



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۳۸۴۶-۱

چاپ اول

ISIRI

13846-1

1st. Edition

فولاد و چدن – اندازه‌گیری مقدار سیلیس
کل – روش اسپکتروفتومتری مولیبد و
سیلیکات کاهش یافته –
قسمت ۱: مقدار سیلیس بین ۰/۰۵ درصد
و ۱/۰ درصد

**Steel and cast iron – Determination of total
silicon content – Reduced molybdosilicate
spectrophotometric method
Part 1: Silicon contents between 0.05 and
1.0 %**

ICS:77.080.01

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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* 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. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه مند 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 مؤسسه استاندارد تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱ کمیسیون بین‌المللی 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 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.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند 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 می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، مؤسسه 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 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

« فولاد و چدن - اندازه گیری مقدار سیلیس کل - روش اسپکتروفتومتری مولیبد و سیلیکات کاهش یافته - قسمت ۱: مقدار سیلیس بین ۰/۰۵ درصد و ۱/۰ درصد »

رئیس:

اکرم زاده اردکانی، مجتبی
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

دبیران:

ارمی، علی

(لیسانس مکانیک سیالات)

شجاعی فرد، ناهید

(لیسانس شیمی کاربردی)

شرکت پارس معیار سنجش ایساتیس

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ایاز، محمد

(لیسانس شیمی)

شرکت فولاد آلیاژی ایران - یزد

بهجتی اردکانی، رضا

(لیسانس شیمی)

دانشگاه پیام نور - واحد اردکان

جعفرزاده، محمد حسین

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

شرکت فولاد آلیاژی ایران - یزد

جلوه، محمد حسن

(لیسانس شیمی)

صنایع متالورژی یزد

قیصری، ناهید

(فوق لیسانس شیمی معدنی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

نبوی، آریتا

(لیسانس شیمی)

شرکت پارس مولیبدن

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
۱	۳ اساس روش
۲	۴ مواد و/ یا واکنشگرها
۳	۵ وسایل
۴	۶ نمونه برداری
۴	۷ روش انجام آزمون
۸	۸ بیان نتایج
۱۰	۹ گزارش آزمون
۱۱	پیوست الف (اطلاعات تکمیلی در خصوص آزمون مشارکتی بین المللی)
۱۲	پیوست ب (اطلاعاتی) نمایش نموداری داده های دقت

پیش گفتار

استاندارد " فولاد و چدن - اندازه گیری مقدار سیلیس کل - روش اسپکتروفتومتری مولیبد و سیلیکات کاهش یافته - قسمت ۱: مقدار سیلیس بین ۰/۰۵ درصد و ۱/۰ درصد " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت پارس معیار سنجش ایساتیس تهیه و تدوین شده و در ششصد و بیست و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مکانیک و فلزشناسی مورخ ۱۳۸۹/۱۲/۱۷ 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 4829-1: 1986, Steel and cast iron – Determination of total silicon content – Reduced molybdosilicate spectrophotometric method.

Part 1: Silicon contents between 0.05 and 1.0 %

فولاد و چدن - اندازه‌گیری مقدار سیلیس کل - روش اسپکتروفتومتری مولیبد و سیلیکات کاهش یافته - قسمت ۱: مقدار سیلیس بین ۰/۰۵ درصد و ۱/۰ درصد

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اسپکتروفتومتری با استفاده از مولیبدوسیلیکات کاهش یافته برای اندازه‌گیری مقدار سیلیس کل در فولاد و چدن است. این روش برای اندازه‌گیری مقدار سیلیس در محدوده بین ۰/۰۵ درصد (m/m) و ۱/۰ درصد (m/m) در فولاد و چدن قابل انحلال در یک یا چند مخلوط اسیدی 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 تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون 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 ۴۹۱ : سال ۱۳۸۴، فولاد و محصولات فولادی - محل و آماده سازی نمونه‌ها و آزمون‌ها برای آزمون‌های مکانیکی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲-۲ : سال ۱۳۸۴، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری-قسمت دوم-روش پایه برای تعیین تکرارپذیری و تجدیدپذیری روش اندازه‌گیری استاندارد

۳ اساس روش

آزمونه در یک مخلوط اسیدی متناسب با ترکیب آلیاژ حل می‌شود. باقیمانده نامحلول اسیدی با سدیم پراکسید ذوب می‌شود.

کمپلکس مولیبدوسیلیکات اکسید شده (زرد رنگ) در محلول اسیدی ضعیف تشکیل می‌گردد. احیا انتخابی کمپلکس مولیبدوسیلیکات به کمپلکس احیا شده آبی رنگ با اسکوربیک اسید، بعد از افزایش غلظت سولفوریک اسید و افزودن اگزالیک اسید برای جلوگیری از تداخل فسفر، آرسنیک و وانادیم صورت می‌گیرد.

