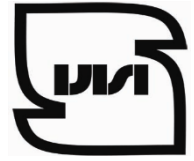




جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۳۲۴

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20324

1st.Edition

2016

فولاد- اندازه گیری سیلیس- طیف سنجی
نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی- روش
آزمون

**Steel — Determination of silicon content —
Inductively coupled plasma atomic emission
spectrometric method —Test method**

ICS:77.080.20

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 استانداردهای 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 سیلیس - طیف سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی - روش آزمون "

رئیس:

سمت و / یا نمایندگی

قدیمی، فریده

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

دبیر:

کاشانی اصل، شهرام

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اکبرزاده، مینا

شرکت کارون شیمی

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

بهاری، ابراهیم

شرکت فولاد مهر سهند

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

پیرا، رویا

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

زبیری، سلیمان

کمیته فنی TC 17

(کارشناسی مهندسی متالوژی)

طهماسب پور، مسعود

آزمایشگاه همکار پژوهش گستر خلاق

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

گوگانیان، امیرمحمد

آزمایشگاه همکار کیمیا گستران نوین آزما

(دکتری شیمی آلی)

عبدالله نژاد، قاسم

سازمان نظام مهندسی استان آذربایجان شرقی

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

شرکت بازرسی جوش آریا صنعت آفاق

عزیزی، مرتضی

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

محبیان، زهرا

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

ملازاده، میکائیل

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

مرکز آموزش علمی کاربردی استاندارد تبریز

نفیسی، زهرا

(کارشناسی مترجمی زبان انگلیسی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول
۲	۴ واکنش‌گرها
۳	۵ وسایل لازم
۴	۶ نمونه برداری و نمونه‌ها
۴	۷ روش انجام آزمون
۶	۸ بیان نتایج
۸	۹ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد « فولاد- اندازه‌گیری سیلیس- طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت‌شده القایی- روش آزمون » که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است، در یک هزار و سیصد و سی و نهمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد مکانیک و فلزشناسی مورخ ۹۴/۱۲/۱۶ 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 و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

منبع و مأخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO/TR:17055, 2002, Steel - Determination of silicon content - Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric -Test method

فولاد- اندازه گیری سیلیس - طیفسنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی برای اندازه گیری مقدار سیلیس در فولاد با روش طیفسنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی است.

این روش، برای مقادیر سیلیس با کسر جرمی 0.02% تا 5% کاربرد دارد.

در این استاندارد از کالیبراسیونی استفاده شده است که ماتریس محلول های کالیبراسیون مشابه ماتریس نمونه بوده و مقادیر تقریبی سیلیس در نمونه آنالیز شده در محدوده غلظت های به کار رفته می باشد. بنابراین غلظت های تمام عناصر در نمونه باید به طور تقریبی معلوم باشد. اگر غلظت ها معلوم نباشد، نمونه باید با برخی روش های نیمه کمی آنالیز شود.

مزیت استفاده از این روش این است که همه مزاحمت های احتمالی ناشی از ماتریس به طور خودکار حذف خواهد شد که در نتیجه از درستی بالایی برخوردار خواهد بود. این نکته حائز اهمیت است که در بسیاری از آلیاژها مزاحمت های طیفی می تواند تشدید شود. به هر حال، تمام مزاحمت های احتمالی باید در کمترین حد نگه داری شود. بنابراین ضرورت دارد که طیفسنج به کار رفته، معیارهای عملکرد مشخص شده در روش را برای خطوط آنالیزی انتخاب شده برآورده کند.

