



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۳۸۴۶-۲

چاپ اول

۱۳۹۵

INSO

13846-2

1st.Edition

2017

Identical with
ISO 4829-2:2016

فولاد- اندازه گیری مقدار سیلیسیم کل -
روش اسپکتروفتومتری مولیبدوسیلیکات
کاهش یافته -

قسمت ۲: مقدار سیلیسیم بین ۰,۰۱ % تا

۰,۰۵ %

Steels — Determination of total silicon
contents — Reduced molybdosilicate
spectrophotometric method —
Part 2: Silicon Silicon contents between
0,01 % and 0,05 %

ICS: 77.080.01

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.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.org.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 استاندارد 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

« فولاد - اندازه گیری مقدار سیلیسیم کل - روش اسپکتروفتومتری مولیبدوسیلیکات

کاهش یافته - قسمت ۲: مقدار سیلیسیم بین ۰/۰۱٪ تا ۰/۰۵٪ »

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیات علمی - دانشگاه شهید چمران

رئیس:

زرگر، بهروز
(دکتری شیمی)

دبیر:

معاون استانداردسازی و آموزش - اداره کل استاندارد خوزستان

خوشنام، فرزانه
(دکتری شیمی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کمیته متناظر فولاد TC17 - نائب رئیس کمیته فرعی SC19

ابراهیمی زاده، وحید
(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

کارشناس تضمین کیفیت - شرکت فولاد خوزستان

آهویی، زینب
(کارشناسی مهندسی مواد)

مدیر کنترل کیفیت - گروه ملی صنعتی فولاد ایران

بیرگانی نیا، صولت
(کارشناسی مهندسی مواد)

دبیر کمیته متناظر فولاد TC17

پولادگر، عبدالعلی
(کارشناسی مهندسی مکانیک)

عضو مستقل - بازنشسته شرکت فولاد کاویان

شاهوردی شهرکی، فریدون
(کارشناسی ارشد مهندسی متالورژی)

کارشناس تدوین - اداره کل استاندارد خوزستان

عظیمی، مسعود
(کارشناسی مهندسی مواد)

کارشناس تدوین - اداره کل استاندارد خوزستان

فاتحی، محمد رضا
(کارشناسی مهندسی مکانیک)

ویراستار:

دبیر کمیته متناظر فولاد TC17

پولادگر، عبدالعلی
(کارشناسی مهندسی مکانیک)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۵ وسایل
۵	۶ نمونه‌برداری
۵	۷ روش انجام آزمون
۹	۸ بیان نتایج
۱۱	۹ گزارش آزمون
۱۲	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) اطلاعات تکمیلی مربوط به آزمون‌های مشارکتی بین‌المللی
۱۳	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد « فولاد- اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم کل-روش اسپکتروفتومتری مولیبدوسیلیکات کاهش‌یافته- قسمت ۲: مقدار سیلیسیم بین ۰/۰۱٪ تا ۰/۰۵٪ » که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در یک‌هزار و چهارصد و هفتاد و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مکانیک و فلزشناسی مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۲۷ 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 خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی 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 مزبور است:

ISO 4829-2: 2016, Steels - Determination of total silicon contents - Reduced molybdosilicate spectrophotometric method - Part 2: Silicon Silicon contents between 0,01 % and 0,05 %

مقدمه

این استاندارد یک قسمت از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۱۳۸۴۶ است.

قسمت دیگر این استاندارد به شرح زیر است:

استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۸۴۶: سال ۱۳۸۹، فولاد و چدن - اندازه‌گیری مقدار سیلیس کل-روش اسپکتروفتومتری مولیبدوسیلیکات کاهش یافته - قسمت ۱: مقدار سیلیس بین ۰/۰۵ درصد و ۱/۰ درصد

فولاد- اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم کل- روش اسپکتروفتومتری مولیبدوسیلیکات کاهش یافته- قسمت ۲: مقدار سیلیسیم بین ۰/۰۱٪ تا ۰/۰۵٪

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اسپکتروفتومتری برای اندازه‌گیری سیلیسیم کل در فولاد با استفاده از مولیبدوسیلیکات کاهش یافته است.

