



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۳۶۹۲-۱

چاپ اول

ISIRI

13692-1

1st . Edition

کانه های آهن – اندازه گیری مقدار سیلیسیم
– قسمت ۱ : روش های وزن سنجی

Iron ores-Determination of silicon content –
part1:Gravimetric methods

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 واردکنندگان، 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 پیشنهادهای 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 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 سا زمانها 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 اول : روش های وزن سنجی »

رئیس:

ایران نژاد، مهدی
(دکترای فرآوری مواد معدنی)

سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه امیر کبیر

دبیر:

مصطفوی، بی تا
(فوق لیسانس شیمی)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

دری فر، ساسان
(لیسانس بازرگانی)

شرکت صنایع فرو آلیاژ ایران

حق بین، معصومه
(لیسانس شیمی)

شرکت مادر تخصصی آزمایشگاه
فنی و مکانیک خاک استان فارس

خیراندیش، ایمان
(لیسانس مهندسی معدن)

کارشناس

شریعتی پور، محمد
(لیسانس متالوژی)

شرکت فروسیلیس ایران

فلاح، عباس
(لیسانس زمین شناسی)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فلاحی، افسون
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

کارشناس

کارشناس

قاسملویان، محدثه

(لیسانس شیمی)

وزارت صنایع و معادن

عظیمی، میکائیل

(لیسانس مهندسی مکانیک)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

نیرومند، سارا

(فوق لیسانس شیمی)

شرکت صنایع فرو آلیاژ ایران

همایون سرشت، محسن

(لیسانس متالوژی)

فهرست مندرجات

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

پیش گفتار

استاندارد " کانه های آهن – اندازه گیری مقدار سیلیسیم-قسمت اول : روش های وزن سنجی " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت آیین آرام تهران تهیه و تدوین شده و در یکصد و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مواد معدنی مورخ ۸۹/۸/۲۳. 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 ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 2598-1:1992, Iron ores - Determination of silicon content - part1: Gravimetric methods

کانه‌های آهن – اندازه‌گیری مقدار سیلیسیم – قسمت ۱: روش‌های وزن سنجی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مقدار سیلیسیم در کانه‌های آهن به دو روش وزن سنجی می باشد. این روش‌ها در گستره عیار آهن از ۱ درصد (جرمی - جرمی) تا ۱۵ درصد (جرم - جرمی) در کانه‌های طبیعی آهن و کانه‌های تغلیظ شده (کنسانتره) و همجوش (آگلومرها) و محصولات کلوخه ای^۱ کاربرد دارد. روش اول برای کانه‌های آهن با مقدار عامل احیا کننده بیش از ۲ درصد (جرمی - جرمی) به عنوان مثال پیریت یا کانه‌های با مقدار فلئور بیشتر از ۰/۱ درصد (جرمی - جرمی) کاربرد ندارد. این روش برای کانه‌های با عیار پایین تر که مقدار عناصر آمفوتر آن‌ها بالا است، توصیه می شود. روش دوم می تواند برای کانه‌هایی که مقدار فلئور آن‌ها بیشتر از ۰/۱ درصد (جرمی - جرمی) است، کاربرد داشته باشد. این روش برای کانه‌هایی با عیار بالا که مقدار گانگ^۲ آنها کم است، توصیه می شود. یادآوری - برای کانه‌هایی که مقدار سیلیسیم آنها کمتر از ۵ درصد (جرمی - جرمی) است، روش مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۳۶۹۲ بهتر است.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد 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، اصلاحیه‌ها 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 اصلاحیه‌های 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 2596:1986, Iron ores-Determination of hygroscopic moisture in analytical samples- Gravimetric and Karl Fisher methods

2-7 ISO 3081:1986, iron ores – increment sampling – manual method

2-8 ISO 3083, Iron ores –Preparation of samples-Manual method

۳ اصول آزمون

1-Sinter products

2- gangue

تجزیه نمونه به روش ۱ یا ۲ صورت می گیرد.