کمپلکس احیا شده آبی رنگ در طول موج حدود ۸۱۰ نانومتر به روش اسپکتروفتومتری اندازه‌گیری می‌شود.

۴ مواد و / یا واکنشگرها

در کلیه اندازه گیری ها، غیر از موارد تصریح شده، از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه ای^۱ و فقط آب مقطر یا آب با خلوص معادل آن با ویژگی های منطبق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید. تمام محلول ها باید تازه تهیه شده و در ظروف پلی پروپیلن یا پلی تترا فلوئورواتیلن نگهداری شوند.

۱-۴ آهن خالص ، مقدار سیلیس کمتر از پنج میکروگرم بر گرم.

۲-۴ سدیم پراکسید، اندازه ذرات کوچکتر از ۵۰۰ میکرو متر.

۳-۴ نیتریک اسید.

به آرامی ۱۵۰ میلی لیتر نیتریک اسید با دانسیته تقریبی ۱/۴۰ گرم بر میلی لیتر را به ۶۰۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه کنید. سپس خنک کنید و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رسانده و مخلوط کنید.

۴-۴ سولفوریک اسید به نسبت ۱:۴ حجمی/حجمی

۲۵۰ میلی لیتر سولفوریک اسید با دانسیته تقریبی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر را با احتیاط و در حالی که به هم می زنید، به ۶۰۰ میلی لیتر آب اضافه کنید. خنک کنید، به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رسانده و مخلوط کنید.

۵-۴ سولفوریک اسید به نسبت ۱:۲۰ حجمی/حجمی

۵۰ میلی لیتر سولفوریک اسید با دانسیته تقریبی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر را با احتیاط و در حالی که به هم می زنید، به ۸۰۰ میلی لیتر آب اضافه کنید. خنک کنید، به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رسانده و مخلوط کنید.

۶-۴ مخلوط هیدروکلریک -نیتریک اسید.

۱۸۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید با دانسیته تقریبی ۱/۱۹ گرم بر میلی لیتر و ۶۵ میلی لیتر نیتریک اسید با دانسیته تقریبی ۱/۴۰ گرم بر میلی لیتر را به ۵۰۰ میلی لیتر آب اضافه کنید. خنک کنید، به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رسانده و مخلوط کنید.

۷-۴ مخلوط سولفوریک -نیتریک اسید.

۳۵ میلی لیتر سولفوریک اسید با دانسیته تقریبی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر و ۴۵ میلی لیتر نیتریک اسید با دانسیته تقریبی ۱/۴۰ گرم بر میلی لیتر را با احتیاط و در حالی که ظرف محتوی ۵۰۰ میلی لیتر آب را به هم می زنید، اضافه کنید. به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رسانده و مخلوط کنید.

۸-۴ اسکوربیک اسید، محلول ۲۰ گرم بر لیتر.

۹-۴ محلول اگزالیک اسید.

۵ گرم اگزالیک اسید دو آبه ($C_2H_2O_4.2H_2O$) را در آب حل کنید. به حجم ۱۰۰ میلی لیتر رسانده و مخلوط کنید.

۱۰-۴ هیدرژن پراکسید.

۲۰۰ میلی لیتر هیدرژن پراکسید ۳۰۰ گرم بر لیتر را به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رسانده و مخلوط کنید.

۱۱-۴ پتاسیم پرمنگنات، محلول ۲۲/۵ گرم بر لیتر

۲۲/۵ گرم پتاسیم پرمنگنات را توزین نموده و با آب به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رسانده و مخلوط کنید. قبل از استفاده صاف کنید.

۱۲-۴ محلول سدیم مولیبدات

۲/۵ گرم سدیم مولیبدات دو آبه ($Na_2MoO_4.2H_2O$) را در ۵۰ میلی لیتر آب حل کنید و با استفاده از کاغذ صافی بافت متوسط آن را صاف کنید. بلافاصله قبل از استفاده، ۱۵ میلی لیتر سولفوریک اسید (۴-۵) به آن اضافه نمایید و سپس به حجم ۱۰۰ میلی لیتر رسانده و مخلوط کنید.

