



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۰۹۷۹

تجدیدنظر اول

۱۳۹۴

INSO

10979

1st.Revision

2016

فولادهای کربنی و کم آلیاژ - اندازه‌گیری  
عناصر به روش طیف سنجی نشر اتمی جرقه  
- روش آزمون

Carbon and low-alloy steel- Determination  
of elements by spark atomic emission  
spectrometry- Test Method

ICS: 77.080.20

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد 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.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح 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 شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد 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. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاها صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران 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 آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و 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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« فولادهای کربنی و کم آلیاژ – اندازه‌گیری عناصر به روش طیف سنجی نشر اتمی جرقه – روش

آزمون»

(تجدید نظر اول)

### رئیس:

زرگر، بهروز  
(دکتری شیمی)

### سمت و / یا نمایندگی

دانشیار دانشگاه شهید چمران اهواز

### دبیر: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

خوشنام، فرزانه  
(دکتری شیمی)

معاون اداره کل استاندارد استان خوزستان

### اعضاء:

آهوپی، زینب  
(لیسانس متالورژی)

مدیر تضمین کیفیت شرکت فولاد خوزستان

احمدی، سودابه  
(فوق لیسانس شیمی)

سرپرست آزمایشگاه گروه ملی صنعتی فولاد  
ایران

بیرگانی نیا، صولت  
(لیسانس متالورژی)

مدیر کیفیت فراگیرگروه ملی صنعتی فولاد  
ایران

پولادگر، عبدالعلی  
(لیسانس مکانیک)

دبیر کمیته متناظر فولاد

جابری راد، مینا  
(فوق لیسانس پلیمر)

کارشناس آزمایشگاه دانشکده صنعت نفت

رضایی نژاد، رامش  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد دانشکده صنعت نفت

کارشناس آزمایشگاه گروه ملی صنعتی فولاد  
ایران

ضمیری زاده ، علی  
(فوق لیسانس شیمی)

هیات علمی دانشگاه آزاد ماهشهر

علوی فاضل، سید علی  
(دکترای مهندسی شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

گیلاسی، فهیمه  
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفیت شرکت بهین آزمون  
اروند

نظامی، راضیه  
(لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نورد و لوله اهواز

نظری، مهران  
( لیسانس متالورژی )

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۳	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ وسایل
۵	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۵	۷ مواد مرجع
۶	۸ آماده سازی آزمون ها و مواد مرجع
۶	۹ آماده سازی دستگاه
۷	۱۰ برانگیختگی و نشر
۱۰	۱۱ کالیبراسیون ، استانداردسازی و تصدیق
۱۱	۱۲ برانگیختگی و اندازه گیری تابش
۱۲	۱۳ محاسبه
۱۲	۱۴ دقت و انحراف

## پیش‌گفتار

استاندارد " فولادهای کربنی و کم آلیاژ - اندازه‌گیری عناصر به روش طیف‌سنجی نشر اتمی جرقه - روش آزمون " نخستین بار در سال ۱۳۸۷ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهاد های رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تایید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در یک هزار و سیصد و دهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مکانیک و فلزشناسی مورخ ۹۴/۱۱/۱۲ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه، ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. 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.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۹۷۹: سال ۱۳۸۷ است.

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

ASTM E 415: 2014, Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry

## فولادهای کربنی و کم آلیاژ - اندازه‌گیری عناصر به روش طیف‌سنجی نشر اتمی جرقه - روش آزمون

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین قابلیت اجرای محدودیت‌ها قبل از استفاده بر عهده کاربر این استاندارد است.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش اندازه‌گیری هم‌زمان ۲۰ عنصر آلیاژی و باقی‌مانده در فولادهای کربنی و کم آلیاژ درگستره کسر جرمی مندرج در جدول ۱ به روش طیف‌سنجی نشر اتمی جرقه تحت خلا می‌باشد. این روش آزمون برای تجزیه آزمون‌های دارای قطر مناسب کاربرد دارد به گونه‌ای که روزه جرقه را بپوشاند. ضخامت آزمون‌ها بسته به طراحی صفحه طیف سنج می‌تواند متفاوت باشد اما ضخامت آزمون‌ها بین ۱۰ mm تا ۳۸ mm بیشترین کاربرد را دارد.

این استاندارد برای تجزیه کنترلی معمول در عملیات تولید آهن و فولاد و تجزیه مواد فرایند شده کاربرد دارد. این روش برای آزمون‌های ریخته‌گری تبریدی، نورد و آهن‌گری شده، کاربرد دارد. هنگامی که مواد مرجع و آزمون‌ها از نظر ترکیب شیمیایی و شرایط متالورژیکی مشابه هم باشند، عملکرد بهتری مورد انتظار است ولی این موضوع برای کاربردهای این استاندارد ضروری نیست.

این روش آزمون برای تجزیه شیمیایی فلزات و آلیاژها به روش طیف‌سنجی می‌باشد و اصولاً برای مقایسه نتایج تجزیه مواد با استانداردهای ترکیب شیمیایی به کار می‌رود.

یادآوری- این گونه فرض می‌شود که همه کسانی که از این استاندارد استفاده می‌کنند، در تجزیه شیمیایی متخصص هستند و رویه‌های متداول آزمایشگاهی را با مهارت و رعایت ایمنی اجرا می‌کنند. انتظار می‌رود که این کار در یک آزمایشگاه مجهز انجام شود.

جدول ۱- گستره ترکیب

عنصر	گستره کاربردی % کسر جرمی	گسترده کمی % کسر جرمی
آلومینیم	۰ تا ۰/۰۷۵	۰/۰۲ تا ۰/۰۷۵
آرسنیک	۰ تا ۰/۱	۰/۰۵ تا ۰/۱
بور	۰ تا ۰/۰۰۷	۰/۰۰۲ تا ۰/۰۰۷
کلسیم	۰ تا ۰/۰۰۳	۰/۰۰۱ تا ۰/۰۰۳
کربن	۰ تا ۱/۱	۰/۰۸ تا ۱/۱
کروم	۰ تا ۲/۲۵	۰/۰۲ تا ۲/۲۵
کبالت	۰ تا ۰/۱۸	۰/۰۰۸ تا ۰/۱۸
مس	۰ تا ۰/۵	۰/۰۴ تا ۰/۵
منگنز	۰ تا ۲/۰	۰/۱۰ تا ۲/۰
مولیبدن	۰ تا ۰/۶	۰/۰۳ تا ۰/۶
نیکل	۰ تا ۵/۰	۰/۰۲ تا ۵/۰
نیوبیم	۰ تا ۰/۰۸۵	۰/۰۲ تا ۰/۰۸۵
نیتروژن	۰ تا ۰/۰۱۵	۰/۰۰۴ تا ۰/۰۱۵
فسفر	۰ تا ۰/۰۸۵	۰/۰۲ تا ۰/۰۸۵
سیلیسیم	۰ تا ۱/۱۵	۰/۰۷ تا ۱/۱۵
گوگرد	۰ تا ۰/۰۵۵	۰/۰۱ تا ۰/۰۵۵
قلع	۰ تا ۰/۰۴۵	۰/۰۱ تا ۰/۰۴۵
تیتانیم	۰ تا ۰/۲	۰/۰۰۴ تا ۰/۲
وانادیم	۰ تا ۰/۳	۰/۰۰۴ تا ۰/۳
زیرکونیوم	۰ تا ۰/۰۵	۰/۰۲ تا ۰/۰۵

یادآوری- گستره غلظت عناصر لیست شده در جدول ۱ براساس آزمون های مشارکتی انجام شده بر روی مواد مرجع مشخص گردیده است .