روش ۱ تجزیه به وسیله ذوب با سدیم پروکسید و در ادامه بر هم کنش با هیدروکلریک اسید و پرکلریک اسید یا روش ۲ تجزیه به وسیله بر هم کنش با هیدروکلریک اسید، نیتریک اسید و پرکلریک اسید (همچنین در صورت نیاز، به اضافه بریک اسید) و تبخیر بخار پرکلریک اسید. صاف کردن دی اکسید سیلیسیم^۱ و باقیمانده ها و ذوب با سدیم کربنات و انحلال با هیدروکلریک و پرکلریک اسید، تبخیر محلول روش ۱ یا ۲ به بخارات حاصل از پرکلریک اسید و صاف کردن دی اکسید سیلیسیم رسوب شده. احتراق دی اکسید سیلیسیم ناخالص و وزن کردن آن، برهم کنش باقیمانده احتراق با هیدروفلوریک اسید و سولفوریک اسید و در ادامه احتراق و دوباره وزن کردن.

۴ مواد و / یا واکنشگرها

در کلیه اندازه گیری های شیمیایی از واکنشگرها با درجه خلوص تجزیه ای و آب مقطر یا آب خالص معادل آن استفاده کنید.

۱-۴	سدیم پروکسید (Na_2O_2) به صورت پودر
۲-۴	بوریک اسید (H_3BO_3) برای استفاده در یادآوری بند ۷-۴-۱-۲
۳-۴	سدیم کربنات (Na_2CO_3) بدون آب
۳-۴	نیتریک اسید با جرم حجمی ۱/۴ گرم بر میلی لیتر
۴-۴	هیدروکلریک اسید با جرم حجمی (۱/۱۶-۱/۱۹) گرم بر میلی لیتر
۵-۴	هیدروکلریک اسید با جرم حجمی (۱/۱۶-۱/۱۹) گرم بر میلی لیتر رقیق شده با نسبت ۱ به ۱
۶-۴	هیدروکلریک اسید با جرم حجمی (۱/۱۶-۱/۱۹) گرم بر میلی لیتر رقیق شده با نسبت ۱ به ۹
۷-۴	پرکلریک اسید با جرم حجمی ۱/۶۷ گرم بر میلی لیتر و ۷۰ درصد (جرمی - جرمی)
	و یا با جرم حجمی ۱/۵۴ و ۶۰ درصد (جرمی - جرمی)
۸-۴	سولفوریک اسید با جرم حجمی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر رقیق شده با نسبت ۱ به ۱
۹-۴	سولفوریک اسید با جرم حجمی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر رقیق شده با نسبت ۱ به ۹
۱۰-۴	هیدروفلوریک اسید ۴۰ درصد (جرمی - جرمی)، با جرم حجمی ۱/۱۳ گرم بر میلی لیتر
	و یا ۶۰ درصد (جرمی - جرمی)، با جرم حجمی ۱/۱۸۵ گرم بر میلی لیتر
۱۱-۴	نیتریک اسید با جرم حجمی ۱/۴۰ گرم بر میلی لیتر

۵ وسایل

وسایل معمولی آزمایشگاهی شامل پیپت های تک نشانه و بالن های حجمی تک نشانه براساس استاندارد ملی ایران به شماره ۷۵۲۰

۱-۵ بوته نیکی زیر کونیمی یا شیشه ای با گنجایش حدود ۴۰ میلی لیتر

۲-۵ بوتله پلاتینی با گنجایش حدود ۴۰ میلی لیتر

۳-۵ اسپاتول نیکیلی

۴-۵ کوره مافل^۱ که قابل تنظیم روی $C \pm 20^{\circ}$ بوده و تا دمای $C 1050^{\circ}$ را اندازه گیری کند.