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 تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹: سال ۱۳۹۰، لوازم شیشه ای آزمایشگاهی - پیپت های تک حجم
۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰: سال ۱۳۸۳، ظروف شیشه ای آزمایشگاهی - بالن های حجم سنجی با یک خط نشانه - ویژگی ها

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲: سال ۱۳۸۳، درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه گیری
- قسمت اول: تعاریف و اصول کلی

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۴۴۲: سال ۱۳۸۴: درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه گیری
- قسمت دوم: روش پایه برای تعیین تکرارپذیری و تجدیدپذیری روش اندازه گیری استاندارد

- ۲-۵ استاندارد ملی ایران شماره ۳-۷۴۴۲: سال ۱۳۸۳، درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه گیری - قسمت سوم: اندازه‌های دقت میانی یک روش اندازه‌گیری استاندارد
- ۲-۶ استاندارد ملی ایران شماره ۹۳۷۶: سال ۱۳۸۶، فولاد و چدن- نمونه برداری و آماده سازی نمونه‌ها برای اندازه‌گیری ترکیبات شیمیایی
- ۲-۷ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۳ اصول آزمون

نمونه در مخلوط هیدروکلریک اسید و نیتریک اسید حل می‌شود. یک عنصر استاندارد داخلی اضافه‌شده و محلول تا حجم مشخصی رقیق می‌شود. محلول به طیف‌سنج پلاسمای جفت‌شده القایی مه‌پاشی شده و شدت نور نشرشده از هر عنصر به طور هم‌زمان با نور نشر شده از عنصر استاندارد داخلی اندازه‌گیری می‌شود.

۴ واکنشگرها

در مدت تجزیه، فقط از واکنشگرهای با خلوص تجزیه‌ای شناخته‌شده و آب درجه ۲ مطابق استاندارد ملی شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۴-۱ هیدروفلوئوریک اسید، HF، ۴۰٪ کسر جرمی، با دانسیته حدود ۱٫۱۴ گرم بر میلی‌لیتر

۴-۲ هیدروکلریک اسید، HCL، با دانسیته حدود ۱٫۱۹ گرم بر میلی‌لیتر

۴-۳ نیتریک اسید، HNO₃، با دانسیته حدود ۱٫۴۰ گرم بر میلی‌لیتر

۴-۴ محلول استاندارد داخلی، ۱۰۰۰ میلی‌گرم بر لیتر

یک عنصر مناسب که به‌عنوان استاندارد داخلی اضافه می‌شود انتخاب کنید و محلول ۱۰۰۰ میلی‌گرم بر لیتر را تهیه کنید.

۴-۵ محلول استاندارد ذخیره سیلیس، ۱۰۰۰ میلی‌گرم بر لیتر

۰٫۵ گرم از سیلیس با خلوص بالا (کمترین درصد کسر جرمی ۹۹٫۹۵) را با تقریب ۰٫۰۰۱ گرم، و بدون گرمایش، در مخلوطی از ۳۰ میلی‌لیتر هیدروفلوئوریک اسید (طبق بند ۴-۱) و ۳ میلی‌لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۴-۳) حل کنید. محلول را به طور کمی به یک بالن پلاستیکی حجم‌سنجی ۵۰۰ میلی‌لیتری کالیبره شده انتقال دهید. تا خط نشانه با آب، پر و مخلوط کنید. مطمئن شوید که دما همان دمایی باشد که بالن حجم‌سنجی در آن دما کالیبره شده است.

۴-۶ محلول استاندارد سیلیس، ۱۰۰ میلی‌گرم بر لیتر

با استفاده از یک پیپت کالیبره شده، ۲۵ میلی‌لیتر از محلول استاندارد سیلیس (طبق بند ۴-۵) را به یک بالن حجم‌سنجی کالیبره شده ۲۵۰ میلی‌لیتری انتقال دهید. ۲۵ میلی‌لیتر از هیدروفلوئوریک اسید (طبق بند ۴-۱) بیفزایید. تا خط نشانه با آب پر و مخلوط کنید. مطمئن شوید که دما همان دمایی باشد که بالن حجم‌سنجی در آن دما کالیبره شده است.

۷-۴ محلول‌های استاندارد عناصر مزاحم

محلول‌های استاندارد را برای هر عنصر موجود در آزمون با کسر جرمی بیشتر از ۱٪ تهیه کنید. برای تهیه محلول از عناصر خالص یا اکسیدهایی با سیلیس کمتر از ۰٫۰۰۱٪ کسر حجمی استفاده کنید.

۵ وسایل لازم

از وسایل معمول آزمایشگاهی و دستگاه زیر استفاده کنید.