۱۳-۴ سیلیس، محلول استاندارد

۱-۱۳-۴ سیلیس، محلول ذخیره معادل یک گرم سیلیس بر لیتر

۲/۱۳۹۳ گرم سیلیس تازه تکلیس شده با خلوص بالا (بیشتر از ۹۹/۹ درصد SiO_2) (به یادآوری یک رجوع شود) را با دقت ۰/۱ میلی گرم توزین نموده و به بوته پلاتینی انتقال دهید. با ۱۶ گرم سدیم کربنات بدون آب کاملاً مخلوط کنید و به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۱۰۵۰ درجه سلسیوس ذوب کنید. حاصل ذوب را در ۱۰۰ میلی لیتر آب در یک بشر پلی تترافلوئورواتیلن یا پلی اتیلن حل کنید (به یادآوری یک رجوع شود). حاصل انحلال را به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کنید. دقت کنید که باقیمانده نامحلول به بالن حجمی منتقل نشود. با آب به حجم رسانده و مخلوط کنید. سپس بلافاصله آن را برای نگهداری به بطری پلی تترافلوئورواتیلن درپوش دار منتقل نمایید. یک میلی لیتر از این محلول ذخیره حاوی یک میلی گرم سیلیس می باشد.

یادآوری ۱- سیلیس با درجه خلوص بالا باید به مدت یک ساعت در دمای ۱۱۰۰ درجه سلسیوس تکلیس شده باشد و تا قبل از استفاده در دسیکاتور خنک شود.

یادآوری ۲- حاصل ذوب ممکن است به هضم طولانی مدت درون آب و حرارت ملایم نیاز داشته باشد.

۲-۱۳-۴ سیلیس، محلول استاندارد معادل ۲۰۰ میلی گرم سیلیس بر لیتر

۵۰ میلی لیتر از محلول ذخیره سیلیس (۱-۱۳-۴) را به یک بالن حجمی ۲۵۰ میلی لیتری منتقل نمایید. با آب به حجم رسانده و مخلوط کنید. سپس بلافاصله آن را برای نگهداری به بطری پلی تترافلوئورواتیلن درپوش دار منتقل کنید.

یک میلی لیتر از این محلول استاندارد حاوی ۲۰۰ میکروگرم سیلیس می باشد.

۵ وسایل

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی موارد زیر نیز مورد نیاز است:

۱-۵ بشر، از جنس پلی‌تترافلوئورواتیلن یا پلی‌پروپیلن با ظرفیت ۲۵۰ میلی‌لیتر.

۲-۵ بوته، از جنس فلز زیرکونیم (به یادآوری رجوع شود)، با ظرفیت ۵۰ میلی‌لیتر.

یادآوری-بوته‌های آلومینای زینتر شده ممکن است به عنوان جایگزینی برای بوته‌های زیرکونیم فلزی استفاده شود.

۳-۵ اسپکتروفتومتر

اسپکتروفتومتر باید توانایی اندازه‌گیری جذب با پهنای باند طیفی ۱۰ نانومتر یا کمتر در طول موج ۸۱۰ نانومتر را دارا باشد. درستی طول موج اندازه‌گیری باید ± 2 نانومتر بوده که به وسیله ماکزیمم جذب فیلتر دیدیموم در ۸۰۳ نانومتر یا روش کالبراسیون مناسب دیگری سنجش می‌شود. محلول با جذب حداکثر باید تکرارپذیری $\pm 0.3\%$ درصد یا بهتر داشته باشد. تکرارپذیری بر حسب انحراف نسبی بیان می‌شود.

۶ نمونه برداری و تهیه نمونه

نمونه برداری بر اساس استاندارد ملی ایران به شماره ۴۹۱ سال ۱۳۸۴ یا استاندارد ملی مناسب برای چدن انجام شود

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ آزمون^۱

(0.1 ± 0.5) گرم از آزمایش، به صورت تراشه‌های ریز، پودر شده یا براده را با دقت ۰/۰۰۱ گرم توزین کنید.

۲-۷ آزمون شاهد

به موازات اندازه‌گیری و به همان روش کار، آزمون شاهد را با استفاده از همان مقدار از واکنشگرها اما با استفاده از (0.1 ± 0.5) گرم آهن خالص (۴-۱) به جای آزمایش انجام دهید (به یادآوری رجوع شود).

یادآوری- آهن خالص بسیار آهسته در مخلوط سولفوریک/نیتریک اسید (۴-۷) حل می‌شود. همچنین ممکن است در ۸۵ میلی‌لیتر سولفوریک اسید (۴-۵) و در ادامه به وسیله ۳۵ میلی‌لیتر نیتریک اسید (۴-۳) حل شود.

۳-۷ اندازه‌گیری

۱-۳-۷ انحلال آزمون

آزمون (۱-۷) را به یک بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری پلی‌پروپیلن یا پلی‌تترافلوئورواتیلن (۵-۱) انتقال دهید. ۱۲۰ میلی‌لیتر مخلوط سولفوریک/نیتریک اسید (۴-۷) اضافه کرده و به ملایمت گرم کنید تا آزمون حل شود (به یادآوری ۱ و دو رجوع شود).

