۰۰	۰/۲۵	۰/۰	۵/۰۰

۸- بیان نتایج

۸-۱ محاسبه مقدار سیلیسیم

مقدار سیلیسیم، w_{si} ، بر حسب درصد جرم تا چهار رقم اعشار بر اساس فرمول ۱ به دست می آید.

$$w_{si} = \frac{A \times 10}{m} \quad (1)$$

که در آن:

A جذب محلول آزمون، تصحیح شده با جذب محلول شاهد (۷-۴-۲) و کاهش یافته تا حد طول مسیر

عبور نور (سل) یک سانتی متر

m جرم آزمون بر حسب گرم

۸-۲ بررسی نتایج

۸-۲-۱ تکرار پذیری و رواداری قابل قبول

دقت این روش تجزیه ای با معادلات همبستگی زیر بیان می شود.

$$r = 0.209X + 0.148 \quad (2)$$

$$P = 0.264X + 0.1151 \quad (3)$$

$$\sigma_r = 0.074X + 0.052 \quad (4)$$

$$\sigma_l = 0.078X + 0.417 \quad (5)$$

که در آنها :

X مقدار سیلیسیم بر حسب درصد جرم آزمایش پیش خشک شده بیان می شود و به صورت زیر محاسبه می گردد.

- برای معادلات درون آزمایشگاهی ۲ و ۴ : میانگین حسابی مقادیر تکراری ؛

- برای معادلات بین آزمایشگاهی ۳ و ۵ : میانگین حسابی نتایج نهایی (بند ۸-۲-۵) دو آزمایشگاه.

r رواداری قابل قبول در یک آزمایشگاه (تکرارپذیری)

P رواداری قابل قبول بین آزمایشگاهی

σ_r انحراف استاندارد در یک آزمایشگاه

σ_l انحراف استاندارد بین آزمایشگاه ها

۸-۲-۲ پذیرش نتایج تجزیه ای

نتیجه به دست آمده برای ماده مرجع تایید شده باید به گونه ای باشد که تفاوت بین این نتیجه و مقدار

تایید شده ماده مرجع از نظر آماری بی معنا باشد ، برای یک ماده مرجع تایید شده که توسط حداقل ۱۰

آزمایشگاه با این روش مورد تجزیه قرار گرفته اند، دقت و صحت قابل مقایسه خواهد بود.

تفاوت معنی دار ، با استفاده از فرمول ۶ به دست می آید.

$$|A_C - A| \leq 2 + \sqrt{\frac{s_{LC}^2 + \frac{s_{w_c}^2}{n_{w_c}}}{N_C} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad (6)$$

که در آن :

A_C مقدار تایید شده

A نتیجه یا میانگین نتایج حاصل شده برای ماده مرجع تایید شده

s_{LC} انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی برای آزمایشگاه های گواهی دهنده

s_{w_c} انحراف استاندارد آزمایشگاه برای آزمایشگاه های گواهی دهنده

n_{w_c} متوسط تعداد اندازه گیری های تکراری در آزمایشگاه های گواهی دهنده

N_C تعداد آزمایشگاه های گواهی دهنده

n تعداد اندازه گیری های تکراری روی مواد مرجع (غالبا n=1)

σ_L, σ_r در ۸-۲-۱ توضیح داده شده اند.

اگر سمت چپ معادله ۶ کمتر یا مساوی سمت راست باشد، تفاوت $|A_C - A|$ از نظر آماری بی معنی است، در غیر این صورت تفاوت معنی دار می باشد.

هنگامی که تفاوت معنی دار وجود داشته باشد، آزمایش باید به طور همزمان همراه با تجزیه آزمایش تکرار شود. اگر باز تفاوت معنی دار وجود داشت باید رویه با استفاده از ماده مرجع تایید شده از همان نوع کانه تکرار شود.

هنگامی که تفاوت مقدار دو آزمایش خارج از محدوده ۲ محاسبه شده براساس فرمول شماره ۲ بند ۸-۲-۱ باشد، باید یک یا چند آزمایش اضافی بر اساس نمودار گردشی موجود در پیوست الف همزمان با تجزیه ماده مرجع تایید شده از نوع کانه صورت گیرد.

یادآوری - هنگامی که اطلاعات ماده مرجع تایید شده کامل نباشد از مراحل زیر استفاده می شود.

الف) اگر اطلاعات کافی جهت تخمین زدن انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی موجود نباشد، غلظت $\frac{S_{w_c}^2}{n_{w_c}}$ را حذف کنید

و به جای آن S_{LC} را به عنوان انحراف استاندارد آزمایشگاهی در نظر بگیرید.