۱-۵ طیف‌سنج نشری

۱-۱-۵ کلیات

طیف‌سنج نشری باید مجهز به پلاسما جفت‌شده القایی (ICP) و یک سیستم مه‌پاش مقاوم به هیدروفلوئوریک اسید باشد.

یادآوری - وقتی که از یک مه‌پاش تفلون استفاده می‌شود، به منظور جلوگیری از خراب شدن افشانه به علت مرطوب شدن ضعیف، افزودن یک عامل فعال سطحی توصیه می‌شود. به طور جایگزین می‌توان از یک مه‌پاش یاقوتی^۱ (از جنس سیلیکات آلومینیم یا منیزیم) بدون عامل فعال سطحی استفاده کرد.

اگر بعد از بهینه‌سازی مطابق با زیربندهای ۲-۲-۷ تا ۵-۲-۷، معیارهای عملکردی ارائه شده در زیر بندهای ۳-۱-۵ تا ۶-۱-۵ برآورده شود، طیف‌سنج به کار رفته رضایت‌بخش خواهد بود.

طیف‌سنج ممکن است از نوع هم‌زمان یا ترتیبی باشد. یک طیف‌سنج ترتیبی می‌تواند با آرایه‌های بیشتری برای اندازه‌گیری هم‌زمان خط نشری استاندارد داخلی مجهز شود. در این صورت می‌توان طیف‌سنج ترتیبی را با روش استاندارد داخلی به کار برد. اگر طیف‌سنج ترتیبی به این آرایه مجهز نشده باشد، بهتر است از استاندارد داخلی استفاده نشود.

۲-۱-۵ خطوط تجزیه‌ای

این استاندارد هیچ خط نشری خاصی را مشخص نمی‌کند. توصیه می‌شود که یکی از خطوط داده‌شده در جدول ۱ استفاده شود.

جدول ۱- خطوط تجزیه‌ای توصیه‌شده به همراه عناصر مزاحم

مزاحمت‌ها	طول موج nm	عنصر
Mn, Mo	۲۵۱٫۶۱	Si
Cr	۲۸۸٫۱۶	Si

۳-۱-۵ کمترین تفکیک عملی طیف‌سنج

پهنای طول موج استفاده شده شامل خط نشری برای استاندارد داخلی را محاسبه کنید. پهنای باند باید کمتر از ۰٫۰۳۰ نانومتر باشد.

۴-۱-۵ کمترین دقت کوتاه‌مدت

^۱ - Sapphire

دقت کوتاه مدت را محاسبه کنید. انحراف استاندارد نباید از 0.4% میانگین شدت‌های نسبی یا مطلق بیشتر باشد.

۵-۱-۵ بیشترین غلظت هم‌ارز زمينه و حد تشخیص

غلظت هم‌ارز زمينه (BEC)^۱ و حد تشخیص (DL)^۲ را برای خط تجزیه‌ای محلولی که فقط شامل عنصر آنالیت است، محاسبه کنید. مقادیر باید کمتر از مقادیر داده شده در جدول ۲ باشد.

جدول ۲- بیشترین غلظت هم‌ارز زمينه و حد تشخیص

بیشترین DL mg/l	بیشترین BEC mg/l	خط تجزیه‌ای
۰.۰۱۵	۰.۵	Si

۶-۱-۵ خطی بودن منحنی

خطی بودن منحنی کالیبراسیون باید بررسی شود.

۲-۵ بشرهای پلی تترا فلورو اتیلن - PTFE^۳

۳-۵ بالن‌های حجم‌سنجی ۱۰۰ و ۱۰۰۰ میلی‌لیتری از جنس پلی‌پروپیلن

از آنجایی که در این روش از هیدروفلوئوریک اسید استفاده می‌شود، تمامی ظروف شیشه‌ای حجم‌سنجی را با مواد مقاوم به هیدروفلوئوریک اسید، مانند مواد پلی‌پروپیلنی جایگزین کنید. بهتر است وسایل حجم‌سنجی مطابق با استاندارد ملی ۱۹۵۹ یا استاندارد ملی ۷۵۲۰ کالیبره شوند.