این استاندارد برای مقادیر سیلیسیم بین ۰/۰۱٪ تا ۰/۰۵٪ (کسر جرمی) در فولاد کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت 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 648, Laboratory glassware —Single-volume pipettes

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹: سال ۱۳۹۰، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی-پی‌پت‌های تک نشانه با استفاده از استاندارد ISO 648: 2008 تدوین شده است.

2-2 ISO 1042, Laboratory glassware — One-mark volumetric flask

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰: سال ۱۳۸۳، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی-بالن‌های حجم‌سنجی با یک خط نشانه با استفاده از استاندارد ISO 1042: 1998 تدوین شده است.

2-3 ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب-مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه -ویژگیها و روشهای آزمون با استفاده از استاندارد ISO 3696: 1987 تدوین شده است.

2-4 ISO 14284, Steel and iron —Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۹۳۷۶: سال ۱۳۸۶، فولاد و چدن - نمونه برداری و آماده سازی نمونه ها برای اندازه گیری ترکیبات شیمیایی با استفاده از استاندارد ISO 14284: 1996 تدوین شده است.

۳ اصول آزمون

آزمونه در مخلوطی از اسیدهای هیدروکلریک/ نیتریک حل می شود.

باقی مانده نامحلول اسیدی با سدیم پراکسید ذوب می شود. کمپلکس (زرد رنگ) مولیبدوسیلیکات اکسید شده در محلول اسیدی ضعیف تشکیل می شود.

کمپلکس مولیبدوسیلیکات با آسکوربیک اسید بعد از افزودن سولفوریک اسید غلیظ و اگزالیک اسید به منظور جلوگیری از مزاحمت های فسفر، آرسنیک و وانادیم به یک کمپلکس آبی رنگ به طور انتخابی کاهش می یابد.

اندازه گیری اسپکتروفتومتری کمپلکس آبی کاهش یافته در طول موج حدود ۸۱۰ nm انجام می شود.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

در طی تجزیه، مگر در موارد مشخص شده، فقط از واکنشگرهای با خلوص تجزیه ای شناخته شده و فقط آب درجه ۲ مطابق استاندارد ISO 3696، استفاده کنید. آب یون زدایی شده توسط تبادل یونی از آنجایی که ممکن است حاوی مقادیر قابل ملاحظه ای سیلیکای کلوئیدی باشد، نباید استفاده شود.

واکنشگرهای عرضه شده در بطری های شیشه ای، هنگام باز شدن، ممکن است رطوبت را جذب کرده و نسبت به شیشه واکنش پذیر شوند. واکنشگرهای قلیایی مانند سدیم کربنات و سدیم پراکسید به ویژه مستعد هستند. به منظور جلوگیری از احتمال آلودگی قابل ملاحظه ناشی از این منبع، توصیه می شود که فقط بطری های تازه باز شده از همه واکنشگرها برای تهیه محلول های واکنشگر، استفاده شود.

به منظور جلوگیری از آلودگی خارجی، آب باید در هنگام نیاز برای مقاصد ویژه تهیه شده و در ظروف پلی پروپیلن به منظور استفاده فوری نگهداری شود.

همه محلول ها باید به صورت تازه آماده شده و در ظروف پلی پروپیلن و پلی تترافلوئورو اتیلن نگهداری شوند.

۴-۱ آهن با خلوص بالا، حاوی کمتر از ۲ µg/g سیلیسیم

۴-۲ سدیم پراکسید، با اندازه ذرات کمتر از ۵۰۰ µm

۴-۳ سولفوریک اسید، با جرم حجمی حدود ۱/۸۴ g/ml، رقیق شده به نسبت ۳:۱

با احتیاط، در حال هم زدن، ۵۰ ml سولفوریک اسید با جرم حجمی حدود ۱/۸۴ g/ml را به ۶۰۰ ml آب اضافه، خنک کرده و تا حجم ۱۰۰۰ ml با آب رقیق کرده و مخلوط کنید.