۶ نمونه برداری نمونه ها

۱-۶ نمونه آزمایشگاهی

در تجزیه شیمیایی برای نمونه های با دانه بندی زیر $100 \mu m$ براساس استاندارد ISO 3081 یا استاندارد ملی ایران به شماره ۹۷۳ نمونه برداری کنید. آماده سازی براساس استاندارد ملی ایران شماره ۹۷۳ یا ISO 3083 انجام شود. در مورد کانی هایی با آب پیوندی یا ترکیبات اکسید پذیر قابل توجهی دارند، دانه بندی زیر $160 \mu m$ به کار برید.

یادآوری- در استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۸۴ راهنمایی برای آب پیوندی یا ترکیبات اکسید پذیر قابل توجه، تهیه شده است.

۲-۶ آماده سازی اولیه آزمایش

براساس نوع کانه، مراحل ۱-۲-۶ یا ۲-۲-۶ را انجام دهید.

۱-۲-۶ کانه هایی که آب پیوندی یا ترکیبات اکسید پذیر قابل توجهی دارند و عیار دی اکسید سیلیسیم آن ها بالای ۱۰ درصد (جرمی-جرمی) است.

هنگامی که مقدار دی اکسید سیلیسیم بالای ۱۰ درصد (جرمی-جرمی) است، آماده سازی آزمایش در هریک از انواع کانه های زیر، براساس ISO 2596 انجام می شود:

الف) کانه های آهن فرآوری شده^۲

ب) کانه های طبیعی یا فرآوری شده که مقدار سولفور در آن ها بیشتر از ۰/۲ درصد (جرمی-جرمی) می باشد.
ج) کانه های طبیعی یا فرآوری شده که مقدار آب پیوندی در آن ها بیشتر از ۲/۵ درصد (جرمی-جرمی) می باشد.

۲-۲-۶ کانه های خارج از دامنه ۱-۲-۶

یک آزمایش خشک شده به شرح زیر تهیه کنید.

نمونه آزمایشگاهی را کاملا مخلوط نمایید. این عمل را آن قدر ادامه دهید که یک آزمایش که نماینده کل محتویات نمونه باشد، تهیه نمایید. آزمایش را در دمای $C (105 \pm 2)^{\circ}$ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۸۴ خشک کنید. (این یک آزمایش از پیش خشک شده است.)

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ تعداد اندازه گیری ها

۱-Muffle furnace

۲-Processed

روی هرآزمایه از قبل خشک شده ، باید اندازه‌گیری حداقل دوبر و بطور مستقل براساس پیوست الف صورت گیرد.

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 کالیبراسیون مناسب را انجام دهد، می باشد.

۷-۲ آزمون

آزمون را با تقریب ۰۰۰۲ / ۰ گرم وزن کنید. در جدول ۱ مقدار آزمایه خشک شده اولیه مشخص شده است.

جدول ۱- جرم آزمون

مقدار سیلیسیم درصد(جرمی - جرمی)	جرم آزمون گرم
۱-۱۰	۱/۰
۱۰-۱۵	۰/۵

یادآوری- آزمون باید جداشود و سریع وزن شود تا از جذب رطوبت جلوگیری شود.

۷-۳-آزمون شاهد و آزمون کنترل

در هر دوره آزمایش، هم یک آزمون شاهد و هم یک آنالیز بر روی ماده مرجع گواهی شده از همان نوع کانه به صورت موازی با نمونه های کانه ،تحت شرایط یکسان، آزمون انجام می شود. آماده سازی اولیه آزمایه از پیش خشک ماده مرجع گواهی شده باید براساس بند ۶-۲ باشد.

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

وقتی که به طور همزمان اندازه‌گیری 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 معرف‌ها و مواد شیمیایی مورد استفاده از منبع یکسانی برداشته شده باشد . تمامی معرف‌های مورد استفاده در مورد آزمون باید با مقادیر مشابهی به آزمون شاهد اضافه شود.

زمانی که اندازه‌گیری به طور همزمان روی چندین نمونه کانه مشابه انجام می‌شود، می‌توان تنها از یک ماده مرجع گواهی شده استفاده نمود.