۶ نمونه‌برداری و نمونه‌ها

نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه آزمایشگاهی را مطابق با استاندارد ملی ۹۳۷۶ یا استانداردهای ملی مناسب برای فولاد انجام دهید.

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ آماده‌سازی محلول آزمون، T_n

یادآوری - در این روش هیچ محلول آزمون شاهدی تهیه نمی‌شود. به دلیل اینکه در این روش آزمون آلودگی‌های احتمالی واکنشگرهای مورد استفاده مورد توجه قرار گرفته است. از آنجایی که همه واکنشگرها دقیقاً همان محلول‌های کالیبراسیون در محلول آزمون است، کم کردن مقادیر در یک محلول شاهد منجر به نتایج نادرست خواهد شد.

۱-۱-۷ تقریباً ۰.۲۵ گرم از نمونه آزمون را با دقت ۰.۰۰۰۵ گرم توزین و به بشر PTFE (طبق بند ۵-

۲) یا بشر PFA^۴ با پایه گرافیتی انتقال دهید.

^۱ - Background Equivalent Concentration

^۲ -Detection Limit

^۳ -Polytetrafluoroethylene

^۴ -Perfluoroaloxo

- ۲-۱-۷ ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (طبق بند ۴-۲)، ۲ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۴-۳) و ۵ میلی لیتر هیدروفلوئوریک اسید (طبق بند ۴-۱) بیفزایید. حرارت دهید تا به طور کامل حل شود.
- ۳-۱-۷ محلول را سرد کنید و برای انحلال نمک‌ها ۱۰ میلی لیتر آب اضافه کنید.
- ۴-۱-۷ محلول را تا دمای اتاق سرد کنید و به طور کمی به یک بالن حجم‌سنجی پلی‌پروپیلین ۱۰۰ میلی لیتری (طبق بند ۵-۳) منتقل کنید. در صورت استفاده از استاندارد داخلی، ۱ میلی لیتر محلول استاندارد داخلی (بند ۴-۴) بیفزایید. از آنجایی که بسیار مهم است که حجم اضافه شده به بالن‌های مختلف دقیقاً به یک اندازه باشد، موقع اضافه کردن استاندارد داخلی استفاده از نوعی سیستم توزیع خودکار به شدت توصیه می‌شود.
- ۵-۱-۷ تا خط نشانه با آب رقیق و مخلوط کنید.
- ۲-۷ آماده‌سازی برای اندازه‌گیری‌های طیف‌سنجی
- ۱-۲-۷ طیف‌سنج نشری مجهز به پلاسمای جفت‌شده القایی را روشن کرده و اجازه دهید قبل از شروع هر اندازه‌گیری حداقل یک ساعت کار کند.
- ۲-۲-۷ شرایط دستگاه را مطابق با دستورالعمل سازنده بهینه کنید.
- ۳-۲-۷ دستگاه را برای اندازه‌گیری شدت، مقدار متوسط و انحراف استاندارد نسبی خطوط نشری انتخاب شده، آماده کنید.
- ۴-۲-۷ اگر استاندارد داخلی استفاده می‌شود، دستگاه را برای محاسبه نسبت مابین شدت آنالیت و شدت استاندارد داخلی آماده کنید. شدت استاندارد داخلی باید هم‌زمان با شدت آنالیت اندازه‌گیری شود.
- ۵-۲-۷ الزامات عملکرد ابزار را طبق زیر بندهای ۵-۱-۳ تا ۵-۱-۶ بررسی کنید.
- ۳-۷ پیش آنالیز محلول نمونه آزمون و آنالیز محلول آزمون شاهد
- ۱-۳-۷ یک محلول کالیبراسیون، K_5 ، را طوری آماده کنید که غلظت سیلیس برابر ۵٪ جرمی و ماتریس منطبق با محلول نمونه آزمون باشد. همچنین یک محلول شاهد کالیبراسیون، K_0 ، فاقد سیلیس به همان روش که محلول کالیبراسیون آماده شده، تهیه کنید.
- ۲-۳-۷ با استفاده از یک پیپت، ۱۲/۵ میلی لیتر از محلول استاندارد ذخیره سیلیس (طبق بند ۴-۵) را به یک بالن پلی‌پروپیلینی حجم‌سنجی ۱۰۰ میلی لیتری (طبق بند ۳-۵) با برچسب K_5 اضافه کنید.
- ۳-۳-۷ با استفاده از محلول‌های استاندارد (طبق بند ۴-۷)، برای تمامی عناصر موجود در ماتریس، با غلظت بیشتر از ۱٪ در یک نمونه مجهول، همان اندازه عناصر موجود در ماتریس (تقریباً ۱٪) را به نمونه کالیبراسیون اضافه کنید.
- ۴-۳-۷ تمام عناصر ماتریس را همان‌طور که در زیر بند ۳-۳-۷ اشاره شده به یک بالن دیگر پلی‌پروپیلینی حجم‌سنجی ۱۰۰ میلی لیتری (طبق بند ۳-۵) با برچسب K_0 اضافه کنید.
- ۵-۳-۷ ۱۰ میلی لیتر از هیدروکلریک اسید (طبق بند ۴-۲)، ۲ میلی لیتر از نیتریک اسید (طبق بند ۴-۳) و ۵ میلی لیتر هیدروفلوئوریک اسید (طبق بند ۴-۱) به هر دو بالن اضافه کنید، با آب رقیق و مخلوط کنید.