۴-۴ سولفوریک اسید، با جرم حجمی حدود ۱/۸۴ g/ml، رقیق شده به نسبت ۱:۱۹

با احتیاط، در حال هم زدن، ۵۰ ml سولفوریک اسید با جرم حجمی حدود ۱/۸۴ g/ml را به ۸۰۰ ml آب اضافه، خنک کرده و تا حجم ۱۰۰۰ ml با آب رقیق و مخلوط کنید.

۵-۴ مخلوط هیدروکلریک/نیتریک اسید

۱۸۰ ml هیدروکلریک اسید با جرم حجمی حدود ۱/۱۹ g/ml و ۶۵ ml نیتریک اسید با جرم حجمی حدود ۱/۴۰ g/ml را به ۵۰۰ ml آب اضافه، خنک کرده و تا حجم ۱۰۰۰ ml با آب رقیق و مخلوط کنید.

۶-۴ آسکوربیک اسید، محلول ۲۰ g/l

این محلول باید به صورت تازه تهیه شود.

۷-۴ اگزالیک اسید، محلول ۵۰ g/l

۵ g اگزالیک اسید دو آبه ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) را در آب حل کرده و تا حجم ۱۰۰ ml با آب رقیق کرده و مخلوط کنید.

۸-۴ هیدروژن پراکسید، محلول ۶۰ g/l

۲۰۰ ml هیدروژن پراکسید ۳۰۰ g/l را تا حجم ۱۰۰۰ ml با آب رقیق کرده و مخلوط کنید.

۹-۴ پتاسیم پرمنگنات، محلول ۲۲/۵ g/l

از آنجایی که ذرات MnO_2 در اندازه گیری مزاحمت ایجاد خواهند کرد، این محلول باید قبل از استفاده به منظور حذف ذرات ریز MnO_2 که ممکن است در محلول موجود باشد صاف شود.

۱۰-۴ سدیم مولیبدات، محلول ۲۵ g/l

۲/۵ g سدیم مولیبدات دو آبه ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$) را در ۵۰ ml آب حل کرده و از میان کاغذ صافی با بافت متوسط صاف کنید.

بلافاصله قبل از استفاده، ۱۵ ml سولفوریک اسید (زیربند ۴-۴) افزوده و تا حجم ۱۰۰ ml با آب رقیق کرده و مخلوط کنید.

۱۱-۴ محلول استاندارد سیلیسیم، محلول ۱ g/l

محلول استاندارد سیلیسیم 1 g/l را با استفاده از یکی از روش‌های شرح داده شده در زیربند ۴-۱۱-۱ یا ۴-۱۱-۲ تهیه کنید.

۴-۱۱-۱ آماده‌سازی با سیلیکا

2.1393 g سیلیکا تازه کلسینه شده با خلوص بالا (بیشتر از 99.9%) را با تقریب 0.1 mg وزن کرده و به یک بوته پلاتینی انتقال دهید.

سیلیکا با خلوص بالا باید به مدت یک ساعت در دمای 1100°C کلسینه شده و در یک دسیکاتور بلافاصله قبل از استفاده خنک شود.

به طور کامل با 16 g سدیم کربنات بدون آب مخلوط کرده و به مدت 30 دقیقه در دمای 1050°C ذوب کنید. حاصل ذوب را با 100 ml آب در یک بشر پلی پروپیلنی یا پلی تترا فلئورواتیلن استخراج کنید.

یادآوری - در استخراج محصول ذوب شده ممکن است به حرارت دادن آهسته نیاز باشد.

محلول استخراج شده را که توصیه می‌شود حاوی هیچ باقی‌مانده‌ای نباشد، درون یک بالن حجم‌سنجی 1000 ml منتقل کنید. بالن را تا خط نشانه با آب رقیق کرده و مخلوط کنید. محلول را بلافاصله به یک بطری پلی تترا فلئورواتیلنی درپوش دار برای نگهداری انتقال دهید.

1 ml از این محلول حاوی 1 mg سیلیسیم است.

۴-۱۱-۲ آماده‌سازی با آمونیم هگزا فلئوروسیلیکات

چند گرم از آمونیم هگزا فلئوروسیلیکات $[(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6]$ را به مدت حدود یک ساعت در دمای 105°C تا 110°C در یک گرم‌خانه خشک کرده و تا دمای اتاق در یک دسیکاتور خنک کنید.