## 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 تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست . در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است ، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی آن ها موردنظر است .  
استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :



۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۳۷۶: سال ۱۳۸۶، فولاد و چدن -نمونه برداری و آماده سازی نمونه ها برای اندازه گیری ترکیبات شیمیایی

2-2 ASTM E 135, Terminology Relating to Analytical Chemistry for Metals, Ores, and Related Materials

2-3 ASTM E 305, Practice for Establishing and Controlling Spectrochemical Analytical Curves

2-4 ASTM E 350, Test Methods for Chemical Analysis of Carbon Steel, Low-Alloy Steel, Silicon Electrical Steel, Ingot Iron, and Wrought Iron

2-5 ASTM E 406, Practice for Using Controlled Atmospheres in Spectrochemical Analysis

2-6 ASTM E 1019, Test Methods for Determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, and Oxygen in Steel and in Iron, Nickel, and Cobalt Alloys

2-7 ASTM E 1329, Practice for Verification and Use of Control Charts in Spectrochemical Analysis

2-8 ASTM E 1601, Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Evaluate the Performance of an Analytical Method

2-9 ASTM E 1763, Guide for Interpretation and Use of Results from Interlaboratory Testing of Chemical Analysis Methods

2-10 ASTM E1806 Practice for Sampling Steel and Iron for Determination of Chemical Composition

2-11 ASTM E1950 Practice for Reporting Results from Methods of Chemical Analysis

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف موجود در استاندارد ASTM E 135 به کار می رود.

### ۴ اصول آزمون

یک تخلیه الکتریکی خازنی بین سطح صاف آزمون دیسکی و الکتروود مخروطی شکل ایجاد می شود. تخلیه در یک انتگرال زمانی از پیش تعیین شده برای شدت یک خط طیفی انتخاب شده آهن یا در زمان از پیش تعیین شده، خاتمه یافته و انرژی های تابش شده نسبی خطوط طیفی تجزیه ای، ثبت می شوند. حساس ترین خطوط طیفی آرسنیک، بور، کربن، نیتروژن، فسفر، گوگرد و قلع در ناحیه ماوراء بنفش خلاء قرار گرفته اند. برای آن که از جذب تابش به وسیله هوا جلوگیری شود، گاز آرگون از مسیرهای تعبیه شده در دستگاه وارد محفظه جرقه شده و آن را از هوا خالی می کند.

### ۵ وسایل

#### ۱-۵ تجهیزات نمونه برداری

۱-۱-۵ نمونه برداری را براساس استاندارد ملی ایران به شماره ۹۳۷۶ یا استاندارد ملی مناسب فولاد و چدن انجام دهید.

#### ۲-۵ منبع برانگیختگی<sup>۱</sup>

قادر به فراهم کردن پارامترهای الکتریکی به منظور ایجاد جرقه در نمونه و مطابق با الزامات بند ۱۰-۱ می باشد.

#### ۳-۵ محفظه جرقه

در این محفظه گاز آرگون به طور خودکار جریان می یابد. محفظه جرقه باید مستقیماً روی دستگاه طیف سنج سوار شود و به یک صفحه جرقه مجهز باشد تا بتواند یک آزمون تخت و الکترومقابل که در زیر آن قرار دارد، را نگه دارد.

پیشنهادهای سازنده دستگاه را برای تمیز کردن محفظه جرقه پیروی کنید (در هنگام کارکرد پیوسته توصیه می شود هر ۲۴ ساعت) انجام شود. از پیشنهادهای سازنده برای تمیز کردن عدسی یا پنجره ورودی پیروی کنید (داده های تایید شده یا داده های شدت نمونه مرجع دیگر، می توانند به طور نمونه، زمان مورد نیاز برای تمیزکاری را مشخص کنند).

#### ۴-۵ طیف سنج

طیف سنج دارای تفرق خطی متقابل به اندازه  $0.60 \text{ nm/mm}$  یا بیشتر در مرتبه اول و فاصله کانونی  $0.75 \text{ m}$  تا  $3 \text{ m}$  است. گستره تقریبی آن باید از  $14570 \text{ nm}$  تا  $40070 \text{ nm}$  باشد. طیف سنج برای حذف تابش های پراکنده باید محافظت شود. هم چنین باید مجهز به یک ورودی هوا و یک خروجی خلا باشد و در فشار خلا  $33.3 \text{ Pa}$  ( $25$  میکرومتر جیوه) یا کمتر، کار کند. پهنای شکاف اولیه ممکن است از  $20 \mu\text{m}$  تا  $50 \mu\text{m}$  باشد. پهنای شکاف ثانویه می تواند بسته به طول موج عنصر و تداخل احتمالی طول موج (بین  $37 \mu\text{m}$  تا  $200 \mu\text{m}$ ) متفاوت باشد.

#### ۵-۵ سیستم اندازه گیری

سیستم اندازه گیری شامل فوتوتکثیرکننده هایی<sup>۱</sup> با تنظیمات ولتاژ اختصاصی، خازن هایی که خروجی هر فوتوتکثیر کننده در یکی از آن ها ذخیره می شود، یک سیستم اندازه گیری ولتاژ ثابت ولتاژ روی خازن ها به طور مستقیم یا غیر مستقیم و آرایه ای از کلیدهای مورد نیاز برای فراهم کردن توالی عملکرد مطلوب می باشد. یادآوری - طیف سنج های مجهز به آشکارسازهای CCD و/یا CID مشروط بر این که کاربر بتواند تایید کند داده های به دست آمده برای دقت و انحراف روش معادل هستند، می توانند استفاده شوند.

#### ۶-۵ پمپ خلاء

قادر به نگه داری فشار خلا  $33.3 \text{ Pa}$  ( $25$  میکرومتر جیوه) یا کمتر باشد.

یادآوری - معمولاً یک پمپ با دبی حداقل  $0.23 \text{ m}^3/\text{min}$  کافی است.

#### ۷-۵ سیستم تزریق گاز

سیستم تزریق گاز شامل منبع گاز آرگون با تنظیم کننده فشار و جریان گاز می باشد. دستگاه باید مجهز به یک سیستم خودکار برای تامین گاز آرگون با نرخ جریان معلوم در یک فاصله زمانی مشخص باشد. سرعت جریان به صورت دستی یا خودکار کنترل می شود. سیستم گاز آرگون باید مطابق استاندارد ASTM E 406 باشد.