ب) اگر گواهی تنها توسط یک آزمایشگاه داده شده باشد و یا نتایج داخل یک آزمایشگاه از بین رفته باشد، توصیه می شود که این مواد به عنوان استاندارد استفاده نشوند. در حالتی که استفاده از آن ها غیر قابل اجتناب است، فرمول ۸ را به کار برید.

$$|A_C - A| \leq 2 + \sqrt{2\sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad (8)$$

۸-۲-۳ محاسبه نتیجه نهایی

نتیجه نهایی میانگین حسابی مقادیر تجزیه ای قابل قبول برای نمونه آزمونه توسط روش کار مشخص شده در پیوست الف تعیین، تا چهار رقم بعد از اعشار محاسبه شده و تا دو رقم بعد از اعشار بصورت زیر گرد می شود:

الف) چنانچه رقم سوم اعشار کمتر از پنج باشد، از آن صرف نظر شده و رقم دوم اعشار بدون تغییر باقی می ماند.

ب) چنانچه رقم سوم اعشار پنج و رقم چهارم عددی غیر از صفر باشد، یا چنانچه رقم سوم اعشار بزرگتر از پنج باشد، به رقم دوم یک واحد افزوده می شود.

ج) چنانچه رقم سوم اعشار پنج بوده و رقم چهارم آن صفر باشد از عدد پنج صرف نظر شده و اگر رقم دوم اعشار ۴، ۲، ۰، ۶، ۸ باشد، بدون تغییر باقی می ماند و اگر رقم دوم ۱، ۳، ۵، ۷ یا ۹ باشد یک واحد به آن افزوده می شود.

۸-۳ عامل اکسید

عامل اکسید بر اساس معادله ۹ محاسبه می شود.

$$w_{SiO_2}(\%) = 2139 w_{Si}(\%) \quad (9)$$

۹ گزارش آزمون

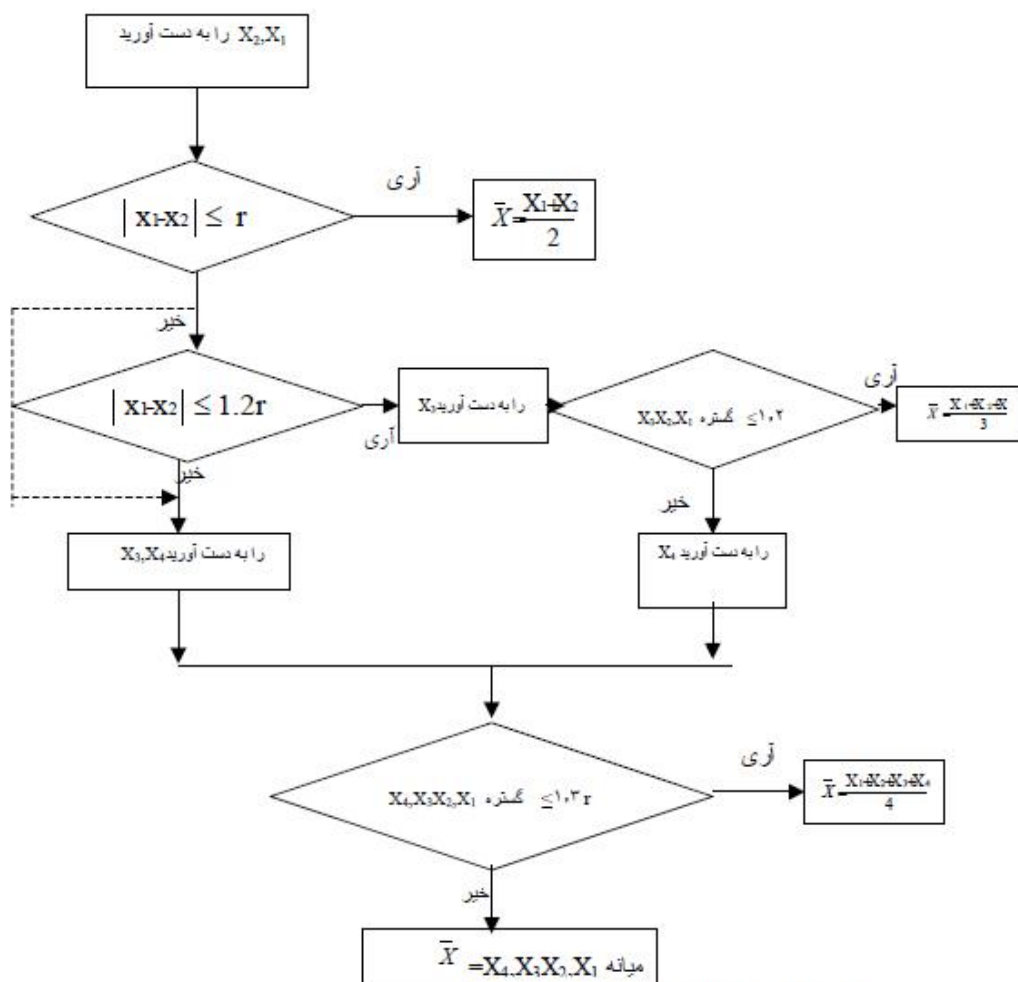
گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۹ شماره استاندارد ملی ایران که بر اساس آن آزمون انجام می گیرد،
- ۲-۹ مشخصات نمونه،
- ۳-۹ نام و آدرس آزمایشگاه انجام دهنده آزمون
- ۴-۹ تاریخ صدور گزارش آزمون
- ۵-۹ نتیجه آزمون،
- ۶-۹ شماره ثبت نتیجه آزمون،
- ۷-۹ کلیه مشخصات مشاهده شده در حین اندازه گیری و تمامی عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده و ممکن است تاثیری روی نتیجه بدست آمده در مورد آزمایش و ماده یا / موارد مرجع تایید شده داشته باشد .