3.1710 g از محصول خشک شده را با تقریب 0.1 mg وزن کرده و به یک بشر پلاستیکی مناسب انتقال داده و درون آب داغ حدود 80°C حل کنید.

اجازه دهید محلول خنک شده و به طور کمی به یک بالن حجم‌سنجی پلی اتیلنی 500 ml انتقال داده و تا خط نشانه با آب رقیق کرده و مخلوط کنید.

1 ml از این محلول حاوی 1 mg سیلیسیم است.

۴-۱۲ محلول استاندارد سیلیسیم، محلول 20 mg/l

10.0 ml از یکی از محلول‌های استاندارد سیلیسیم (۴-۱۱-۱ یا ۴-۱۱-۲) را درون یک بالن حجم‌سنجی 500 ml انتقال دهید. تا خط نشانه با آب رقیق و مخلوط کنید. محلول را بلافاصله به یک بطری پلی تترا فلئورواتیلنی دارای درپوش برای استفاده انتقال دهید.

1 ml از این محلول حاوی $20 \mu\text{g}$ سیلیسیم است.

۵ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر باید استفاده شوند.

۵-۱ بشر و درپوش، از جنس پلی پروپیلن یا پلی تترافلوئورو اتیلن

۵-۲ بوتله زیرکونیمی، با ظرفیت ۵۰ ml

یادآوری- به طور جایگزین بوتله های کربن شیشه ای می تواند استفاده شوند.

۵-۳ ظروف شیشه ای حجم سنجی

تمام وسایل حجم سنجی باید از رده A و مطابق با استانداردهای ISO 648 و ISO 1042 باشند.

استفاده از ظروف شیشه ای به منظور به حداقل رساندن زمان تماس باید محدود شود و شیشه بوروسیلیکات باید تا حد امکان استفاده شوند.

۵-۴ اسپکتروفتومتر

اسپکتروفتومتر باید مجهز برای اندازه گیری جذب با پهنای طیفی ۱۰ nm یا کمتر در طول موج ۸۱۰ nm و سل هایی با طول مسیر نوری مناسب باشد. تنظیم طول موج باید به درستی و رواداری ± 2 nm باشد که به وسیله جذب حداکثر صافی دیدیمیم در طول موج ۸۰۳ nm یا روش کالیبراسیون مناسب دیگر اندازه گیری می شود. اندازه گیری جذب برای محلول با جذب ماکزیمم باید دارای تکرار پذیری ± 0.3 یا بهتر بیان شده بر حسب انحراف استاندارد باشد.

۶ نمونه برداری

نمونه برداری را براساس استاندارد ISO 14284، یا استاندارد ملی مناسب فولاد انجام دهید.

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ آزمون

حدود ۰/۵ g نمونه آزمون به شکل تراشه ریز، ماشین کاری شده، آسیاب شده یا براده با تقریب ۰/۰۰۱ g وزن کنید.

۷-۲ آزمون شاهد

به صورت موازی با اندازه گیری و با پیروی از دستور کار یکسان، دو آزمون شاهد را با استفاده از مقادیر یکسان از همه مواد مورد استفاده در اندازه گیری و با استفاده از حدود ۰/۵ g آهن خالص (بند ۴-۱) با تقریب ۰/۰۰۱ g به جای آزمون انجام دهید.

ضروری است که مقادیر شاهد در مقادیر تجدیدپذیر و به طور معمول پایین بررسی شوند. توصیه شده است دو آزمون شاهد با هر دسته از آزمون‌ها انجام و مقدارمیانگین به صورت پایه برای محاسبات استفاده شود. مقادیر شاهد بالا یا مختلف باید غیر قابل قبول در نظر گرفته شده و مرحله‌ای جهت ردیابی منبع آلودگی به وسیله بررسی کیفیت آب و تک تک واکنشگرها قبل از اقدامات بیشتر، انجام گیرد. به ویژه، سدیم پراکسید و پتاسیم پرمنگنات به علت داشتن مقادیر شاهد بالا برای برخی از درجه‌های این واکنشگرها، نیاز به دقت بیشتر در هنگام انتخاب دارند. توصیه شده است که قرائت جذب شاهد از ۰/۰۵۰ بیشتر نباشد که معادل ۰/۰۰۸٪ (کسر جرمی) سیلیسیم با طول مسیرنوری ۴ cm می‌باشد.