یادآوری ۱- برای آزمون‌هایی که به آهستگی حل می‌شوند، توصیه می‌شود آزمون در ۸۵ میلی‌لیتر سولفوریک اسید (۴-۵) و در ادامه به وسیله ۳۵ میلی‌لیتر نیتریک اسید (۴-۳) حل شود.

یادآوری ۲- برای آزمون‌هایی که در مخلوط سولفوریک /نیتریک اسید(۴-۷) انحلال ناپذیرند، از ۸۵ میلی‌لیتر مخلوط هیدروکلریک/نیتریک اسید(۴-۶) استفاده کنید.

وقتی عمل انحلال کامل شد، محلول را با استفاده از کاغذ صافی با بافت متراکم بدون خاکستر صاف کنید. مایع زیر صافی را در یک بشر ۵۰۰ میلی‌لیتری جمع‌آوری کنید. بشر را با ۲۰ میلی‌لیتر آب داغ آبکشی کنید و در حین آبکشی. ذرات چسبیده به بشر را با یک همزن شیشه‌ای سر پلاستیکی جدا کرده و به همان کاغذ صافی منتقل نمایید. کاغذ صافی را چندین بار با مقادیر ۲۰ میلی‌لیتری آب داغ بشوید. مایع زیر صافی را برای استفاده در روش ارائه شده در بند ۷-۳-۳ نگهداری کنید (به یادآوری سه رجوع شود).

یادآوری ۳- اگر فقط سیلیس محلول در اسید مورد نیاز باشد، مستقیماً مطابق بند ۷-۳-۳ اقدام نمایید. اما این روش برای سیلیس محلول در اسید شرط لازم و کافی نیست، به طوری که مقادیر مختلفی برای فلزات مختلف متناسب با زمان انحلال می‌توان فراهم نمود.

۷-۳-۲ آماده‌سازی باقیمانده نامحلول

کاغذ صافی و باقیمانده را به یک بوتله فلزی از جنس زیرکونیم (۵-۲) منتقل کنید و در دمای پایین بسوزانید تا مواد کربنی خارج شوند. سپس بوتله را در کوره در دمای ۶۰۰ درجه سلسیوس قرار دهید، تا محتویات آن بسوزد. بوتله را سرد کنید و ۰/۲۵ گرم سدیم پراکسید (۴-۲) به باقیمانده اضافه کرده و مخلوط کنید. ۰/۲۵ گرم سدیم پراکسید را به صورتی اضافه نمایید که سطح مخلوط درون بوتله را بپوشاند و به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۶۰۰ درجه سلسیوس در کوره حرارت دهید. بوتله را سرد کنید و ۱۵ میلی‌لیتر آب به آن بیافزایید. درب بوتله را بگذارید و اجازه دهید واکنش فروکش کند. ۱۵ میلی‌لیتر سولفوریک اسید (۴-۵) را به آن اضافه کنید. مخلوط کنید تا رسوب حل شود و به مایع زیر صافی حاصل از روش ارائه شده بند ۷-۳-۱ اضافه کنید. بوتله و درب آن را آبکشی کنید و حاصل را به مایع زیر صافی اضافه کنید.

۷-۳-۳ آماده‌سازی محلول آزمون

محلول به دست آمده از بندهای ۷-۳-۱ یا ۷-۳-۲ را تا حجم تقریبی ۳۰۰ میلی‌لیتر رقیق نموده و سرد کنید. پنج میلی‌لیتر محلول پتاسیم پرمنگنات (۴-۱۱) اضافه کنید، در صورت لزوم، قطره قطره اضافه کنید تا رنگ صورتی روشن ظاهر شده، حداقل یک دقیقه پایدار بماند. حرارت دهید تا به جوش آید و به مدت دو دقیقه به آرامی بجوشد. در صورت نیاز، قطره قطره هیدروژن پراکسید (۴-۱۰) اضافه کنید تا رسوب مگنز دی‌اکسید حل شده و به مدت پنج دقیقه به آرامی بجوشانید. محلول را سرد کنید و به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. به حجم برسانید و مخلوط کنید.