۷-۴ اندازه‌گیری

۷-۴-۱ تجزیه آزمون

۷-۴-۱-۲ مقدار ۵۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (بند ۴-۴) اضافه کنید. بشر با شیشه ساعت بپوشانید و به آرامی، بدون آن که جوش آید، آن را گرم کنید تا تجزیه نمونه کامل شود (۱۱-۴) و سپس ۲۵ میلی لیتر پرکلریک اسید (بند ۴-۷) اضافه کنید.

۷-۴-۱-۲ برای جلوگیری از رسوب تیتانیم به محلول ۱ میلی لیتر سولفوریک اسید (بند ۴-۹) اضافه کنید. قسمتی از در بشر را باز بگذارید و حرارت دادن را تا ظهور بخارات متراکم پرکلریک اسید ادامه دهید. بشر را کاملاً بپوشانید و حرارت را تا زمانی که هیچ بخار سفیدی در بشر مشاهده نشود ادامه دهید. این کار را تا زمانی که بیشتر پرکلریک اسید خارج شود ادامه دهید اما از خشک شدن آن جلوگیری کنید.

۷-۴-۱-۲ محلول را خنک کنید، سپس حدود ۲۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (بند ۴-۵) اضافه کنید. ضمن حرارت دادن بهم بزنید تا نمک‌های محلول، حل شود. حدود ۳۰ میلی لیتر آب اضافه کنید و به هم بزنید و رسوب را بر روی یک کاغذ صافی بافت متراکم^۱ که دارای تکه های کوچک کاغذ صافی یا مقدار کم خمیر صافی است جمع کنید.

۷-۴-۱-۲ بشر را با آب بشویید و دیواره های بشر را به وسیله میله شیشه ای پاک کنید. باقیمانده را سه یا چهار بار با هیدروکلریک اسید (بند ۴-۶) بشویید و در نهایت با آب داغ بشویید تا اسید شسته شود. آنچه صاف شده و محلول شستشو را دور بریزید. (یادآوری را ببینید)

یادآوری - برای کلوخه ها، دی اکسید سیلیسیم باید از این محلول صاف شده و شستشو، مطابق مراحل بعدی استخراج شود. ۱۰ میلی لیتر پرکلریک اسید (بند ۴-۷) و ۱ میلی لیتر سولفوریک اسید (بند ۴-۹) به محلول صاف شده و شستشو، اضافه کنید و حرارت دهید تا بخار غلیظ سفید پرکلریک اسید ظاهر شود. بشر را کاملاً بپوشانید و حرارت را تا زمانی که هیچ بخار سفیدی در بشر مشاهده نشود، ادامه دهید. این کار را تا زمانی که بیشتر پرکلریک اسید خارج شود ادامه دهید اما از خشک شدن آن جلوگیری کنید. مراحل مشخص شده در پاراگراف ۷-۴-۱-۲ و ۷-۴-۱-۲-۵ را تکرار کنید. سپس مطابق ۷-۴-۲-۳ ادامه دهید.

باقیمانده را همراه با کاغذ صافی در یک بوته پلاتینی (بند ۵-۲) قرار دهید، خشک کنید، سپس کاغذ را بسوزانید و درون کوره (بند ۵-۴) قرار دهید که دمای آن را روی $C^{\circ} (750-800)$ تنظیم کرده‌اید. بوته را خنک کنید. ۲ گرم تا ۳ گرم سدیم کربنات (بند ۴-۳) اضافه کنید. با اسپاتول نیکیلی (بند ۴-۳) آن را مخلوط کنید و در کوره مافل قرار دهید. با تنظیم دما در $C^{\circ} (900-1000)$ حرارت دهید تا ذوب کامل شود. هشدار - در حین عملیات، عینک آزمایشگاهی به کار برید.

۷-۴-۱-۲ بوته را خنک کنید و آن را در یک بشر ۶۰۰ میلی لیتری بپوشانید. بشر را با شیشه ساعت بپوشانید. ۲۰۰ میلی لیتر آب، ۵۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (بند ۴-۴)، ۲۵ میلی لیتر پرکلریک اسید (بند ۴-۷) اضافه کنید. بوته را از بشر بیرون آورده و با هیدروکلریک اسید (بند ۴-۶) و آب بشویید. با یک میله شیشه ای باقیمانده محتویات چسبیده به دیواره بوته را تمیز کنید. بشر را بر روی صفحه داغ قرارداده و تا تجزیه کامل محتویات آزمایش، گرم کنید.