۶-۳-۷ مقدار شدت نشر مطلق یا نسبی را برای محلول‌های K_0 و K_5 اندازه بگیرید و منحنی کالیبراسیون را رسم کنید.

۷-۳-۷ مقدار شدت نشر مطلق یا نسبی را برای محلول نمونه آزمون اندازه بگیرید، T_n .

۸-۳-۷ غلظت تقریبی را در محلول آزمون به وسیله منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

۴-۷ آماده‌سازی محلول‌های کالیبراسیون برای طبقه‌بندی، K_{Ln} و K_{Hn}

برای هر نمونه m ، دو نمونه کالیبراسیون با ماتریس مشابه آماده کنید، K_{Ln} و K_{Hn} ، با غلظت سیلیس در K_{Ln} کمی پایین‌تر و در K_{Hn} کمی بالاتر غلظت در نمونه مجهول به شرح زیر است:

الف- از نتایج به دست آمده از زیر بند ۷-۳-۸ مقدار تقریبی سیلیس، m_s موجود در 0.25 گرم از نمونه مجهول را بر حسب میلی‌گرم محاسبه کنید. با استفاده از پیپت کالیبره شده، مقدار $m_s \times 0.95 < m_{Ln} < m_s \times 0.75$ از محلول استاندارد سیلیس (طبق بند ۴-۶) یا محلول ذخیره سیلیس را (طبق بند ۴-۵)، به یک بالن پلی‌پروپیلنی حجم سنجی 100 میلی‌لیتری (طبق بند ۵-۳) با برچسب K_{Ln} و $m_s \times 1.25 < m_{Ln} < m_s \times 1.05$ به بالن مشخص شده K_{Hn} بیفزایید.

ب- برای همه عناصر ماتریس، با غلظت بیشتر از ۱٪ در نمونه مجهول نزدیک‌ترین درصد به محلول‌های استاندارد عناصر (به زیر بند ۴-۷ مراجعه کنید)، به نمونه‌ی کالیبراسیون K_{Ln} و K_{Hn} بیفزایید.

پ- همان‌طور که در زیربندهای ۲-۱-۷ تا ۶-۱-۷ مشخص شده است، عمل کنید.

۵-۷ آنالیز محلول‌های آزمون

۱-۵-۷ مطمئن شوید که تمامی محلول‌ها، K_{Ln} ، K_{Hn} و T_n ، با اختلاف 1°C هم‌دما هستند. شدت نسبی یا شدت مطلق برای خط تجزیه‌ای شروع شده با کمترین غلظت محلول کالیبراسیون، K_{Ln} را اندازه‌گیری کنید. اندازه‌گیری را با محلول آزمون T_n ، و سپس با بالاترین محلول کالیبراسیون K_{Hn} ادامه دهید. این توالی را سه بار تکرار کنید و میانگین شدت I_{Ln} و I_{Hn} برای محلول کالیبراسیون با غلظت زیاد و کم و I_T را برای محلول آزمون محاسبه کنید.