۷-۳-۴ ظهور رنگ

چهار بالن حجمی ۵۰ میلی‌لیتری از جنس بوروسیلیکات تهیه کنید. با استفاده از پیت حبابدار ۲۰ میلی‌لیتری، مقادیر ۲۰ میلی‌لیتر از محلول آزمون (۷-۳-۳) (به یادآوری رجوع شود) را به دو بالن حجمی

۵۰ میلی‌لیتری مجزا منتقل کنید و به دو بالن حجمی دیگر مقادیر ۲۰ میلی‌لیتر از محلول شاهد (۲-۷) اضافه کنید. در هر مورد، یکی از دو محلول برای آزمون و دیگری برای محلول جبرانی استفاده می‌شود. محلول‌های آزمون جبرانی را در محدوده دمای ۱۵ درجه سلسیوس تا حداکثر ۲۵ درجه سلسیوس را به صورتی که در زیر بیان شده عمل‌آوری نمایید. برای افزایش همه واکنشگرها از پیپت استفاده کنید:

الف- محلول آزمون- به ترتیب زیر اضافه نموده و بعد از هر افزایش تکان دهید:

- ۱۰/۰ میلی‌لیتر محلول سدیم مولیبدات (۴-۱۲) و اجازه دهید به مدت ۲۰ دقیقه بماند؛

- ۵/۰ میلی‌لیتر سولفوریک اسید (۴-۴)؛

- ۵/۰ میلی‌لیتر محلول اگزالیک اسید (۴-۹)؛

- بلافاصله، ۵/۰ میلی‌لیتر محلول اسکوربیک اسید (۴-۸).

ب- محلول جبرانی- به ترتیب زیر اضافه نموده و بعد از هر افزایش تکان دهید:

- ۵/۰ میلی‌لیتر سولفوریک اسید (۴-۴)؛

- ۵/۰ میلی‌لیتر محلول اگزالیک اسید (۴-۹)؛

- ۱۰/۰ میلی‌لیتر محلول سدیم مولیبدات (۴-۱۲)؛

- بلافاصله، ۵/۰ میلی‌لیتر محلول اسکوربیک اسید (۴-۸).

بالن را به حجم رسانده و مخلوط کنید. اجازه دهید محلول‌های آزمون (آزمونه و شاهد) و محلول جبرانی به مدت ۳۰ دقیقه بی‌حرکت بماند.

یادآوری- محلول‌هایی از آزمایش حاوی نیوبیوم یا تانتالیم رسوب‌های بسیار ریزی را در رقت‌های پایین تشکیل می‌دهند. اجازه دهید تا رسوب ته‌نشین شود و فوراً قبل از برداشتن محلول، آن را با استفاده از یک کاغذ صافی بافت متراکم خشک درون ظرف مناسب خشک صاف کنید. چند میلی‌لیتر اولیه را دور بریزید.

۷-۳-۵ اندازه‌گیری‌های اسپکتروفتومتری

جذب هر یک از محلول‌ها (۷-۳-۴) را در طول موج حدود ۸۱۰ نانومتر (به یادآوری زیر رجوع شود) با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر و سل مناسب (به جدول ۱ رجوع شود) اندازه‌گیری نمایید. از آب به عنوان مرجع استفاده کنید.

جذب هر یک از محلول‌های آزمون (آزمونه و شاهد) را با کم کردن جذب هر یک از محلول‌های جبرانی مربوطه تصحیح کنید.

یادآوری- طول موجی غیر از ۸۱۰ نانومتر (در محدوده ۷۶۰ نانومتر تا ۸۶۰ نانومتر) نیز ممکن است در اسپکتروفتومتری استفاده شود، مشروط بر اینکه محدوده مناسبی از جذب برای محلول‌های کالیبراسیون در دستگاه اسپکترومتر حاصل شود. ضریب جذب جرم مخصوص در ۸۱۰ نانومتر بر حسب ۷۸۰ بر (گرم سیلیس بر لیتر) بر سانتی‌متر اندازه‌گیری خواهد شد.

۴-۷ رسم منحنی کالیبراسیون

۱-۴-۷ تهیه محلول‌های کالیبراسیون

بخش‌هایی شامل (0.1 ± 0.5) گرم از آهن خالص (۱-۴) را به بشرهای ۲۵۰ میلی‌لیتری از جنس پلی‌پروپیلن یا پلی‌تترافلوئورواتیلن (۱-۵) منتقل کنید و مطابق بندهای ۱-۳-۷ و ۲-۳-۷ آن‌ها را حل کنید (به یادآوری بند ۲-۷ رجوع شود).

حجم‌های مشخصی از محلول استاندارد سیلیس (۲-۱۳-۴) را به محلول‌های فوق برای به دست آوردن سری محلول‌های کالیبراسیون با مقادیر سیلیس مشخص شده در جدول ۱، اضافه کنید. آماده‌سازی سری‌های کالیبراسیون را مانند روش توضیح داده شده در بندهای ۳-۳-۷ تا ۴-۳-۷ ادامه دهید. یک محلول جبرانی برای هر یک از محدوده‌های کالیبراسیون کافی است. اجازه دهید هر محلول کالیبراسیون همراه با محلول جبرانی به مدت ۳۰ دقیقه بی‌حرکت بماند.

۲-۴-۷ اندازه‌گیری‌ها به روش اسپکتروفتومتری

جذب هر یک از محلول‌ها (۱-۴-۷) را در طول موج حدود ۸۱۰ نانومتر (به یادآوری ۵-۳-۷ رجوع شود) با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر و سل مناسب (به جدول ۱ رجوع شود) اندازه‌گیری نمایید. از آب به عنوان مرجع استفاده کنید.

جذب محلول جبرانی را از جذب هر یک از محلول‌های کالیبراسیون کم کنید. سپس مقدار جذب خالص را با کم کردن (تفریق) جذب تصحیح شده غلظت صفر از جذب تصحیح شده هر یک از محلول‌های کالیبراسیون در سری‌ها بدست آورید.

۳-۴-۷ رسم منحنی کالیبراسیون و محاسبه ضریب زاویه a

تغییرات جذب خالص را نسبت به غلظت بر اساس پهنای سل یک سانتی‌متری برای هر یک از محلول‌ها رسم کنید. به صورتی که محور طول‌ها جرم سیلیس در محلول کالیبراسیون بر حسب میکروگرم بر میلی‌لیتر و محور عرض‌ها مقادیر جذب خالص آن‌ها باشد.

ضریب زاویه، a، را در صورتی که خط راست باشد، از شیب منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

جدول ۱- مشخصات روش اسپکتروفتومتری

اندازه سل (cm)	غلظت سیلیس در محلول آبی بعد از ظهور رنگ $\mu g / ml$	جرم متناظر سیلیس μg	محلول استاندارد سیلیس (۲-۱۳-۴) ml	مقدار سیلیس %(m/m)
۲ یا ۴	۰٫۰۰ ۰٫۰۴ ۰٫۰۸ ۰٫۱۲ ۰٫۱۶ ۰٫۲۰	۰ ۱۰۰ ۲۰۰ ۳۰۰ ۴۰۰ ۵۰۰	۰٫۰۰ ۰٫۵۰ ۱٫۰۰ ۲٫۰۰ ۲٫۵۰	۰٫۱۰ تا ۰٫۵۰
۲	۰٫۰۰ ۰٫۲۰ ۰٫۴۰ ۰٫۶۰ ۰٫۸۰ ۱٫۰۰	۰ ۵۰۰ ۱۰۰۰ ۱۵۰۰ ۲۰۰۰ ۲۵۰۰	۰٫۰۰ ۰٫۵۰ ۵٫۰۰ ۷٫۵۰ ۱۰٫۰۰ ۱۲٫۵۰	۰٫۵۰ تا ۱٫۰۰
۱	۰٫۰۰ ۰٫۸۰ ۱٫۲۰ ۱٫۶۰ ۲٫۰۰	۰ ۲۰۰۰ ۳۰۰۰ ۴۰۰۰ ۵۰۰۰	۰٫۰۰ ۱۰٫۰۰ ۱۵٫۰۰ ۲۰٫۰۰ ۲۵٫۰۰	۱٫۰۰ تا ۰٫۵۰

۸ بیان نتایج

۸-۱ روش محاسبه

۸-۱-۱ وقتی منحنی کالیبراسیون خط راست نباشد

با استفاده از منحنی کالیبراسیون (۷-۴-۳)، جذب تصحیح شده محلول آزمون (آزمونه و شاهد) (۷-۳-۵) را به غلظت مربوطه سیلیس بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر، تبدیل کنید.
مقدار سیلیس (Si) را بر حسب درصد جرمی از فرمول زیر محاسبه کنید:

$$\begin{aligned}
 & (\rho_{si1} - \rho_{si0}) \times \frac{1}{10^6} \times \frac{1}{d} \times \frac{v_0}{v_1} \times \frac{v_t}{m} \times 100 \\
 & = (\rho_{si1} - \rho_{si0}) \times \frac{1}{10^6} \times \frac{1}{d} \times \frac{1000}{20} \times \frac{50}{m} \times 100 \\
 & = (\rho_{si1} - \rho_{si0}) \times \frac{1}{4dm}
 \end{aligned}$$

که در آن:

- ρ_1 غلظت سیلیس در محلول شاهد (تصحیح شده با محلول جبرانی) بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر؛
 ρ_0 غلظت سیلیس در محلول آزمون (تصحیح شده با محلول جبرانی) بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر؛
 d طول مسیر نوری سل استفاده شده برای اندازه گیری بر حسب سانتیمتر؛
 v_0 حجم محلول آزمون (۳-۳-۷) بر حسب میلی لیتر؛
 v_1 حجم برداشته شده (۴-۳-۷) بر حسب میلی لیتر؛
 v_t حجم محلول آزمون جهت ظهور رنگ (۴-۳-۷) بر حسب میلی لیتر؛
 m جرم آزمونه (۱-۷) بر حسب گرم؛
۲-۱-۸ وقتی منحنی کالیبراسیون خط راست باشد.