۱ میلی لیتر سولفوریک اسید (بند ۴-۹) برای جلوگیری از رسوب تیتانیم به محلول اضافه کنید.

با نیمه باز گذاشتن بشر آن را حرارت دهید تا بخار غلیظ سفید پر کلریک اسید ظاهر شود. بشر را کاملاً بیوشانید و حرارت راتا زمانی که هیچ بخار سفیدی در بشر مشاهده نشود ادامه دهید. این کار را تا زمانی که بیشتر پر کلریک اسید خارج شود ادامه دهید اما از خشک شدن آن جلوگیری کنید.

محلول را خنک کنید ، سپس حدود ۲۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (بند ۴-۵) اضافه کنید. ضمن حرارت دادن آن را به هم بزنید تا نمک های محلول، حل شود. اجازه دهید تا رسوب در مدت چندین دقیقه ته نشین شود. سپس دیواره بشر را با ۳۰ میلی لیتر آب بشویید. براساس بند ۷-۴-۲ ادامه دهید.

۷-۴-۲ رفتار دی اکسید سیلیسیم

۷-۴-۲-۲ محلول حاوی دی اکسید سیلیسیم حل نشده که در بند ۷-۴-۱-۱ یا ۷-۴-۱-۲ به دست آمده است بر روی یک کاغذ صافی بافت متراکم که دارای تکه های کوچک کاغذ صافی مقدار کم خمیر صافی است صاف کنید.

بشر را با آب بشویید و دیواره های بشر را به وسیله میله شیشه ای پاک کنید. باقیمانده را با هیدرو کلریک اسید داغ (بند ۴-۶) بشویید و سپس با آب داغ بشویید تا پر کلریک اسید حذف شود. در نهایت با آب داغ بشویید باقیمانده روی کاغذ را نگه دارید و آنچه صاف شده و محلول شستشو را دور بریزید. (یادآوری را ببینید). یادآوری - برای کانه هایی که مقدار سیلیسیم آنها بیشتر از ۵ درصد (جرمی-جرمی) است (حدود ۱۰ درصد به صورت دی اکسید سیلیسیم) یا وقتی مقدار سیلیسیم نامعلوم است دی اکسید سیلیسیم باید از روی کاغذ صافی جمع شود و مطابق یادآوری بند ۷-۴-۱ شسته شود.

۷-۴-۲-۳ باقیمانده و کاغذ را در یک بوته پلاتینی (بند ۵-۲) قرار دهید. به آرامی حرارت دهید تا خشک شود. سپس کاغذ صافی را سوزانده و احتراق را به مدت ۳۰ دقیقه در یک کوره مافل (بند ۵-۴) که دردمای 1050 ± 20 °C تنظیم شده است قرار دهید.

۷-۴-۲-۴ دی اکسید سیلیسیم خام را در دسیکاتور خنک کنید و با تقریب ۰/۰۰۰۱ گرم وزن کنید. حرارت دادن را ادامه دهید تا زمانی که وزن ثابت m_1 به دست آید. باقیمانده درون بوته را با چند قطره آب مرطوب کنید. ۵ قطره سولفوریک اسید (بند ۴-۸) و بسته به مقدار دی اکسید سیلیسیم، (۱۵-۵) میلی لیتر هیدروفلوریک اسید اضافه کنید. به آرامی در ظرف بخار حرارت دهید تا سولفوریک اسید و دی اکسید سیلیسیم خارج شود. در پایان بوته را ۱۵ دقیقه در کوره مافل بادمای 1050 ± 20 °C قرار دهید. آن را در دسیکاتور خنک کنید و ناخالصی را با تقریب ۰/۰۰۰۱ گرم وزن کنید. واکنش با سولفوریک اسید و فلوئوریدریک اسید و احتراق را تا زمانی که وزن ثابت m_2 به دست می آید ، تکرار کنید.