۲-۵-۷ شدت‌های اندازه‌گیری شده I_{Ln} و I_{Hn} را بر حسب مقدار Si ، m_{Ln} و m_{Hn} در محلول‌های کالیبراسیون رسم کنید. مقدار m_T سیلیس را در محلول آزمون از منحنی کالیبراسیون با استفاده از شدت اندازه‌گیری I_T محاسبه کنید.

۸ بیان نتایج

۱-۸ کلیات

مقدار سیلیس C_{Si} ، بیان شده بر حسب درصد وزنی، از فرمول زیر محاسبه می‌شود:

(۱)

$$C_{Si} = \frac{m_T \cdot 0.1}{m}$$

که در آن:

m_T مقدار عنصر در محلول آزمون، برحسب میلی گرم؛
 m جرم آزمون برحسب گرم.

۸-۲ دقت

۱۴ آزمایشگاه در ۸ کشور، برای ۹ مقدار سیلیس، هر کدام سه اندازه‌گیری (به یادآوری‌های ۱ و ۲ مراجعه کنید) برای هر مقدار غلظت سیلیس انجام دادند. به جدول شماره ۳ مراجعه شود.

یادآوری ۱- دو اندازه‌گیری از سه اندازه‌گیری تحت شرایط تکرارپذیری مطابق با استاندارد ملی ایران به شماره ۱-۷۴۴۲، یعنی با یک آزمونگر، وسایل یکسان، شرایط کار یکسان، کالیبراسیون یکسان و در کمترین مدت زمان انجام شده است.
یادآوری ۲- اندازه‌گیری سوم در یک زمان متفاوت (در روز متفاوت) با یک آزمونگر مطابق با یادآوری ۱، با استفاده از دستگاه‌های یکسان انجام شده است.

نمونه‌های آزمون مورد استفاده و نتایج میانگین/دقت در جدول‌های الف ۱ و الف ۲ به ترتیب آورده شده‌اند. نتایج به دست آمده مطابق استاندارد ملی ایران شماره‌های ۱-۷۴۴۲ و ۲-۷۴۴۲ و ISO 5725-3 مورد تجزیه و تحلیل آماری قرار گرفته‌اند.

داده‌های به دست آمده ارتباط لگاریتمی بین مقدار سیلیس و حد تکرارپذیری (r) و حدود تجدیدپذیری (R) و R_w نتایج آزمون به صورتی که در (به یادآوری ۳ مراجعه کنید) در جدول ۱ خلاصه شده است نشان داده شده است. نمایش گرافیکی داده‌ها در شکل ۱ نشان داده شده است.

یادآوری ۳- از دو مقدار به دست آمده در روز اول، تکرارپذیری (r) و تجدیدپذیری (R) با استفاده از روش مشخص شده در استاندارد ملی ایران به شماره ۲-۷۴۴۲ محاسبه شده است. از اولین مقدار به دست آمده در روز اول و مقدار به دست آمده در روز دوم، به اندازه حد تجدیدپذیری آزمایشگاهی (R_w) با استفاده از روش داده شده در ISO 5725-3 محاسبه شده است.

جدول ۳- دقت

R	R_w	r	مقدار سیلیس (کسر جرمی) %
۰٫۰۱۱۱۵	۰٫۰۰۱۹۵	۰٫۰۰۲۰۳	۰٫۰۲
۰٫۰۱۹۰۸	۰٫۰۰۳۷۹	۰٫۰۰۳۶۲	۰٫۰۵
۰٫۰۲۸۶۵	۰٫۰۰۶۲۶	۰٫۰۰۵۶۱	۰٫۱۰
۰٫۰۴۳۰۱	۰٫۰۱۰۳۵	۰٫۰۰۸۶۸	۰٫۲۰
۰٫۰۷۳۵۹	۰٫۰۲۰۰۹	۰٫۰۱۵۴۸	۰٫۵۰
۰٫۱۱۰۴۸	۰٫۰۳۳۲۰	۰٫۰۲۳۹۷	۱٫۰۰
۰٫۱۶۵۸۷	۰٫۰۵۴۸۵	۰٫۰۳۷۱۲	۲٫۰۰
۰٫۲۸۳۸۱	۰٫۱۰۶۵۳	۰٫۰۶۶۱۷	۵٫۰۰

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد.