پیوست الف

(الزامی)

نمودار گردش رویه پذیرش مقادیر تجزیه ای آزمونه‌ها



r در بند (۸-۲-۱) تعریف شده است.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

استخراج معادلات مربوط به رواداری های مجاز و تکرارپذیری

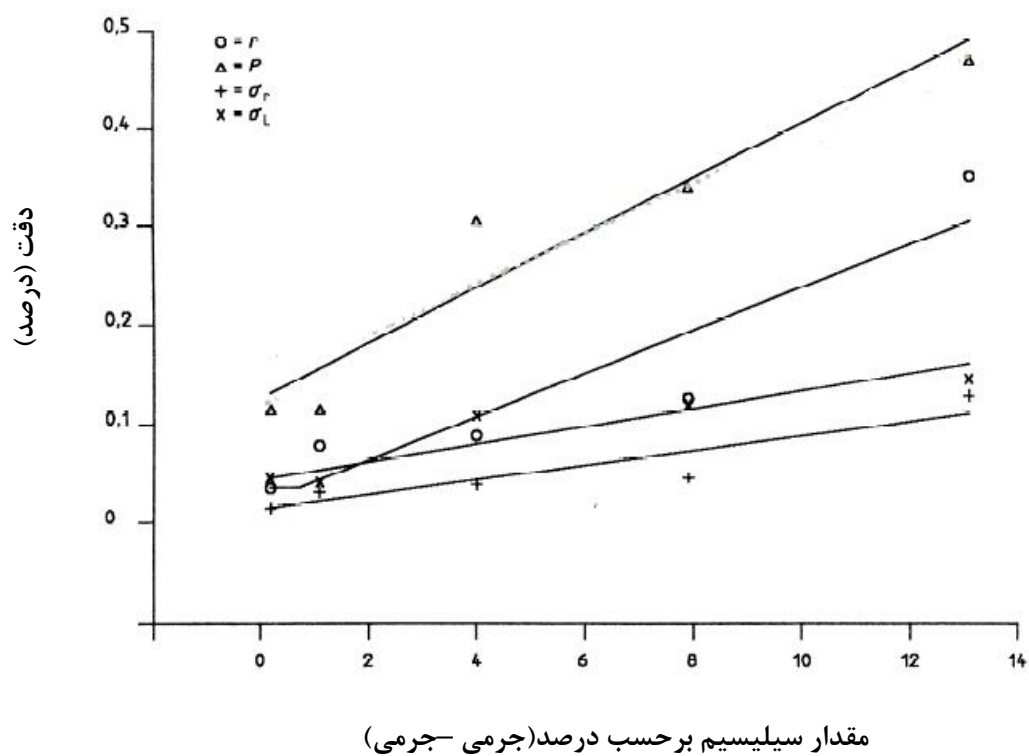
معادله ۸-۲-۱ از نتایج آزمایش های بین المللی در سالهای ۱۹۷۰ و ۱۹۷۱ بر روی ۵ نمونه کانه در ۳۳ آزمایشگاه در ۱۲ کشور به دست آمده است. رفتار گرافیکی داده های دقت در پیوست پ آورده شده است .

مقدار سیلیسیم (درصد جرمی-جرمی)	نمونه
0.20	Palabora re
1.06	Philippine iron sand
3.95	Swedish ore
7.85	UK sinter
12.95	Krivoi rog ore

پیوست پ

(اطلاعاتی)

داده های مربوط به دقت آزمایشات تجزیه ای بین المللی



شکل پ-۱ - داده های مربوط به دقت آزمایشات تجزیه ای

یادآوری - شکل بالا نمایانگر معادله ۸-۲-۱ می باشد