## ۶ مواد و/یا واکنشگرها

### ۱-۶ الکتروود مقابل

الکتروودهای مقابل می‌توانند از جنس میله های نقره‌ای یا تنگستن با پوشش توریم یا مواد دیگری باشند مشروط بر آن که بتوانند به طور تجربی دقت و انحراف معادل با مواد فوق را نشان دهند. میله‌ها می‌توانند قطرهای مختلف از ۱٫۵ mm تا ۶٫۵ mm (بسته به طراحی سازنده دستگاه) داشته باشند و به طور معمول نوک الکتروودها با زاویه ۹۰° یا ۱۲۰° مخروط شده‌اند.

۱-۱-۶ یک رسوب سیاه روی نوک الکتروود جمع خواهد شد. توصیه می‌شود این رسوب بین فواصل آزمون برداشته شود (به عنوان نمونه با یک برس سیمی). در صورتی که برداشته نشود، می‌تواند باعث کاهش شدت کلی خط طیفی تابش یا انتقال مقادیر کم آلودگی بین آزمون‌ها یا هر دو شود. تعداد برانگیختگی قابل قبول بر روی یک الکتروود در دستگاه‌های مختلف متفاوت است و بهتر است در هر آزمایشگاه مشخص شود. یادآوری- گزارش شده است با یک الکتروود تنگستن با پوشش توریم می‌تواند ۱۰۰۰ برانگیختگی یا بیشتر بدون تعویض الکتروود انجام شود.

### ۲-۶ گاز خنثی

از گاز آرگون مطابق الزامات استاندارد ASTM E 406 استفاده کنید.

## ۷ مواد مرجع

### ۱-۷ مواد مرجع گواهی شده (CRM)<sup>۱</sup>

این مواد تمامی یا قسمتی از گستره غلظت‌های عناصری را که در جدول ۱ آورده شده اند، پوشش می‌دهند و جهت کالیبره کردن طیف سنج برای عناصر مورد نظر یا تایید کارایی روش آزمون استفاده می‌شوند. استفاده از مواد مرجع گواهی شده به منظور صحت‌گذاری یا برقراری تکرارپذیری فرایندهای اندازه‌گیری شیمیایی توصیه نشده است.

تفاوت‌هایی میان مواد مرجع گواهی شده و نمونه‌های تولیدی آماده شده با روش نمونه‌برداری مطابق استاندارد ملی ایران به شماره ۹۳۷۶، ممکن است وجود داشته باشد. کالیبراسیون‌های عناصر خاص (مانند گوگرد) ممکن است نیاز به تصحیح داشته باشند. این تصحیح می‌تواند به وسیله مقادیر به دست آمده از مواد مرجعی که با روش‌های معمولی نمونه‌برداری تولید شده‌اند و مطابق روش‌های آزمون ASTM E1019 و ASTM E350 تجزیه می‌شوند، انجام گیرد.

یادآوری- مواد مرجع گواهی شده ساخته شده توسط NIST با نام تجاری مواد مرجع استاندارد (SRM)<sup>۲</sup> شناخته می‌شوند.

### ۲-۷ مواد مرجع (RM)<sup>۳</sup>

---

1 - Certified Reference Materials

2 - Standard Reference Materials

3 - Reference Materials

این مواد را می‌توان از تامین کننده‌های متعدد یا به طور داخلی تهیه کرد. این مواد به طور متناوب برای کنترل (تصدیق) و تصحیح انحراف دستگاه طیف سنج به کار می‌روند. این مواد مرجع باید همگن بوده و حاوی ترکیب مناسبی از هر عنصر مورد کنترل یا انحراف تصحیح شده یا هر دو باشند.

## ۸ آماده سازی آزمون‌ها و مواد مرجع

۸-۱ آزمون‌ها و مواد مرجع باید به روش یکسان آماده شوند. آزمون را از یک مقطع نمونه بزرگ با اندازه و ضخامت مناسب برای آماده‌سازی و مناسب جهت قرارگرفتن روی صفحه طیف سنج برش دهید. آزمون‌هایی با ضخامت بین ۱۰ mm تا ۳۸ mm بیشترین کاربرد را دارند.

۸-۲ اطمینان یابید که آزمون‌ها در ناحیه برانگیختگی عاری از ناهمواری و حفره می‌باشند (یادآوری را ببینید). در ابتدا سطح برش خورده را با کاغذ سنباده نواری یا دیسکی (به صورت تر یا خشک) با دانه بندی ۵۰ تا ۸۰ پرداخت کنید. برای پرداخت نهایی از سنباده خشک دارای دانه بندی ریز مثلاً ۱۲۰ می‌توان استفاده کرد، اما این کار الزامی نیست.

یادآوری - تخلخل آزمون مطلوب نیست، زیرا منجر به تخلیه الکتریکی پراکنده الکترون‌ها می‌شود. در حالی که حالت مطلوب، تخلیه الکتریکی متمرکز الکترون‌ها است. از آنجا که آزمون منتشر کننده الکترون است، چربی یا کثیفی سطح مانع از انتشار کامل الکترون‌ها می‌شود، لذا توصیه می‌شود سطح آزمون تمیز نگه‌داشته شود.

۸-۲-۱ قبل از جرقه زدن مجدد روی سطح برانگیخته شده آزمون‌ها و مواد مرجع، لازم است آن سطح به وسیله سنباده زنی خشک دوباره پرداخت شود.

## ۹ آماده سازی دستگاه

یادآوری - دستورکارهایی که در اینجا ذکر شده‌اند، برای اغلب دستگاه‌های طیف سنج کاربرد دارند، ولیکن ممکن است برخی تنظیمات برای دستگاه‌های مختلف تغییر نماید و آماده سازی بیشتری ممکن است مورد نیاز باشد. برای دستیابی به جزئیات بیشتر در خصوص کار با یک دستگاه طیف سنج خاص به دستورالعمل سازنده مراجعه کنید.

۹-۱ دستگاه طیف سنج را طوری برنامه‌ریزی کنید که خطوط طیف استاندارد داخلی با یکی از خطوط طیف تجزیه‌ای برای هر عنصر فهرست شده در جدول ۲ مطابقت داشته باشد. خطوط چندتایی ممکن است برای یک عنصر (برای مثال نیکل) بسته به محدوده کسرجرمی و نرم افزار طیف سنج اختصاصی استفاده شود.

یادآوری - خطوط طیفی فهرست شده در جدول ۲، برای عناصر و محدوده‌های کسر جرمی شرح داده شده در دامنه کاربرد به طور رضایت بخش به اثبات رسیده‌اند. استاندارد داخلی دیگر و خطوط طیف تجزیه‌ای نیز مانند آنچه در جدول ۳ فهرست شده، ممکن است به کار روند، مشروط بر آن که به طور تجربی بتوان نشان داد که دقت و صحت معادل به دست می‌دهند.