- ۱-۹ تمام اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه، آزمایشگاه و تاریخ انجام آزمون؛
- ۲-۹ روش استفاده شده با ارجاع به این استاندارد ملی؛
- ۳-۹ نتایج و شکل ارائه آن‌ها؛
- ۴-۹ خط تجزیه‌ای استفاده شده؛
- ۵-۹ هرگونه رویداد نامعمول در مدت اندازه‌گیری؛
- ۶-۹ هرگونه عملی که در این استاندارد مشخص نشده یا عمل اختیاری که ممکن است تأثیری بر نتایج حاصل داشته باشد.
- ۷-۹ نام و نام‌خانوادگی و امضای شخص مسئول

پیوست الف

(اطلاعاتی)

اطلاعات تکمیلی مربوط به آزمون‌های مشارکتی بین‌المللی

جدول الف ۱ از نتایج آزمایش تجزیه‌ای بین‌المللی انجام‌شده در سال ۱۹۹۶ بر روی ۹ نمونه فولاد در ۸ کشور شامل ۱۴ آزمایشگاه مشتق شده است.

محاسبات آماری با استفاده از آزمایشگاه‌های منتخبی که الزامات بند ۷-۵-۱ را برای روش کالیبراسیون که نمونه آزمون نهایتاً بین حداقل دو CRM قرار گرفته باشد، انجام شده است.

نتایج آزمون در استانداردهای ISO/TC 17/SC 1 N1269 rev, 2000-09-15 گزارش شده است. نمایش گرافیکی داده‌های دقت در پیوست ب داده شده است.

نمونه‌های آزمونی به کار رفته و نتایج به دست آمده در جداول الف ۱ و الف ۲ بیان شده است.

جدول الف ۱- نمونه‌های آزمونی مورد استفاده در آزمون‌های بین‌المللی

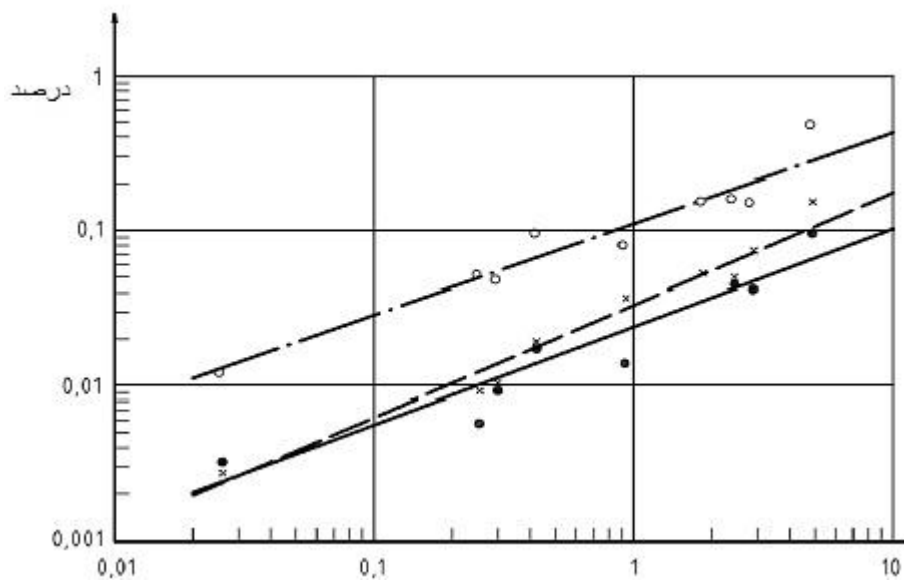
ترکیب شیمیایی (کسر جرمی) %									CRM	نمونه
دیگر	Cu	Co	Mo	Ni	Cr	Mn	C	Si		
Al: 0.05	۰٫۲	۰٫۰۱	۰٫۰۴	۰٫۱	۱٫۲	۱٫۳	۰٫۲	۰٫۰۲۶	ECRM 187-1	۴۶-۱
W: 0.5, V: 0.1	۰٫۰۴	۰٫۰۱	۰٫۰۵	۰٫۱	۰٫۵	۱٫۳	۰٫۹	۰٫۲۵۵	JK 22B	۴۶-۲
V: 0.8	۰٫۰۳	۴٫۶	۰٫۵	۰٫۰۵	۴	۰٫۴	۰٫۸	۰٫۳۰	JSS 607-8	۴۶-۳
	۰٫۰۵	۰٫۱	۲٫۸	۱۱	۱۷	۱٫۵	۰٫۰۴	۰٫۴۲۴	JK 8F	۴۶-۴
Al: 0.01, Ti: 0.2	۰٫۰۸	۰٫۰۲		۹٫۴	۱۸	۰٫۸	۰٫۰۵	۰٫۹۲۹	ECRM 281-1	۴۶-۵
	۰٫۱	۰٫۰۱	۰٫۰۱	۰٫۱	۰٫۰۸	۰٫۳	۰٫۰۳	۱٫۸۶	JK 5A	۴۶-۶
Al: 0.3	۰٫۰۷		۰٫۰۱	۰٫۰۴	۰٫۰۲	۰٫۳	۰٫۰۳	۲٫۸۹	NIST 125 b	۴۶-۷
	۰٫۶					۰٫۸	۲٫۱	۲٫۴۵	BCS 170/4	۴۶-۸
	۲	۰٫۰۲	۰٫۴	۱۹	۱۷	۰٫۵	۰٫۰۱	۴٫۹۰	SDN 1029	۴۶-۹