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.

$$w_{si} = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \times 0.4674 \times 100 \times K = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \times 46.74 \times K \quad (1)$$

که در آن:

m_1 جرم بوته پلاتینی حاوی دی اکسید سیلیسیم خام بر حسب گرم

m_p جرم بوتله پلاتینی حاوی ناخالصی بر حسب گرم

m_p جرم آزمون بر حسب گرم

K برای آزمایش (مطابق بند ۶-۲-۲) اولیه خشک شده برابر با ۱۰۰ است برای آزمایش در تماس با هوا (مطابق بند ۶-۲-۱) فاکتور تبدیل بر اساس فرمول (۲) می باشد.

$$K = \frac{100}{100 - A} \quad (2)$$

که در آن:

A مقدار رطوبت بر حسب درصد جرمی است که بر اساس استاندارد ISO 2596 اندازه گیری می شود.

۲-۸ بررسی عمومی نتایج

۱-۲-۸ تکرار پذیری و رواداری قابل قبول

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

$$r = 0.0090X + 0.0511 \quad (3)$$

$$P = 0.0095X + 0.0831 \quad (4)$$

$$\sigma_r = 0.0032X + 0.0181 \quad (5)$$

$$\sigma_1 = 0.0027X + 0.0248 \quad (6)$$

که در آن :

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

در یک آزمایشگاه، معادله های ۳ و ۵، میانگین حسابی نتایج نمونه های دوتایی

در دو آزمایشگاه، معادله های ۴ و ۶، میانگین حسابی نتایج نهایی بند ۸-۲-۳ دو آزمایشگاه

r رواداری قابل قبول در یک آزمایشگاه (تکرارپذیری)

P رواداری قابل قبول بین آزمایشگاهی

σ_r انحراف استاندارد در یک آزمایشگاه

σ_1 انحراف استاندارد بین آزمایشگاه ها

۲-۲-۸ پذیرش نتایج تجزیه ای

تفاوت بین نتایج به دست آمده برای مواد مرجع گواهی شده طبق بند (۲-۷) و مقدار گواهی شده از نظر

آماری بی معنا می باشد، برای یک ماده مرجع گواهی شده که متوسط ۱۰ آزمایشگاه این روش را به کار برده اند، دقت و صحت قابل مقایسه خواهد بود.

تفاوت معنی دار، با استفاده از فرمول ۷ به دست می آید.

$$|A_C - A| \leq \tau + \sqrt{\frac{s_{LC}^2 + \frac{s_{w_c}^2}{n_{w_c}}}{N_C} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad (7)$$

که در آن :

A_C مقدار گواهی شده

A نتیجه یا میانگین نتایج برای ماده مرجع گواهی شده

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

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

N_C تعداد آزمایشگاه های گواهی دهنده

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

n تعداد اندازه گیری های تکراری روی مواد گواهی شده (غالباً $n=1$)

σ_L, σ_r در ۸-۲-۱ توضیح داده شده اند.

اگر سمت چپ معادله ۷ کمتر یا مساوی سمت راست باشد، تفاوت $|A_C - A|$ از نظر آماری بی معنی است، در غیر اینصورت تفاوت معنی دار می باشد.

هنگامی که تفاوت معنی دار وجود داشته باشد، آزمایش باید توسط آزمایشگر آزمایشگاه امتحان شود.

اگر باز تفاوت معنی دار وجود داشت باید آزمایش با ماده مرجع گواهی شده از همان نوع تکرار شود.

هنگامی که تفاوت مقدار دو آزمایش خارج از محدوده ۲ محاسبه شده براساس فرمول شماره ۳ بند ۸-۲-۱ می باشد، یک یا چند آزمایش اضافی بر اساس نمودار گردشی موجود در پیوست الف باید انجام شود، همزمان باید آنالیز ماده مرجع گواهی شده از همان نوع صورت گیرد.