۹-۲ موقعیت شکاف ورودی طیف سنج را به گونه‌ای تنظیم تا مطمئن شوید تابش پیک به محفظه طیف سنج وارد می‌شود. این کار باید در ابتدا و هر چند گاه که نگه داشتن مناسب تنظیم شکاف ورودی ضروری است، انجام شود. دستورکار پیشنهادی سازنده را دنبال کنید. آزمایشگاه تناوب موقعیت‌یابی تنظیم را بر اساس عملکرد دستگاه تعیین می‌کند.

۳-۹ موقعیت یابی و تنظیم شکاف خروجی به طور معمول هنگام ساخت توسط سازنده طیف سنج انجام می شود. تحت شرایط معمول، تنظیم بیشتری برای شکاف خروجی مورد نیاز نیست. یادآوری - روش و تناوب موقعیت یابی یا تنظیم موقعیت شکاف های خروجی بستگی به عواملی مانند: نوع دستگاه طیف سنج، تنوع مشکلات تجزیه ای پیش آمده و تعداد دفعات استفاده از دستگاه دارد. توصیه می شود هر آزمایشگاه یک روش اجرایی برای کنترل مناسب توسط مهندسين سرویس دارای صلاحیت ایجاد نماید.

## ۱۰ برانگیختگی و نشر<sup>۱</sup>

### ۱-۱۰ عوامل الکتریکی

۱-۱-۱۰ عوامل برانگیختگی به طور معمول توسط سازنده طیف سنج برقرار شده اند. محدوده های زیر به عنوان راهنما هستند و برای دستگاه های جدیدتر ممکن است متفاوت باشند. پارامترهای مربوط به تخلیه بار الکتریکی خازن به شرح زیر می باشد:

ظرفیت ( $\mu F$ )	۱۰ تا ۱۵
اندوکتانس ( $\mu H$ )	۵۰ تا ۷۰
مقاومت ( $\Omega$ )	۳ تا ۵
پتانسیل (V)	۹۴۰ تا ۱۰۰۰
جریان (A)	۰٫۳ تا ۰٫۸
تعداد تخلیه الکتریکی در ثانیه	۶۰

۱-۱-۱۰ هنگامی که مقادیر عوامل فوق تثبیت شدند، به دقت مقادیر آنها را ننگه داری کنید. تغییرات ولتاژ منبع تغذیه نباید از  $\pm 5\%$  بیشتر شود و ترجیحاً توصیه می شود در محدوده  $\pm 2\%$  ننگه داشته شود.

### ۱-۱-۱۰ مدار ورودی

پارامترهای مدار ورودی باید مناسب انتخاب شوند تا تخلیه بار الکتریکی خازن به طور یکنواخت صورت پذیرد. تنظیمات زیر به عنوان راهنما هستند و برای دستگاه های جدیدتر ممکن است متفاوت باشند.

ظرفیت ( $\mu F$ )	۰٫۰۲۵
اندوکتانس ( $\mu H$ )	به اندازه پسماند (ناچیز)
مقاومت ( $\Omega$ )	۲٫۵
حداکثر ولتاژ (V)	۱۸۰۰۰

### ۱-۱-۱۰ سایر عوامل الکتریکی

از دستگاه های برانگیختگی که مقادیر دقیق عوامل الکتریکی آورده شده در بندهای ۱-۱-۱۰ و ۳-۱-۱۰ بر روی آنها قابل دسترس نیست، نیز می توان استفاده کرد به شرط آن که از طریق تجربی نشان داده شود که دقت و صحت معادل دستگاه های قبلی را دارند.

<sup>۱</sup>-Exposure

جدول ۲ - استاندارد داخلی و خطوط طیف تجزیه ای

تداخل های احتمالی <sup>b</sup>	طبقه بندی خط <sup>a</sup>	طول موج (nm)	نام عنصر
V, Mn, Mo, Ni	I	394.40	آلومینیم (Al)
V, Mn	I	308.22	
Mo, W	I	197.20	آرسنیک (As)
Mn	I	193.76	
S, Mn, Mo	I	182.64	بور (B)
W, Mn, Cu	I	182.59	
Nb	II	396.85	کلسیم (Ca)
Al	I	193.09	کربن (C)
Mn, V, Ni, Nb, Mo	II	298.82	کرم (Cr)
Mn, Mo, W	II	267.72	
Cr, Mo	I	345.35	کیالت (Co)
Ni, Cr	II	228.62	
Nb	I	327.40	مس (Cu)
Mo, Cr	II	213.60	
Co	II	271.44	آهن (Fe)
Cr, Mo, Ni	II	293.31	
Zr	II	255.86	منگنز (Mn)
Mn	II	379.83	مولیبدن (Mo)
Cu, V, Co, Mn	I	277.54	
V, Cr	I	386.41	
Co, Ti	II	231.60	نیکل (Ni)
Nb, W	II	227.02	
Mo, Al, V	II	319.50	نیوبیم (Nb)
Fe, Ti, Si, Mn, Cu, Ni	I	149.26	نیتروژن (N)
Mo	I	178.29	فسفر (P)
Mo, Cr, W	I	288.16	سیلیسیم (Si)
Fe, V	I	251.61	
Mn	I	180.73	گوگرد (S)
Mn, Mo, Al	II	189.99	قلع (Sn)
Nb	II	337.28	تیتانیوم (Ti)
Nb	II	324.20	
Fe, Mo, Nb, Ni	II	310.23	وانادیم (V)
Mn, Ti, Fe	II	311.07	
W	II	343.82	زیرکونیم (Zr)

<sup>a</sup> نماد I یا II در ستون طبقه بندی خط نشان می دهند که خط مربوط به اتم نرمال (I) یا اتم تکی یونیزه (II) است.

<sup>b</sup> تداخل ها به طراحی دستگاه، انتخاب خط طیف و شرایط برانگیختگی بستگی دارند. عناصری که در این ستون جدول فهرست شده اند، نیاز به تأیید بر اساس نمونه انتخاب شده دارند، به ویژه زمانی که تداخل مورد شک باشد.

جدول ۳- سایر خطوط طیف تجزیه ای

نام عنصر	طول موج (nm)	طبقه بندی خط <sup>a</sup>	تداخل های احتمالی <sup>b</sup>
آرسنیک (As)	189.04	I	V, Cr
کربن (C)	165.81	I	
مس (Cu)	224.26	II	Ni
	324.75	I	Mn, Nb
مولیبیدن (Mo)	202.03	II	
	281.62	II	Mn
سیلیسیم (Si)	212.415	II	Mo, Ni, V, Cu, Nb

<sup>a</sup> نماد I یا II در ستون طبقه بندی خط نشان می دهند که خط مربوط به اتم نرمال (I) یا اتم تکی یونیزه (II) است.  
<sup>b</sup> تداخل ها به طراحی دستگاه، انتخاب خط طیف و شرایط برانگیختگی بستگی دارند. عناصری که در این ستون جدول فهرست شده اند، نیاز به تأیید بر اساس نمونه انتخاب شده دارند، به ویژه زمانی که تداخل مورد شک باشد.