جدول الف ۲ - نتایج به دست آمده در آزمون بین آزمایشگاهی

% داده‌های دقت		مقدار سیلیس % (کسر جرمی)		نام	شماره نمونه	
حدود تجدید پذیری		تکرار پذیری r	به دست آمده			گواهی شده
R	R_w					
۰٫۰۱۲۰۸	۰٫۰۰۲۷۲	۰٫۰۰۳۲۲	۰٫۰۲۱۹	۰٫۰۲۶	ECRM 187-1	۴۶-۱
۰٫۰۵۲۲۵	۰٫۰۰۹۱۸	۰٫۰۰۵۷۶	۰٫۲۴۵	۰٫۲۵۵	JK 22B	۴۶-۲
۰٫۰۴۷۶۱	۰٫۰۱۰۳۶	۰٫۰۰۹۴۶	۰٫۳۱۱	۰٫۳	JSS 607-8	۴۶-۳
۰٫۰۹۶۳۶	۰٫۰۱۹۴۵	۰٫۰۱۷۲۷	۰٫۴۳۲	۰٫۴۲۴	JK 8F	۴۶-۴
۰٫۰۸۰۳۰	۰٫۰۳۶۹۵	۰٫۰۱۳۸۶	۰٫۹۴۷	۰٫۹۲۹	ECRM 281-1	۴۶-۵
۰٫۱۵۴۲۲	۰٫۰۵۳۰۶	۰٫۰۵۲۹۳	۱٫۹۲۸	۱٫۸۶	JK 5A	۴۶-۶
۰٫۱۵۲۳۲	۰٫۰۷۴۳۶	۰٫۰۴۱۹۴	۲٫۹۵۹	۲٫۸۹	NIST 125b	۴۶-۷
۰٫۱۶۱۴۷	۰٫۰۵۰۰۶	۰٫۰۴۴۳۷	۲٫۴۹۶	۲٫۴۵	BCS 170/4	۴۶-۸
۰٫۴۸۱۲۷	۰٫۱۵۴۱۸	۰٫۰۹۵۵۶	۵٫۲۳۲	۴٫۹ ^a	SDN 1029	۴۶-۹

^a گواهی نشده است.

پیوست ب
 (اطلاعاتی)
 نمایش گرافیکی داده‌های آزمون



- r
- x R_w
- R
- r
- - R_w
- · - R

محتوای سیلیس، کسر جرمی %

شکل ب-۱- نمایش گرافیکی داده‌های دقت