یادآوری -مراحل بعد هنگامی که اطلاعات روی ماده مرجع گواهی شده کامل نباشد، استفاده می شود.

الف) اگر اطلاعات کافی وجود داشته باشد که انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی تخمین زده شود غلظت $\frac{s_{w_c}^2}{n_{w_c}}$ را حذف

کنید و به جای آن s_{LC} را انحراف استاندارد آزمایشگاهی در نظر بگیرید.

ب) اگر گواهی به وسیله یک آزمایشگاه داده شده یا نتایج داخل یک آزمایشگاه از بین رفته اند فرمول ۸ را به کار برید.

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

۸-۲-۳ محاسبه نتیجه نهایی

نتیجه نهایی آزمون میانگین حسابی مقادیر تجزیه ای قابل قبول است که براساس پیوست الف تا چهار رقم اعشار محاسبه شده و تا دو رقم اعشار به صورت زیر گرد شده باشد.

الف) چنانچه رقم سوم اعشار کمتر از پنج باشد، از آن صرفنظر 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 صرفنظر 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.

۳-۸ فاکتور اکسید

فاکتور اکسید بر اساس فرمول ۹ محاسبه می شود.

$$w_{\text{SiO}_2} (\%) = 2/139 w_{\text{Si}} (\%) \quad (9)$$

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید آگاهی های زیر باشد.

۹-۱ روش آزمون طبق براساس این استاندارد ملی ایران

۹-۲ اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه

۹-۳ نتیجه آزمون

۹-۴ هر خصوصیتی که در حین اندازه گیری مورد توجه قرار گرفته است یا هر عملیاتی که در این استاندارد

تعیین نشده و ممکن است در نتیجه تاثیر بگذارد یا بر روی آزمایش یا ماده مرجع گواهی شده