### ۲-۱۰ شرایط برانگیختگی

محدوده های زیر به طور معمول مناسب هستند:

زمان دمش آرگون پیش از جرقه	۵ ثانیه تا ۱۵ ثانیه
زمان پیش جرقه	۵ ثانیه تا ۲۰ ثانیه
زمان نشر	۳ ثانیه تا ۳۰ ثانیه

جریان گاز آرگون	لیتر بر دقیقه
دمش	۲۵ تا ۲٫۵
پیش جرقه	۲۵ تا ۲٫۵
نشر	۱۵ تا ۲٫۵

۱-۲-۱۰ بعد از بررسی سرعت های فراریت گاز آرگون در هنگام برانگیختگی آزمونه، زمان پیش جرقه و نشر مناسب را انتخاب کنید. سپس مشخصات را به طور مداوم در حدود تعیین شده نگه دارید.

۲-۲-۱۰ لازم است محفظه تجزیه دستگاه پر از گاز آرگون با درجه خلوص بالا باشد. توصیه می شود ناخالصی های ملکولی گاز، نیتروژن، اکسیژن، هیدروکربن ها یا بخار آب (در سیستم گازرسانی یا ناشی از آماده سازی نادرست آزمونه ها)، به کمترین مقدار خود رسانده شوند.

### ۳-۱۰ سیستم الکتروود

آزمونه به عنوان یک الکتروود دارای بار الکتریکی منفی عمل می کند. الکتروود با بار الکتریکی مثبت میله ای از جنس تنگستن با پوشش توریم یا میله نقره ای است که نوک آن به منظور زاویه مخروطی  $90^\circ$  یا  $120^\circ$  ماشین کاری شده است. بین الکتروود و آزمونه یک فاصله خالی به اندازه  $(\pm 0.1 \text{ mm})$ ، ۳ mm، ۴ mm یا ۵ mm وجود دارد. یک الکتروود مقابل جدید با ۲ جرقه تا ۶ جرقه را مطابق شرایط کاری بند ۱-۱۰ و ۲-۱۰ تثبیت کنید.

#### ۴-۱۰ پتانسیل فوتوتکثیر کننده

حساسیت فوتوتکثیر کننده به طور معمول توسط سازنده طیف سنج بر اساس طول موج‌های خاص انتخاب شده برقرار و تنظیم شده است.

۱-۴-۱۰ محدوده پتانسیل آند به کاتد برای یک لوله فوتوتکثیر کننده معین توصیه می‌شود بین ۶۵۰ ولت تا ۱۰۰۰ ولت جریان مستقیم مشخص شود. اگر در این محدوده پتانسیل، لوله دارای حساسیت خیلی زیاد یا حساسیت خیلی کم برای گستره غلظت عنصر مورد نظر باشد، از یک فوتوتکثیر کننده دیگر استفاده کنید. پتانسیل‌های روی خازن‌ها را می‌توان به صورت مستقیم خواند، یا از سیستم‌های متفاوت قرائت که توابع خطی یا لگاریتمی پتانسیل را به دست می‌دهند، استفاده کرد که پتانسیل را به صورت اعداد نسبی یا اعداد کالیبره شده، به طور مستقیم بر حسب درصد کسر جرمی نشان می‌دهند.

### ۱۱ کالیبراسیون، استانداردسازی و تصدیق

#### ۱-۱۱ کالیبراسیون

مطابق بندهای ۱-۱۰ تا ۳-۱۰ نمونه‌های کالیبره کننده و نمونه‌های تصحیح تغییرات پتانسیل را با یک توالی تصادفی برانگیخته کنید به گونه‌ای که این نمونه‌ها با برانگیختگی هر ماده مورد نظر به عنوان تایید کننده، پوشش داده شوند. (یک نمونه تایید کننده را می‌توان به عنوان یک کالیبره کننده به کار برد حتی اگر فقط به عنوان تایید کننده تحریک شده باشد). برای هر عنصر باید حداقل سه بلوک کالیبره کننده وجود داشته باشد که محدوده غلظتی مورد نیاز را پوشش دهند. هر بلوک کالیبره کننده، نمونه تصحیح تغییرات و نمونه تایید کننده را دو تا چهار بار برانگیخته کنید و مقدار میانگین را استفاده کنید. در صورتی که سیستم طیف سنج و نرم افزار اجازه می‌دهد، با ترتیب تصادفی متفاوت حداقل دوبار تکرار کنید. با استفاده از میانگین داده‌ها برای هر نقطه، این کار را حداقل دوبار با ترتیب‌های تصادفی گوناگون انجام دهید. با استفاده از میانگین داده‌های هر نقطه، منحنی‌های تجزیه را مطابق نرم افزار دستور کار سازنده یا استاندارد ASTM E305 تعیین کنید. یادآوری - در دستگاه‌های جدید، نرم افزار دستگاه قابلیت انجام محاسبات و ارائه نتایج را دارا می‌باشد.

#### ۲-۱۱ استانداردسازی

با پیروی از توصیه‌های سازنده، استانداردسازی را بر روی تنظیم اولیه یا در هر زمانی که مشخص شده باشد یا در صورت تردید به مقادیر خوانده شده، انجام دهید. تصحیحات لازم را از طریق تنظیم کنترل‌های مقادیر نشان داده شده یا اعمال تصحیح‌های ریاضی به عمل آورید. استانداردسازی زمانی انجام خواهد شد که بررسی‌ها نشان دهند که مقادیر خوانده شده از دستگاه خارج از کنترل آماری هستند.

#### ۳-۱۱ تصدیق



بلافاصله بعد از هر استاندارد سازی و در هر زمان مورد نیاز مطابق بند ۱۱-۳-۲ اعتبار استانداردسازی دستگاه را تصدیق کنید.

۱۱-۳-۱ نمونه‌های تایید کننده را مطابق بند ۱۲ تجزیه کنید. اگر نتایج به دست آمده در محدوده کنترلی مورد اشاره در بند ۱۱-۴ قرار نگیرند، استاندارد سازی را تکرار کنید یا برای پیدا کردن مشکل بررسی‌های لازم را انجام دهید.

۱۱-۳-۲ هر آزمایشگاه باید تناوب تصدیق مورد نیاز را بر اساس آنالیز آماری انجام دهد. به طور معمول هر ۴ ساعت تا ۸ ساعت کاربردی و کافی می‌باشد. در صورتی که نتایج در محدوده کنترلی برقرار شده در بند ۱۱-۴ نباشند، استانداردسازی را انجام و تصدیق را تکرار کنید. در صورت نیاز برای تصدیق در محدوده‌های کنترلی یا بررسی بیشتر برای مشکلات دستگاه، استانداردسازی را تکرار کنید.

#### ۱۱-۴ کنترل کیفیت

حدود کنترلی را مطابق استاندارد ASTM E1329 یا سایر روش‌های کنترل کیفیت معادل تعیین کنید.