۷-۳ اندازه‌گیری

۷-۳-۱ انحلال آزمون

آزمون (زیربند ۷-۱) را به بشر پلی‌پروپیلنی یا پلی‌تترافلورواتیلنی ۲۵۰ ml (زیربند ۵-۱) انتقال دهید. ۸۵ ml مخلوط هیدروکلریک/نیتریک اسید (زیربند ۴-۵) را افزوده و بشر را با درپوش (زیربند ۵-۱) بپوشانید. بشر را به آرامی حرارت دهید تا آزمون بدون کاهش قابل ملاحظه حجم آن، حل شود.

هنگامی که جوشش متوقف شد، محلول را از میان کاغذ صافی بافت متراکم با مقدار خاکستر پایین، صاف کرده و محلول صاف شده را در یک بشر ۵۰۰ ml جمع کنید. بشر را با ۲۰ ml آب داغ شسته و ذرات چسبیده به دیوار را به وسیله یک هم‌زن با سر لاستیکی جدا کرده و قسمت‌های شستشو شده را با همان کاغذ صافی، صاف کنید. کاغذ صافی را چند بار با قسمت‌های ۲۰ ml آب داغ بشوید. محلول صاف شده را نگه دارید.

۷-۳-۲ عملیات روی باقی‌مانده غیرمحلول

کاغذ صافی و باقی‌مانده را درون بوتله زیرکونیمی (زیربند ۵-۲) انتقال دهید و در دمای پایین تا جایی که حذف کامل مواد کربنی امکان‌پذیر باشد، بسوزانید. سپس باقی‌مانده را در کوره با دمای ۶۰۰ °C بسوزانید. اجازه دهید تا خنک شود و باقی‌مانده را با ۰/۲۵ g سدیم پراکسید (زیربند ۴-۲) مخلوط کنید. سطح آن را با ۰/۲۵ g سدیم پراکسید (زیربند ۴-۲) دیگر پوشانده و به مدت ۱۰ دقیقه در کوره با دمای ۶۰۰ °C حرارت دهید. اجازه دهید بوتله خنک شده و ۱۵ ml آب اضافه کنید. بوتله را با درپوش پوشانده و اجازه دهید تا واکنش فروکش کند. ۱۵ ml سولفوریک اسید (زیربند ۴-۴) افزوده و هم بزنید تا همه رسوب حل شود و به محلول صاف شده به دست آمده در زیربند ۷-۳-۱ اضافه کنید. بوتله و درپوش را با آب شسته و قسمت‌های شسته شده را به محلول صاف شده اضافه کنید.

۳-۳-۷ آماده سازی محلول آزمون

محلول حاصل از زیربند ۳-۷ را تا حدود ۳۰۰ ml رقیق کرده و خنک کنید. ۵ ml محلول پتاسیم پرمنگنات (زیربند ۴-۹) اضافه کرده و در صورت نیاز، قطرات اضافی دیگر اضافه کنید تا یک رنگ صورتی مشخص به دست آمده که به مدت حداقل یک دقیقه پایدار باشد.

مقدار یکسان از محلول پتاسیم پرمنگنات (زیربند ۴-۹) را به محلول آزمون شاهد (زیربند ۷-۲) افزوده تا رنگ صورتی در محلول آزمون ایجاد شود.

حرارت دهید تا به جوش آید و به مدت دو دقیقه به آرامی بجوشد. در صورتی که رسوب منگنز دی اکسید ایجاد شد، فقط تا هنگامی که رسوب حل شود قطره قطره هیدروژن پراکسید (زیربند ۴-۸) افزوده و به مدت پنج دقیقه به آرامی بجوشانید.

محلول آزمون شاهد را دقیقاً مانند محلول آزمون آماده کنید حتی اگر هیچ رسوب منگنز دی اکسید ایجاد نشود.