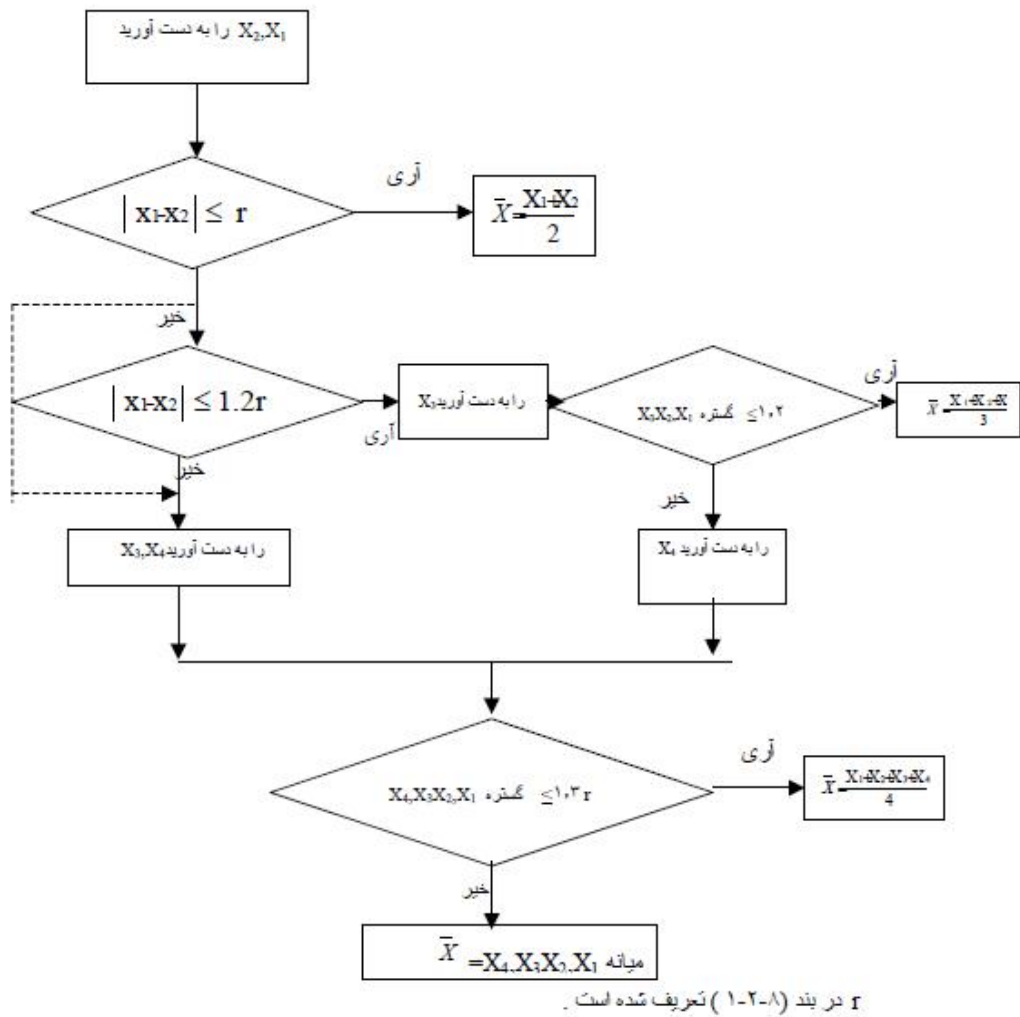
۹-۵ نام و آدرس آزمایشگاه آزمون کننده

۹-۶ تاریخ انجام آزمون

پیوست الف

(الزامی)

نمودار گردش‌های روش پذیرش مقادیر تجزیه‌ای آزمونها



پیوست ب (اطلاعاتی)

استنتاج تکرار پذیری و تجدید پذیری معادله های رواداری

معادله ۱-۲-۸ از نتایج آزمایشات بین المللی در سالهای ۱۹۶۷-۱۹۶۸ و ۱۹۷۰-۱۹۷۱ بر روی نمونه های کانی ها در ۲۸ آزمایشگاه در ۱۲ کشور به دست آمده است. رفتار گرافیکی داده های دقت در پیوست پ آورده شده است.

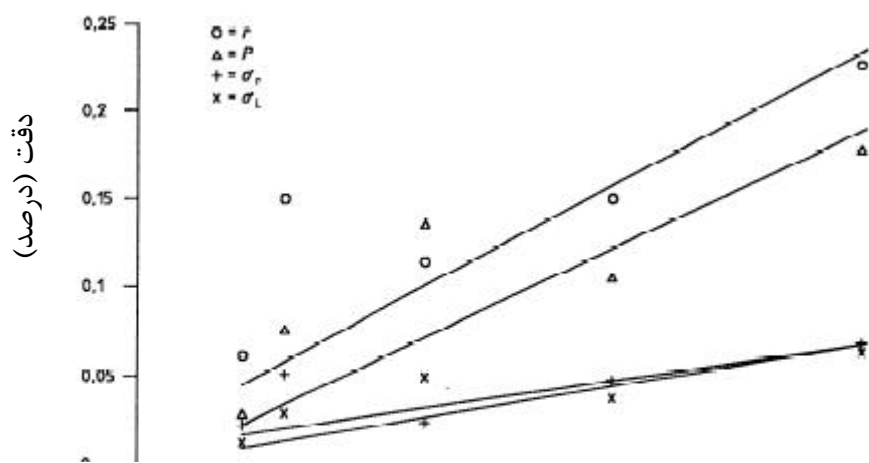
جدول ب-۱ نتایج آزمایشات بر روی کانه های ۲۸ آزمایشگاه

نمونه	مقدار سیلیسیوم (جرمی-جرمی)
Palabora ore	0.19
Philipine iron sand	1.05
Swedish ore	3.88
Uk sinter	7.73
Krivoi-Rog ore	12.85

پیوست پ

(اطلاعاتی)

داده های مربوط به دقت آزمایشات تجزیه ای بین المللی



مقدار سیلیسیم بر حسب درصد (جرمی -جرمی)

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

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