### ۱۲ برانگیختگی و اندازه‌گیری تابش

۱۲-۱ سطح آماده شده آزمون را روی صفحه برانگیختگی قرار دهید به گونه‌ای که جرقه بر روی سطحی به فاصله حداقل ۶ mm از لبه آزمون، زده شود.

یادآوری - در طیف سنج‌های خاص، معمولاً وجود یک حلقه تیره به دور سطح متأثر از جرقه نمایان گر یک برانگیختگی مناسب است. در این نوع دستگاه‌ها اگر سطح متأثر از جرقه صاف و سفید باشد و حلقه تیره به دور آن تشکیل نشده باشد، نشان دهنده برانگیختگی نامناسب آزمون است. با این حال اگر از حلقه‌های ساخته شده از بور نیتريد برای کم کردن سطح متأثر از جرقه ( که معمولاً برای تجزیه نمونه‌های کوچک به کار می‌روند ) استفاده شود، ممکن است بدون ایجاد حلقه تیره یک برانگیزش خوب صورت پذیرد .

۱۲-۲ هر آزمون را حداقل دو بار برانگیخته کنید و میانگین نتایج دو برانگیختگی را گزارش کنید.

### ۱۳ محاسبه

۱۳-۱ با استفاده از نتایج میانگین به دست آمده در بند ۱۲-۲، درصد کسر جرمی عناصر را از منحنی‌های تجزیه‌ای به دست آمده در بند ۱۱-۱ محاسبه کنید.

### ۱۴ دقت و انحراف

۱۴-۱ دقت

حدود ۸ آزمایشگاه برای انجام دادن این روش آزمون با هم مشارکت داشته‌اند و اطلاعات آماری خلاصه شده در جدول ۴ به دست آمده است. داده‌های بیشتری برای تغییرپذیری نتایج درون آزمایشگاهی به وسیله تجزیه سه نمونه از یک ماده مطابق با این روش آزمون در ۷ آزمایشگاه، به دست آمده است که این نتایج در جدول ۵ آورده شده‌اند. نمونه های دیگر ممکن است تغییرپذیری بیشتر یا کمتری را با استفاده از دستگاه و شرایط برانگیختگی مشابه نشان دهند.

جدول ۴- اطلاعات آماری ( بررسی تکمیلی استاندارد E415 )

تجدید پذیری نسبی %	تجدید پذیری $R_2^a$	تکرار پذیری نسبی %	تکرار پذیری $R_1^a$	تعداد آزمایشگاهها	میانگین کسر جرمی %	عنصر
34.7 36.8 51.9	0.025 0.023 0.011	5.98 4.80 23.6	0.004 0.003 0.005	7 5 7	0.0669 0.0625 0.0212	آلومینیم
26.3	0.001	18.4	0.00072	2	0.0038	آنتیموان
65.6 172.	0.0272 0.0247	12.0 48.6	0.005 0.007	6 6	0.0415 0.0144	آرسنیک
17.5 110. 150.	0.0011 0.0042 0.0009	11.1 18.4 50.0	0.0007 0.0007 0.0003	7 7 7	0.0063 0.0038 0.0006	بور
10.2 12.0 127.	0.108 0.061 0.042	5.03 4.93 75.8	0.053 0.025 0.025	7 7 7	1.054 0.507 0.033	کربن
13.8 9.49 10.9 9.32 8.60	0.176 0.124 0.232 0.011 0.008	3.38 9.41 2.68 2.54 3.23	0.043 0.123 0.057 0.003 0.003	7 6 7 7 7	1.574 1.307 2.128 0.118 0.093	کروم
36.3 20.2 46.5	0.057 0.023 0.004	5.10 9.65 8.14	0.008 0.011 0.0007	4 7 8	0.157 0.114 0.0086	کبالت
8.97 17.3 40.7	0.039 0.026 0.022	5.75 6.00 14.8	0.025 0.009 0.008	7 7 7	0.435 0.150 0.054	مس
9.56 9.44 13.2 16.1	0.181 0.141 0.074 0.051	2.75 3.48 4.11 4.11	0.052 0.052 0.023 0.013	7 7 7 7	1.893 1.494 0.559 0.316	منگنز
29.9 11.4 10.9	0.168 0.037 0.016	2.14 2.46 3.40	0.012 0.008 0.005	7 7 7	0.561 0.325 0.147	مولیبدن
14.1 7.43 12.2 9.26 26.0	0.691 0.164 0.022 0.010 0.015	5.73 5.07 6.67 5.56 5.19	0.275 0.112 0.012 0.006 0.003	6 7 6 7 7	4.796 2.208 0.180 0.0578	نیکل
13.2 214. 179.	0.010 0.018 0.014	9.12 35.7 38.5	0.007 0.003 0.003	7 5 5	0.076 0.0084 0.0078	نیوبیم
21.9 31.7 72.6	0.017 0.012 0.009	6.45 7.92 24.2	0.005 0.003 0.003	7 7 7	0.0775 0.0379 0.0124	فسفر
10.1 25.3 19.9	0.107 0.099 0.035	2.92 3.84 3.41	0.031 0.015 0.006	7 7 7	1.063 0.391 0.176	سیلیسیم

29.7	0.015	11.9	0.006	7	0.0505	گوگرد
33.5	0.007	28.9	0.005	7	0.0209	
41.1	0.005	13.7	0.002	7	0.0146	
60.0	0.024	5.00	0.002	7	0.040	قلع
45.8	0.011	8.33	0.002	7	0.024	
125.	0.007	17.9	0.001	7	0.0056	
23.7	0.045	12.6	0.024	7	0.190	تیتانیم
58.6	0.017	13.8	0.004	7	0.029	
105	0.002	36.8	0.0007	7	0.0019	
14.7	0.041	2.51	0.007	7	0.279	وانادیم
16.5	0.015	2.20	0.002	7	0.091	
76.9	0.002	7.69	0.0002	7	0.0026	
20.5	0.009	13.7	0.006	5	0.0439	زیرکونیم
160.	0.012	26.7	0.002	5	0.0075	
320.	0.008	40.0	0.001	5	0.0025	
<sup>a</sup> مطابق استاندارد ASTM E1601، R <sub>1</sub> معادل r و R <sub>2</sub> معادل R است.						