محلول را خنک کرده و به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید.

محلول را بلافاصله به یک ظرف پلی‌پروپیلنی یا پلی‌تترافلوئورو اتیلنی انتقال دهید.

۴-۳-۷ ظهور رنگ

دو قسمت ۲۰/۰ ml محلول آزمون (زیربند ۳-۳-۷) و دو قسمت ۲۰/۰ ml محلول آزمون شاهد (زیربند ۷-۲) را درون بالن‌های حجم‌سنجی بوروسیلیکات ۵۰ ml جداگانه با پی‌پت منتقل کنید. در هر مورد، یک قسمت محلول آزمون و قسمت دیگر محلول جبران کننده می‌باشد.

محلول‌های نمونه آزمون حاوی نیوبیم یا تانتالیم رسوب‌های بسیار ریزی را هنگام رقیق شدن تشکیل خواهند داد. اجازه دهید که رسوب ته نشین شده و فوراً قبل از برداشتن قسمتی از آن، محلول شفاف رویی را از میان کاغذ صافی با بافت متراکم خشک درون یک ظرف خشک صاف کنید. چند میلی‌لیتر اول را دور بریزید.

در محدوده دمایی بین ۱۵ °C تا ۲۵ °C هر محلول آزمون و جبران کننده را با استفاده از پی‌پت‌های کالیبره شده برای افزودن همه محلول‌های واکنشگر، به صورت زیر آماده کنید.

الف- محلول آزمون

به ترتیب زیر اضافه کنید و بعد از هر بار افزودن تکان دهید:

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

۵/۰ ml- محلول سولفوریک اسید (زیربند ۴-۳)؛

۵/۰ ml- محلول اگزالیک اسید (زیربند ۴-۷)؛

- بلافاصله ۵/۰ ml محلول اسکورییک اسید (زیربند ۴-۶)؛

ب- محلول جبران کننده

به ترتیب زیر اضافه کنید و بعد از هر بار افزودن تکان دهید:

۵/۰ ml- محلول سولفوریک اسید (زیربند ۴-۳)؛

۵/۰ ml- محلول اگزالیک اسید (زیربند ۴-۷)؛

۱۰/۰ ml- محلول سدیم مولیبدات (زیربند ۴-۱۰)؛

- بلافاصله ۵/۰ ml محلول اسکورییک اسید (زیربند ۴-۶)؛

تا خط نشانه با آب رقیق کرده و مخلوط کنید. اجازه دهید هر محلول (محلول‌های آزمون و شاهد) و محلول جبران کننده مربوط به آن‌ها به مدت ۳۰ دقیقه ساکن بماند.

۷-۳-۵ اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری

اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری هر محلول به دست آمده در زیربند ۷-۳-۴ را در طول موج حدود ۸۱۰ nm با استفاده از یک سل با طول مسیر نوری ۴ cm، با استفاده از آب به عنوان محیط مرجع انجام دهید. جذب هر محلول آزمون (آزمونه و شاهد) را با کم کردن جذب از محلول جبران کننده مربوط، تصحیح کنید. طول موج‌هایی غیر از ۸۱۰ nm (در محدوده ۷۶۰ nm تا ۸۶۰ nm) در صورتی که محدوده جذب برای محلول‌های کالیبراسیون در اسپکتروفتومتر مورد استفاده مناسب باشد، ممکن است استفاده شوند. ضریب جذب جرم مخصوص در ۸۱۰ nm برابر $1\text{ cm}^{-1}(\text{gSi/l})$ ۷۸۰ است.

۷-۴ برقراری منحنی کالیبراسیون

۷-۴-۱ تهیه محلول‌های کالیبراسیون

درون یک‌سری از بشرهای ۲۵۰ ml پلی‌پروپیلنی یا پلی‌تترافلوئورواتیلنی (زیربند ۵-۱) به طور جداگانه، $0.1 \pm 0.5 \text{ g}$ آهن خالص (زیربند ۴-۱) را انتقال داده و مطابق زیربند ۷-۳-۱ و ۷-۳-۲ حل کنید. حجم اندازه‌گیری شده صحیح از محلول استاندارد سیلیسیم (زیربند ۴-۱۲) را به منظور به دست آوردن مجموعه کالیبراسیون برای محدوده سیلیسیم مشخص شده در جدول ۱ اضافه کنید.