$$\begin{aligned}
 & \frac{A_1 - A_0}{a} \times \frac{1}{10^6} \times \frac{1}{d} \times \frac{v_0}{v_1} \times \frac{v_t}{m} \times 100 \\
 &= \frac{A_1 - A_0}{a} \times \frac{1}{10^6} \times \frac{1}{d} \times \frac{1000}{20} \times \frac{50}{m} \times 100 \\
 &= \frac{A_1 - A_0}{4adm}
 \end{aligned}$$

که در آن:

- A_0 جذب تصحیح شده محلول شاهد (۵-۳-۷)؛
 A_1 جذب تصحیح شده محلول آزمونه (۵-۳-۷)؛
 a ضریب زاویه یا جذب محلول اندازه گیری شده با طول مسیر نوری یک سانتیمتری بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر؛
 d طول مسیر نوری سل استفاده شده برای اندازه گیری بر حسب سانتیمتر؛
 v_0 حجم محلول آزمون (۳-۳-۷) بر حسب میلی لیتر؛
 v_1 حجم برداشته شده (۴-۳-۷) بر حسب میلی لیتر؛
 v_t حجم محلول آزمون جهت ظهور رنگ (۴-۳-۷) بر حسب میلی لیتر؛
 m جرم آزمونه (۱-۷) بر حسب گرم؛

۲-۸ دقت

یک برنامه آزمون طراحی شده با مشارکت ۱۸ آزمایشگاه در ده غلظت متفاوت سیلیس انجام شد. هر آزمایشگاه چهار اندازه گیری برای تعیین مقدار سیلیس در هر یک از غلظت ها انجام داد. آزمایشگاه های مورد استفاده در پیوست الف مشخص شده است. نتایج به دست آمده، مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۴۴۲: سال ۱۳۸۴ مورد تجزیه و تحلیل آماری قرار گرفت.

این روش نشان داد که یک رابطه لگاریتمی بین مقدار سیلیس و تکرار پذیری (r) و تجدیدپذیری (R) که در جدول دو بطور خلاصه ارائه شده، وجود دارد. نمایش گرافیکی شکل‌ها در پیوست ب نشان داده شده است.

جدول ۲- مقادیر تکرارپذیری و تجدیدپذیری

تجدیدپذیری R	تکرارپذیری R	مقدار سیلیس %(m/m)
۰/۰۰۸	۰/۰۰۴	۰/۰۵
۰/۰۱۲	۰/۰۰۶	۰/۱
۰/۰۱۸	۰/۰۰۹	۰/۲
۰/۰۳۲	۰/۰۱۵	۰/۵
۰/۰۴۹	۰/۰۲۳	۱/۰

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی حداقل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۹ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛
- ۲-۹ کلیه اطلاعات مورد نیاز برای شناسایی نمونه، آزمایشگاه و تاریخ انجام آزمون؛
- ۳-۹ نتایج آزمون؛
- ۴-۹ هر اتفاق غیر عادی قابل توجه در طی اندازه‌گیری؛
- ۵-۹ شرح عملیاتی که در این استاندارد ملی مشخص نشده و یا به صورت اختیاری بکار رفته است

پیوست الف (اطلاعاتی)

اطلاعات تکمیلی در خصوص آزمون مشارکتی بین المللی

جدول شماره ۲ در بند ۸-۲ برگرفته از نتایج سنجش بین المللی در سال ۱۹۸۳ بر روی یک نمونه آهن و نه نمونه فولاد در ۱۸ آزمایشگاه از هفت کشور می باشد.

نتایج سنجش در مجله ISO/TC/17/SC در آپریل ۱۹۸۴ منتشر شده است. نمایش نموداری داده های دقت در پیوست ب نشان داده شده است.

آزمایه های مورد استفاده در جدول ۳ مشخص شده است.

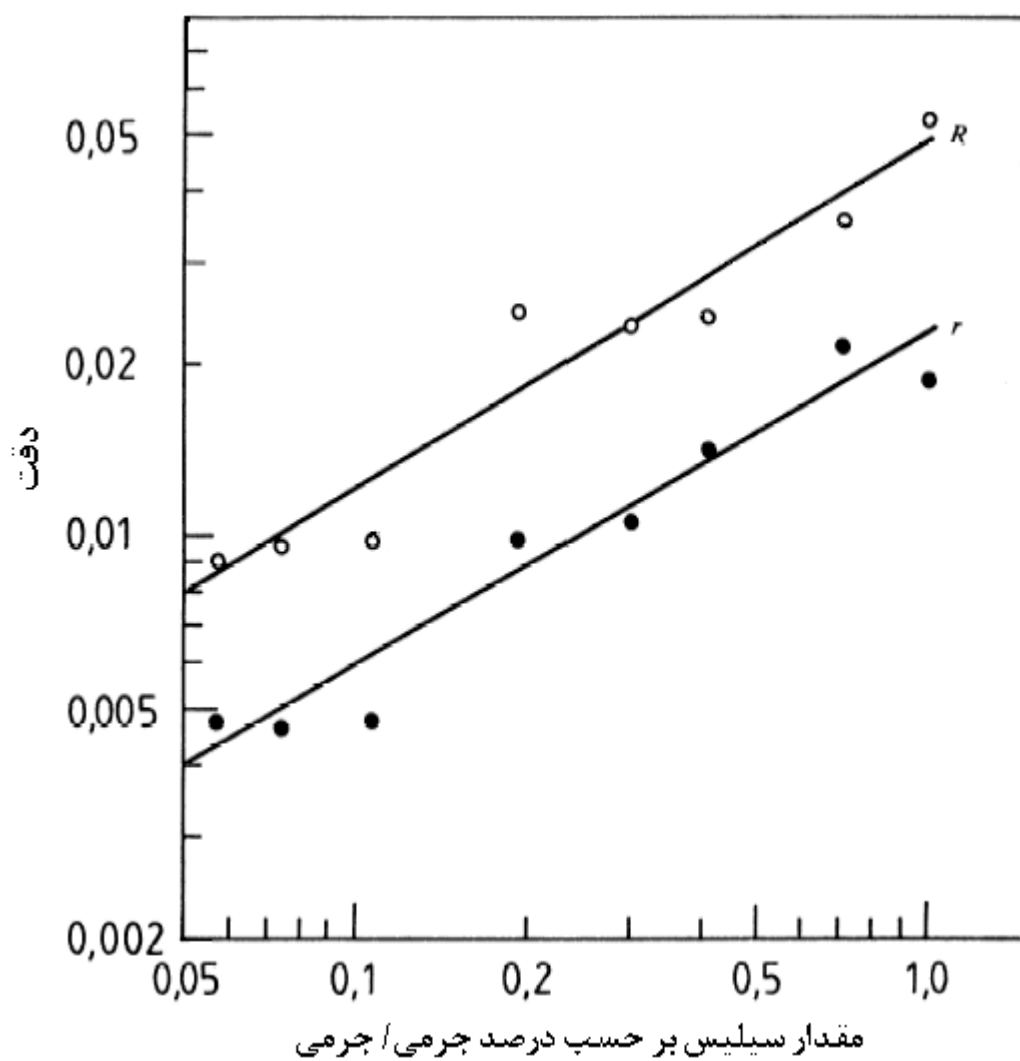
جدول الف-۱ - آزمایه های مورد استفاده

مقدار سیلیس درصد (m/m)	نمونه
۰/۰۰۸	ECRM 085-1 0.3 % S free-cutting steel
۰/۰۲۴	JSS 023-5 Unalloyed steel
۰/۰۵۵	BCS 452/1 1.30 %Mn steel
۰/۰۷۲	ECRM 020-1 Unalloyed steel
۰/۱۰۵	ECRM 081-1 Unalloyed steel
۰/۱۹	ECRM 254-1 7% W, 5 % Mo, % V, 5 % Cr steel
۰/۲۹۳	ECRM 077-2 1.25 % Mn steel
۰/۴۱۷	ECRM 277-1 18 % Cr, 10 % Ni steel
۰/۷۱۷	ECRM 484-1 White malleable cast iron
۰/۹۸۵	ECRM 276-1 5 % Cr, 1.5 % Mo, 0.5 % V steel

یادآوری ۱- آنالیز آماری بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲-۲ انجام شده است.

یادآوری ۲- ده نمونه برای آزمون های مشارکتی استفاده شده بود. ولی از آن جا که، این روش برای مقادیر سیلیس بین ۰/۰۵ درصد (m/m) و یک درصد (m/m) کاربرد دارد، فقط هشت نقطه روی نمودار پیوست ب مشخص شده است و داده های مربوط به نمونه های ECRM 085-1 و JSS 023-5 حذف شده اند.

پیوست ب
(اطلاعاتی)
نمایش نموداری داده‌های دقت



شکل ب-۱- رابطه لگاریتمی بین مقدار سیلیس و حد تکرارپذیری r یا حدود تجدیدپذیری R