جدول ۵- تغییرپذیری نتایج بین آزمایشگاه‌های جداگانه

انحراف استاندارد نسبی <sup>b</sup> RSD	انحراف استاندارد <sup>a</sup> % کسر جرمی	شماره آزمایشگاه	میانگین کسر جرمی %	مقدار عنصر NIST
3.70	0.0032	1	0.087	آلومینیم 0.095
5.03	0.0047	2	0.0936	
10.10	0.0083	3	0.0823	
3.01	0.0030	4	0.0992	
1.90	0.0019	5	0.0999	
1.58	0.0015	6	0.095	
1.36	0.0012	7	0.0899	
14.40	0.0018	1	0.0125	آنتیموان 0.012
-	-	2	-	
-	-	3	-	
-	-	4	-	
-	-	5	-	
2.85	0.0031	6	0.0110	
-	-	7	-	
4.00	0.0024	1	0.060	آرسنیک 0.076
-	-	2	-	
4.16	0.0045	3	0.1085	
-	-	4	-	
4.00	0.0029	5	0.0718	
2.79	0.00243	6	0.0871	
2.64	0.0021	7	0.0784	
15.40	0.00040	1	0.0026	بور 0.0025
24.68	0.00043	2	0.00174	
10.13	0.0003	3	0.0030	
3.50	0.00009	4	0.00257	

4.60	0.00014	5	0.00303	
2.89	0.00007	6	0.00242	
2.23	0.0001	7	0.0028	
5.00	0.0080	1	0.160	کربن 0.16
5.76	0.0094	2	0.164	
2.92	0.0046	3	0.158	
1.37	0.0022	4	0.162	
4.40	0.007	5	0.159	
2.29	0.0037	6	0.159	
2.24	0.0038	7	0.162	
1.62	0.0048	1	0.296	کروم 0.30
1.28	0.0038	2	0.300	
1.26	0.0039	3	0.309	
0.49	0.0015	4	0.302	
1.10	0.0032	5	0.300	
0.72	0.00220	6	0.304	
0.68	0.0020	7	0.298	
1.80	0.0054	1	0.299	کبالت 0.30
1.45	0.0044	2	0.302	
5.45	0.0137	3	0.252	
0.66	0.0020	4	0.304	
-	-	5	-	
2.00	0.00597	6	0.299	
0.97	0.0029	7	0.3038	
2.32	0.0116	1	0.499	مس 0.50
1.95	0.0098	2	0.502	
4.28	0.0212	3	0.494	
0.69	0.00346	4	0.505	
2.40	0.012	5	0.496	
1.17	0.00852	6	0.499	
1.85	0.0099	7	0.534	
0.87	0.0092	1	1.056	منگنز 1.04
0.81	0.0081	2	1.00	
1.29	0.0143	3	1.10	
0.69	0.0072	4	1.050	
1.50	0.015	5	1.038	
1.15	0.0117	6	1.016	
0.84	0.0087	7	1.038	
4.70	0.0089	1	0.192	زیرکونیم
-	-	2	-	
5.81	0.0177	3	0.305	
2.58	0.0048	4	0.187	
4.20	0.0081	5	0.191	
2.863	0.00495	6	0.173	
3.611	0.0070	7	0.1941	
1.46	0.0012	1	0.068	مولیبدن 0.068
5.91	0.0040	2	0.0681	
2.60	0.00173	3	0.0663	
0.92	0.00064	4	0.069	

1.60	0.0011	5	0.069	
0.98	0.00068	6	0.0645	
0.73	0.005	7		
-	-	1	...	
1.31	0.0078	2	0.597	نیکل 0.59
1.22	0.0069	3	0.560	
0.36	0.0022	4	0.589	
1.60	0.0097	5	0.606	
0.75	0.00443	6	0.589	
0.49	0.0027	7	0.556	
4.10	0.0120	1	0.290	
3.69	0.0108	2	0.292	
3.06	0.0098	3	0.321	
1.26	0.0037	4	0.292	
4.70	0.0137	5	0.289	
2.08	0.0059	6	0.283	
1.58	0.0042	7	0.2636	
5.30	0.0022	1	0.0414	فسفر 0.042
4.04	0.00144	2	0.0355	
2.85	0.0012	3	0.0414	
1.00	0.00039	4	0.0394	
3.50	0.0014	5	0.040	
1.72	0.00063	6	0.0369	
1.30	0.0004	7	0.0342	
1.14	0.0046	1	0.403	سیلیسیم 0.39
1.49	0.0058	2	0.392	
3.21	0.0126	3	0.398	
0.75	0.0030	4	0.389	
1.50	0.0059	5	0.437	
0.73	0.0032	6		
5.30	0.0020	1	0.0376	گوگرد 0.038
5.94	0.00239	2	0.0404	
2.85	0.00118	3	0.0387	
2.65	0.00103	4	0.0392	
3.50	0.0014	5	0.0376	
3.51	0.00132	6	0.0375	
3.78	0.0014	7		
3.75	0.00067	1	0.0164	قلع 0.016
3.08	0.00048	2	0.0157	
2.21	0.00046	3	0.0207	
4.04	0.00072	4	0.0178	
2.90	0.0026	5	0.0158	
2.77	0.00044	6	0.016	
2.27	0.00004	7	0.0175	
5.44	0.0043	1	0.079	تیتانیوم 0.084
2.81	0.0025	2	0.089	
3.60	0.000324	3	0.0899	
1.17	0.0011	4	0.091	
1.30	0.0005	5	0.0882	

1.59	0.00135	6	0.085	
1.55	0.0017	7	0.1073	
0.92	0.00037	1	0.040	وانادیم 0.041
1.34	0.00054	2	0.0402	
2.43	0.0010	3	0.0410	
0.52	0.00022	4	0.0413	
1.30	0.00058	5	0.0387	
0.92	0.00036	6	0.039	
0.78	0.0004	7	0.0458	

a انحراف استاندارد (S) از روی فرمول زیر محاسبه شده است

$$S = \sqrt{\frac{\sum d^2}{N - 1}}$$

که در آن :

d : اختلاف اندازه گیری از میانگین

N : تعداد اندازه گیری ها

b انحراف استاندارد نسبی (RSD) از فرمول زیر محاسبه شده است.

$$RSD = \frac{S}{\bar{X}} (100)$$

که در آن :

S : انحراف استاندارد

$\bar{X}$  : میانگین درصد کسر جرمی

#### ۱۴-۱-۱ دقت اندازه گیری کلسیم و نیتروژن

حدود ۸ آزمایشگاه در انجام این روش آزمون با هم مشارکت داشته و اطلاعات مربوط به دقت به دست آمده در جدول ۸ خلاصه شده است. یک مقدار تقریبی برای شاخص تجدیدپذیری مورد انتظار (R) در محدود کلسیم ۰٪ تا ۰٪۰۳۰ را می توان از رابطه زیر محاسبه کرد که در آن % Ca ، سطح کلسیم موردانتظار می باشد :

$$R = \sqrt{[0.00048^2 + (Ca \% \times 0.030)^2]}$$

۱۴-۱-۲ در خصوص نیتروژن، شاخص تجدیدپذیری R دارای مقدار تقریبی ۰٪۰۲۰ در محدوده ۰٪ تا ۰٪۰۱۵ نیتروژن است.

یادآوری - نتایج آزمون بین آزمایشگاهی در جداول ۶ و ۷ خلاصه شده اند و براساس استاندارد ASTM E1601 مورد ارزیابی قرار گرفته اند.

#### ۱۴-۲ انحراف

حداقل سه آزمون که قبلاً به روش شیمی تر تجزیه شده اند، در بیش از یک آزمایشگاه مطابق با شرایط این روش آزمون تجزیه شده اند که نتایج آن ها در جدول ۸ آورده شده است ( به یادآوری بند ۱۴-۱-۲ مراجعه کنید).