آماده سازی مجموعه کالیبراسیون را مطابق زیربند ۷-۳-۳ اما با حذف آزمون شاهد ادامه دهید و مطابق زیربند ۷-۳-۴ اما حذف محلول های جبران کننده، عمل کنید.

یادآوری - آزمون های شاهد و محلول های جبران کننده برای محلول های کالیبراسیون ضروری نیستند زیرا این محلول ها به وسیله عضو صفر مجموعه تصحیح می شوند.

جدول ۱- ترکیب محلول های کالیبراسیون

محل استاندارد سیلیسیم (زیربند ۴-۱۲) ml	جرم معادل سیلیسیم μg	غلظت سیلیسیم در محلول آبی بعد از ظهور رنگ μg/ml
۰/۰	۰	۰/۰۰۰
۲/۵	۵۰	۰/۰۲۰
۵/۰	۱۰۰	۰/۰۴۰
۷/۵	۱۵۰	۰/۰۶۰
۱۰/۰	۲۰۰	۰/۰۸۰
۱۲/۵	۲۵۰	۰/۱۰۰

۷-۴-۲ اندازه گیری اسپکتروفتومتری

اندازه گیری اسپکتروفتومتری هر محلول کالیبراسیون به دست آمده در زیربند ۷-۴-۱ را در طول موج حدود ۸۱۰ nm (زیربند ۷-۳-۵) با استفاده از یک سل با طول مسیر نوری ۴ cm، با استفاده از آب به عنوان محیط مرجع انجام دهید.

جذب محلول عضو صفر را از جذب هر محلول کالیبراسیون کم کنید.

۷-۴-۳ رسم منحنی کالیبراسیون

منحنی کالیبراسیون را با رسم مقادیر جذب خالص در مقابل غلظت های سیلیسیم بیان شده بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر در محلول های اندازه گیری شده رسم کنید.

۸ بیان نتایج

۸-۱ روش محاسبه

با استفاده از منحنی کالیبراسیون (زیربند ۷-۴-۳)، مقدار جذب تصحیح شده هر محلول آزمون (آزمونه و شاهد زیربند ۷-۳-۵) را به غلظت های سیلیسیم مربوطه بیان شده بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر، تبدیل کنید.

مقدار سیلیسیم C_{Si} ، بر حسب درصد با استفاده از رابطه های ۱، ۲ و ۳ محاسبه می شود:

$$C_{Si} = (C_{Si1} - C_{Si0}) \times \frac{1}{10^5} \times \frac{V_0}{V_1} \times \frac{V_t}{m} \times 100 \quad (۱)$$

$$C_{Si} = (C_{Si1} - C_{Si0}) \times \frac{1}{10^6} \times \frac{1000}{20} \times \frac{50}{m} \times 100 \quad (۲)$$

$$C_{Si} = (C_{Si1} - C_{Si0}) \times \frac{1}{4m} \quad (۳)$$

که در آن:

V_0 حجم محلول آزمون (زیربند ۷-۳-۳) بر حسب میلی لیتر؛

V_1 حجم قسمت برداشته شده (زیربند ۷-۳-۴) بر حسب میلی لیتر؛

V_t حجم محلول آزمون رنگی ایجاد شده (زیربند ۷-۳-۴) بر حسب میلی لیتر؛

C_{Si0} غلظت سیلیسیم در محلول آزمون شاهد (تصحیح شده نسبت به محلول جبران کننده) بر حسب میکروگرم در میلی لیتر؛

C_{Si1} غلظت سیلیسیم در محلول آزمون (تصحیح شده برای محلول جبران کننده) بر حسب میکروگرم در میلی لیتر؛

m جرم آزمون (زیربند ۷-۱) بر حسب گرم.

۲-۸ دقت

آزمون طراحی شده این روش به وسیله ۱۵ آزمایشگاه در پنج سطح از غلظت سیلیسیم و در هر آزمایشگاه سه اندازه گیری برای هر سطح سیلیسیم انجام شده است.