#### ۱۴-۲-۱ انحراف در اندازه گیری کلسیم و نیتروژن

انحراف این روش آزمون در سطوح کسر جرمی مشخص را می توان به وسیله مقایسه مقادیر مرجع پذیرش شده با میانگین حسابی به دست آمده از نتایج آزمون های بین آزمایشگاهی تشخیص داد ( به جدول ۷ مراجعه کنید).

جدول ۶- اطلاعات آماری در مورد کلسیم و نیتروژن

شخص تکرار پذیر نسبی $R_{rel}\%$	شاخص تجدید پذیری $R$	انحراف استاندارد تکرار پذیری $S_R$	حداقل انحراف استاندارد $SD$	یافت شده کسر جرمی %	تعداد آزمایشگاهها	ماده آزمون
250 139	0.00049 0.00051	0.000175 0.000181	0.000021 0.000025	0.00020 0.00036	6 7	کلسیم C G
55.7 59.0	0.00059 0.00070	0.000210 0.000249	0.000075 0.000134	0.00106 0.00118	8 8	H F
43.3 45.0	0.00065 0.00083	0.000231 0.000298	0.000135 0.000129	0.00149 0.00186	8 8	D J
30.3 24.4	0.00061 0.00051	0.000218 0.000181	0.000119 0.000064	0.00201 0.00207	8 8	A I
34.4 42.5	0.00092 0.00122	0.000328 0.000436	0.000182 0.000258	0.00267 0.00288	8 8	B E
175 55.7	0.00218 0.00220	0.000781 0.000787	0.000143 0.000169	0.00125 0.00400	8 8	نیتروژن C E
45.6 37.6	0.00218 0.00192	0.000779 0.000684	0.000175 0.000157	0.00478 0.00509	8 8	F H
26.7 22.2	0.00200 0.00182	0.000715 0.000650	0.000247 0.000218	0.00751 0.00817	8 8	G D
16.6 13.1	0.00164 0.00169	0.000587 0.000603	0.000264 0.000239	0.00977 0.01289	8 8	B A
16.7	0.00228	0.000813	0.000264	0.01364	8	I



جدول ۷ - انحراف اندازه گیری کلسیم و نیتروژن

ماده مورد آزمون	مقدار صحیح فرض شده % کسر جرمی	مقدار میانگین اندازه گیری به وسیله طیف سنج % کسر جرمی	تفاوت % کسر جرمی	شناسه مواد	عدم قطعیت یا ( انحراف استاندارد )	نوع ساخت فولاد کم آلیاژ
کلسیم C G	0.00027 0.0004	0.00020 0.00036	-0.00007 -0.0004	BS CA4A BS CCS 1	0.00004 (0.00005)	ریخته گری تبریدی کار شده
H F	0.0011 0.0014	0.00106 0.00118	-0.00004 -0.00022	ST 06 BS 58G	(0.00013) (0.00019)	کار شده کار شده
D J	0.0016 0.0021	0.00149 0.00186	-0.00011 -0.00024	BS 54D ST 08	(0.00015) (0.00014)	کار شده کار شده
A I	0.0018 0.0022	0.00201 0.00207	0.00021 -0.00003	BS CA1A ST 08	(0.0003) (0.0002)	ریخته گری تبریدی کار شده
B E	0.0029 0.0033	0.00267 0.00288	-0.00023 0.00042	BS CA2A BS CSN 2D	(0.0003) (0.0003)	ریخته گری تبریدی کار شده
نیتروژن C E	0.0011 0.0036	0.00125 0.00400	0.00015 0.00040	BS 54D BS XAAS	(0.0003) (0.00025)	کار شده کار شده
F H	0.0044 0.0056	0.00478 0.00509	0.00038 -0.00051	BS XCCS BS XCCV	(0.00025) (0.00024)	کار شده کار شده
G D	0.0074 0.0087	0.00751 0.00817	-0.00009 -0.00053	BS XCCT BS 56G	(0.0002) (0.0004)	کار شده کار شده
B A	0.0106 0.0135	0.00977 0.01289	-0.00083 -0.00061	BS CA4A BS CA1A	(0.0007) (0.00075)	ریخته گری تبریدی ریخته گری تبریدی
I	0.0136	0.01364	0.00004	BS 46A	(0.00038)	کار شده

جدول ۸- داده های مربوط به انحراف اندازه گیری

انحراف از مقدار صحیح فرض شده % کسر جرمی	تعداد آزمایشگاه- ها	میانگین اندازه گیری طیف سنج % کسر جرمی	مقدار صحیح فرض شده % کسر جرمی	عنصر
0.00 +0.004	4 4	0.038 0.062	0.04 0.058	آلومینیم
-0.001	7	0.006	0.007	بور
-0.001 -0.01 +0.01 -0.01	5 5 7 5	0.072 0.21 0.51 0.66	0.073 0.22 0.50 0.67	کربن
0.00 +0.01 -0.02 0.00 +0.06	5 7 5 3 7	0.05 0.09 0.35 0.85 1.57	0.05 0.08 0.37 0.85 1.51	کروم
-0.01 -0.01	7 4	0.11 0.16	0.12 0.17	کبالت
+0.001 -0.002 -0.005 -0.003	3 7 3 3	0.017 0.054 0.065 0.098	0.016 0.056 0.070 0.101	مس
-0.01 +0.01 -0.04 +0.06	5 5 5 7	0.43 0.58 0.94 1.49	0.44 0.57 0.98 1.43	منگنز
+0.004 0.00 +0.01 0.00 +0.02	4 4 7 7 3	0.012 0.10 0.15 0.33 0.36	0.008 0.10 0.14 0.33 0.34	مولیبدن
+0.004 +0.01 -0.01 -0.02	5 7 5 3	0.038 0.11 0.34 0.54	0.034 0.10 0.35 0.56	نیکل
+0.001 +0.01	2 2	0.024 0.11	0.023 0.10	نیوبیم
0.000 0.000 +0.0025 -0.004 -0.011	5 5 7 5 7	0.005 0.009 0.038 0.042 0.078	0.005 0.009 0.036 0.046 0.089	فسفر
+0.005 0.00 -0.01 +0.01 -0.01	3 7 5 5 7	0.029 0.18 0.18 0.36 0.39	0.024 0.18 0.19 0.35 0.40	سیلیسیم

ادامه جدول ۸

-0.002	4	0.006	0.008	گوگرد
-0.004	5	0.028	0.032	
+0.004	3	0.038	0.034	
-0.002	7	0.051	0.053	
+0.001	5	0.005	0.004	قلع
0.000	5	0.008	0.008	
+0.001	5	0.025	0.024	
-0.004	7	0.024	0.028	
-0.004	7	0.040	0.044	
0.000	7	0.002	0.002	تیتانیوم
+0.002	7	0.029	0.027	
0.000	2	0.002	0.002	وانادیوم
0.000	2	0.012	0.012	
+0.003	2	0.138	0.135	
+0.01	7	0.28	0.27	