نتایج به دست آمده مطابق استاندارد ISO 5725:1986، مورد محاسبه آماری قرار گرفته اند.

اطلاعات به دست آمده نشان داد هیچ ارتباط سیستماتیک بین مقدار سیلیسیم و حد تکرارپذیری (r) یا حدود تجدیدپذیری (R_w, R) نیست. مقادیر نوعی 0.004% (کسر جرمی) برای تکرارپذیری، r ، 0.005% (کسر جرمی) برای تجدیدپذیری بین آزمایشگاهی، R_w ، و 0.006% (کسر جرمی) برای تجدیدپذیری، R ، به دست آمد.

نمونه های آزمون مورد استفاده و نتایج آزمون به دست آمده روی نمونه ها در پیوست الف آورده شده است.

یادآوری ۱- دو اندازه گیری از سه اندازه گیری تحت شرایط تکرارپذیری مطابق استاندارد ISO 5725:1986، با یک آزمون گر، وسایل یکسان، شرایط کاری یکسان (کالیبراسیون یکسان) و فاصله زمانی کوتاه انجام شده است.

یادآوری ۲- اندازه‌گیری سوم در زمان متفاوت (روز متفاوت) با یک آزمون‌گر مانند یادآوری ۱ با استفاده دستگاه یکسان و با کالیبراسیون جدید انجام شده است.

یادآوری ۳- از مقادیر به دست آمده در روز اول، حد تکرارپذیری (r) و حد تجدیدپذیری، R ، با استفاده از استاندارد ISO 5725:1986، محاسبه شده است. از مقدار به دست آمده در روز اول و مقدار به دست آمده در روز دوم، حد تجدیدپذیری بین آزمایشگاهی، R_w ، محاسبه شده است.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل حداقل اطلاعات زیر باشد.

۹-۱ تمامی اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه، آزمایشگاه و تاریخ تجزیه یا گزارش آزمون؛

۹-۲ روش استفاده شده با ارجاع به این استاندارد؛

۹-۳ نتایج و واحدهایی که بر اساس آن بیان شده‌اند؛

۹-۴ هر پدیده قابل توجه غیرمعمول در طول اندازه‌گیری؛

۹-۵ هرگونه عملی که در این استاندارد بیان نشده یا عمل اختیاری که ممکن است تأثیری بر نتایج حاصله داشته باشد.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

اطلاعات تکمیلی مربوط به آزمون‌های بین آزمایشگاهی بین‌المللی

جدول الف-۲ حاصل از نتایج به دست آمده از آزمون تجزیه‌ای بین‌المللی است که در سال ۱۹۸۵ روی پنج نمونه فولاد در هفت کشور و با مشارکت ۱۵ آزمایشگاه انجام شده‌است.

جدول الف-۱- داده دقت به دست آمده در آزمون بین آزمایشگاهی

سیلیسیم % (کسر جرمی)				نمونه %
حدود تجدید پذیری		حد تکرار پذیری r	مقدار	
R	R_w			
۰٫۰۰۵۱	۰٫۰۰۲۸	۰٫۰۰۲۰	۰٫۰۰۸	ECRM 085-1 (0.3 % S) (فولاد خوش تراش)
۰٫۰۰۷۲	۰٫۰۰۵۷	۰٫۰۰۲۲	۰٫۰۱۵	ECRM 285–1 (9 % Co, 5 % Mo, 18 % Ni, 0,7 % Ti steel)
۰٫۰۰۵۲	۰٫۰۰۵۳	۰٫۰۰۴۵	۰٫۰۲۴	JSS 023-5 (فولاد غیر آلیاژی)
۰٫۰۰۹۸	۰٫۰۰۷۰	۰٫۰۰۶۰	۰٫۰۴۳	BCS 432/1 (فولاد غیر آلیاژی)
۰٫۰۰۳۸	۰٫۰۰۳۲	۰٫۰۰۳۸	۰٫۰۵۵	BCS 452/1 (فولاد منگنزی % ۱٫۳)

کتابنامه

- [1] ISO 5725:1986, Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests