

جمهوری اسلامی ایران
سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور

دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری عناصر در کانسنگ آهن

ضابطه شماره ۶۵۲

وزارت صنعت، معدن و تجارت
معاونت امور معادن و صنایع معدنی
دفتر نظارت و بهره‌برداری

www.mimt.gov.ir

سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور

امور نظام فنی و اجرایی

nezamfanni.ir

۱۳۹۴



omoorepeyman.ir





شماره:	۹۴/۷۰۸۳۵
تاریخ:	۱۳۹۴/۰۵/۰۳

بخشنامه به دستگاه‌های اجرایی، مهندسان مشاور و پیمانکاران

موضوع: دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری عناصر در کانسنگ آهن

به استناد ماده (۲۳) قانون برنامه و بودجه و مواد (۶) و (۷) آیین‌نامه استانداردهای اجرایی طرح‌های عمرانی- مصوب سال ۱۳۵۲ و در چارچوب نظام فنی و اجرایی کشور (موضوع تصویب‌نامه شماره ۴۲۳۳۹/ت۳۳۴۹۷هـ مورخ ۱۳۸۵/۴/۲۰ هیأت محترم وزیران)، به پیوست ضابطه شماره ۶۵۲ امور نظام فنی و اجرایی، با عنوان «دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری عناصر در کانسنگ آهن» از نوع گروه سوم ابلاغ می‌شود.

رعایت مفاد این ضابطه در صورت نداشتن ضوابط بهتر، از تاریخ ۱۳۹۴/۰۷/۰۱ الزامی است.

امور نظام فنی و اجرایی این سازمان دریافت‌کننده نظرات و پیشنهادهای اصلاحی در مورد مفاد این ضابطه بوده و اصلاحات لازم را اعلام خواهد کرد.

محمد باقر نوبخت





اصلاح مدارک فنی

خواننده گرامی:

امور نظام فنی و اجرایی سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور، با استفاده از نظر کارشناسان برجسته مبادرت به تهیه این نشریه نموده و آن را برای استفاده به جامعه مهندسی کشور عرضه نموده است. با وجود تلاش فراوان، این اثر مصون از ایرادهایی نظیر غلط‌های مفهومی، فنی، ابهام، ابهام و اشکالات موضوعی نیست.

از این‌رو، از شما خواننده گرامی صمیمانه تقاضا دارد در صورت مشاهده هرگونه ایراد و اشکال فنی

مراتب را به صورت زیر گزارش فرمایید:

- ۱- شماره بند و صفحه موضوع مورد نظر را مشخص کنید.
 - ۲- ایراد مورد نظر را به صورت خلاصه بیان دارید.
 - ۳- در صورت امکان متن اصلاح شده را برای جایگزینی ارسال نمایید.
 - ۴- نشانی خود را برای تماس احتمالی ذکر فرمایید.
- کارشناسان این امور نظرهای دریافتی را به دقت مطالعه نموده و اقدام مقتضی را معمول خواهند داشت. پیشاپیش از همکاری و دقت نظر جنابعالی قدردانی می‌شود.

نشانی برای مکاتبه: تهران، میدان بهارستان، خیابان صفی‌علیشاه، سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور،

امور نظام فنی و اجرایی، مرکز تلفن ۳۳۲۷۱

Email: info@nezamfanni.ir

nezamfanni.ir





بسمه تعالی

پیشگفتار

نظام فنی و اجرایی کشور (مصوبه شماره ۴۲۳۳۹/ت ۳۳۴۹۷ هـ مورخ ۱۳۸۵/۴/۲۰ هیات وزیران) به کارگیری معیارها، استانداردها و ضوابط فنی در مراحل تهیه و اجرای طرح و نیز توجه لازم به هزینه‌های نگهداری و بهره‌برداری در قیمت تمام شده طرح‌ها را مورد تاکید جدی قرار داده است و این امور به استناد ماده ۲۳ قانون برنامه و بودجه و نظام فنی و اجرایی کشور وظیفه تهیه و تدوین ضوابط و معیارهای فنی طرحهای توسعه‌ای کشور را به عهده دارد.

سنگ آهن مورد استفاده در صنعت فولاد باید از نظر شیمیایی ویژگی‌هایی داشته باشد که مهم‌ترین آن‌ها درصد آهن دو ظرفیتی، سه ظرفیتی و آهن کل به عنوان شاخصی از عیار سنگ آهن و نوع کانی‌های تشکیل دهنده آن است. علاوه بر آن عناصری نظیر گوگرد، فسفر و ترکیباتی نظیر سیلیس (SiO_2) به عنوان ترکیبات مزاحم هستند که باید مقدار آن‌ها در کانسنگ بسته به روش تولید فولاد اندازه‌گیری و کنترل شود.

این ضابطه با عنوان "**دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری عناصر در کانسنگ آهن**" روش‌های متداول تعیین ترکیب شیمیایی عناصر مفید و مزاحم در کانسنگ آهن را در چارچوب برنامه تهیه ضوابط و معیارهای معدن ارایه می‌کند. در این ضابطه به روش‌های متداول در تجزیه نمونه‌های اکتشافی و کانسنگ آهن اشاره شده و متداول‌ترین آن‌ها به تفکیک مراحل آماده‌سازی، تجزیه شیمیایی و محاسبات، به همراه مزایا و محدودیت‌های هر روش توضیح داده شده است.

با همهی تلاش انجام شده قطعا هنوز کاستی‌هایی در متن موجود است که این‌شاء... کاربرد عملی و در سطح وسیع این ضابطه توسط مهندسان موجبات شناسایی و برطرف نمودن آن‌ها را فراهم خواهد نمود.

در پایان، از تلاش و جدیت جناب آقای مهندس غلامحسین حمزه مصطفوی و کارشناسان امور نظام فنی و اجرایی همچنین جناب آقای دکتر جعفر سرقینی مجری محترم طرح تهیه ضوابط و معیارهای فنی بخش معدن کشور در وزارت صنایع و معادن، کارشناسان دفتر نظارت و بهره‌برداری معادن و متخصصان همکار در امر تهیه و نهایی نمودن این نشریه، تشکر و قدردانی می‌نماید. امید است شاهد توفیق روزافزون همهی این بزرگواران در خدمت به مردم شریف ایران اسلامی باشیم.

غلامرضا شافعی

معاون فنی و توسعه امور زیربنایی

تیر ۱۳۹۴



مجری طرح

معاون امور معادن و صنایع معدنی - وزارت صنایع و معادن

آقای جعفر سرقینی

تهیه پیش‌نویس اصلی

آقای مهندس حسین‌علی طاهری

اعضای شورای عالی به ترتیب حروف الفبا

کارشناس ارشد مهندسی صنایع	سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور	فرزانه آقا رضانعلی
کارشناس ارشد مهندسی صنایع	وزارت صنعت، معدن و تجارت	سیف ... امیری
کارشناس مهندسی معدن	سازمان زمین‌شناسی و اکتشافات معدنی کشور	بهروز برنا
کارشناس ارشد مهندسی معدن	سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور	محمد پریزادی
کارشناس ارشد زمین‌شناسی	سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور	عبدالعلی حقیقی
دکتری مهندسی فرآوری مواد معدنی	وزارت صنعت، معدن و تجارت	جعفر سرقینی
کارشناس ارشد زمین‌شناسی اقتصادی	وزارت صنعت، معدن و تجارت	علیرضا غیاثوند
کارشناس ارشد مهندسی معدن	دانشگاه صنعتی امیرکبیر	حسن مدنی

اعضای کارگروه اکتشاف به ترتیب حروف الفبا

کارشناس ارشد مهندسی معدن	سازمان توسعه و نوسازی معادن و صنایع معدنی ایران	علی اصغرزاده
کارشناس مهندسی معدن	سازمان زمین‌شناسی و اکتشافات معدنی کشور	بهروز برنا
کارشناس ارشد زمین‌شناسی اقتصادی	وزارت صنعت، معدن و تجارت	علیرضا غیاثوند
دکترای پترولوژی	دانشگاه تربیت مدرس	نعمت... رشیدنژادعمران
دکترای زمین‌شناسی اقتصادی	دانشگاه تربیت معلم	عبدالمجید یعقوب‌پور

اعضای کارگروه تنظیم و تدوین به ترتیب حروف الفبا

دکترای مهندسی فرآوری مواد معدنی	دانشگاه صنعتی امیرکبیر	آقای مهدی ایران‌نژاد
دکترای مهندسی فرآوری مواد معدنی	دانشگاه صنعتی امیرکبیر	بهرام رضایی
کارشناس ارشد زمین‌شناسی اقتصادی	وزارت صنعت، معدن و تجارت	علیرضا غیاثوند
کارشناس ارشد مهندسی معدن	دانشگاه صنعتی امیرکبیر	حسن مدنی
دکترای زمین‌شناسی اقتصادی	دانشگاه خوارزمی	بهزاد مهرابی

اعضای گروه هدایت و راهبری پروژه

رئیس گروه امور نظام فنی و اجرایی	خانم فرزانه آقارضانعلی
رئیس گروه ضوابط و معیارهای معاونت امور معادن و صنایع معدنی	آقای علیرضا غیاثوند
کارشناس معدن امور نظام فنی و اجرایی	آقای اسحق صفرزاده
کارشناس عمران امور نظام فنی و اجرایی	آقای علیرضا فلسفی

پیش‌نویس این گزارش توسط کارشناسان بخش شیمی مرکز تحقیقات فرآوری مواد معدنی ایران به سرپرستی آقای مهندس حسین عسگرزاده تهیه شده و پس از بررسی و تایید توسط کارگروه اکتشاف، به تصویب شورای عالی برنامه رسیده است.



فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱	فصل اول - کلیات.....
۳	۱-۱- آشنایی.....
۳	۲-۱- تعاریف و مفاهیم.....
۵	۳-۱- بررسی روش‌های متداول در تجزیه شیمیایی نمونه‌های اکتشافی و کانسنگ آهن.....
۷	فصل دوم - دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت آهن کل.....
۹	۱-۲- آشنایی.....
۹	۲-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری آهن کل به روش تیتراسیون.....
۹	۱-۲-۲- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....
۹	۲-۲-۲- معرف‌ها و محلول‌های مورد نیاز.....
۱۰	۳-۲-۲- ویژگی‌های نمونه.....
۱۰	۴-۲-۲- آماده‌سازی نمونه.....
۱۰	۵-۲-۲- محاسبات.....
۱۱	۶-۲-۲- مزایا و محدودیت‌ها.....
۱۱	۳-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری آهن کل به روش اسپکتروفتومتری.....
۱۱	۱-۳-۲- امکانات مورد نیاز.....
۱۲	۲-۳-۲- معرف‌ها و محلول‌های مورد نیاز.....
۱۲	۳-۳-۲- تجهیزات دستگاهی.....
۱۲	۴-۳-۲- ویژگی‌های نمونه.....
۱۲	۵-۳-۲- روش کار.....
۱۲	۶-۳-۲- مزایا و محدودیت‌ها.....
۱۳	فصل سوم - دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت آهن دو ظرفیتی.....
۱۵	۱-۳- آشنایی.....
۱۵	۲-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری آهن دو ظرفیتی به روش تیتراسیون.....
۱۵	۱-۲-۳- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....
۱۵	۲-۲-۳- معرف‌ها و محلول‌های مورد نیاز.....
۱۵	۳-۲-۳- آماده‌سازی نمونه.....
۱۶	۴-۲-۳- محاسبات.....
۱۶	۵-۲-۳- مزایا و محدودیت‌ها.....
۱۶	۳-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری آهن دو ظرفیتی با روش اسپکتروفتومتری.....
۱۶	۱-۳-۳- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....
۱۶	۲-۳-۳- معرف‌ها و محلول‌های مورد نیاز.....
۱۷	۳-۳-۳- تجهیزات دستگاهی.....
۱۷	۴-۳-۳- ویژگی‌های نمونه.....
۱۷	۵-۳-۳- روش کار.....



۱۷ مزایا و محدودیت‌ها. ۳-۳-۶
۱۹	فصل چهارم - دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت گوگرد.
۲۱ ۱-۴-۱ آشنایی
۲۱ ۲-۴-۲ دستورالعمل اندازه‌گیری گوگرد به روش وزن‌سنجی (رسوبی)
۲۱ ۱-۲-۴-۱ امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز
۲۱ ۲-۲-۴-۲ شناساگرها و محلول‌های مورد نیاز
۲۱ ۳-۲-۴-۳ ویژگی‌های نمونه
۲۱ ۴-۲-۴-۴ آماده‌سازی نمونه
۲۲ ۵-۲-۴-۵ محاسبات
۲۲ ۶-۲-۴-۶ مزایا و محدودیت‌ها
۲۲ ۳-۴-۳ دستورالعمل اندازه‌گیری گوگرد در نمونه سنگ آهن با دستگاه کربن و گوگرد (لکو)
۲۲ ۱-۳-۴-۱ امکانات مورد نیاز
۲۲ ۲-۳-۴-۲ مواد مورد نیاز
۲۲ ۳-۳-۴-۳ تجهیزات دستگاهی
۲۲ ۴-۳-۴-۴ ویژگی‌های نمونه
۲۳ ۵-۳-۴-۵ روش کار
۲۳ ۶-۳-۴-۶ مزایا و محدودیت‌ها
۲۵	فصل پنجم - دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت P، SiO_2، CaO، MgO، Al_2O_3 و TiO_2.
۲۷ ۱-۵-۱ آشنایی
۲۷ ۲-۵-۲ دستورالعمل اندازه‌گیری P ، SiO_2 ، CaO ، MgO ، Al_2O_3 و TiO_2 به روش WD-XRF پودری
۲۷ ۱-۲-۵-۱ امکانات مورد نیاز
۲۷ ۲-۲-۵-۲ مواد مورد نیاز
۲۷ ۳-۲-۵-۳ تجهیزات دستگاهی
۲۷ ۴-۲-۵-۴ ویژگی‌های نمونه
۲۷ ۵-۲-۵-۵ روش کار
۲۸ ۶-۲-۵-۶ مزایا و محدودیت‌ها
۲۹ ۳-۵-۳ دستورالعمل اندازه‌گیری P ، SiO_2 ، CaO ، MgO ، Al_2O_3 و TiO_2 به روش WD-XRF ذوبی
۲۹ ۱-۳-۵-۱ امکانات مورد نیاز
۲۹ ۲-۳-۵-۲ مواد مورد نیاز
۲۹ ۳-۳-۵-۳ تجهیزات دستگاهی
۲۹ ۴-۳-۵-۴ ویژگی‌های نمونه
۲۹ ۵-۳-۵-۵ روش کار
۳۰ ۶-۳-۵-۶ مزایا و محدودیت‌ها
۳۱	فصل ششم - دستورالعمل اندازه‌گیری میزان پرت حرارتی.
۳۳ ۱-۶-۱ آشنایی
۳۳ ۲-۶-۲ دستورالعمل اندازه‌گیری میزان پرت حرارتی
۳۳ ۱-۲-۶-۱ امکانات مورد نیاز



۳۳ مواد مورد نیاز..... ۲-۲-۶
۳۳ تجهیزات دستگاهی..... ۳-۲-۶
۳۳ ویژگی‌های نمونه..... ۴-۲-۶
۳۳ روش کار..... ۵-۲-۶
۳۴ مزایا و محدودیت‌ها..... ۶-۲-۶
۳۵	فصل هفتم - دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر جزیبی.....
۳۷ ۱-۷-آشنایی..... ۱-۷-۱
۳۷ اندازه‌گیری عناصر جزیبی با دستگاه جذب اتمی..... ۲-۷-۲
۳۷ ۱-۲-۷-امکانات مورد نیاز..... ۱-۲-۷-۱
۳۷ مواد مورد نیاز..... ۲-۲-۷-۲
۳۷ تجهیزات دستگاهی..... ۳-۲-۷-۳
۳۷ ویژگی‌های نمونه..... ۴-۲-۷-۴
۳۷ آماده‌سازی نمونه..... ۵-۲-۷-۵
۳۸ روش کار با دستگاه جذب اتمی..... ۶-۲-۷-۶
۳۸ محاسبات..... ۷-۲-۷-۷
۳۹ مزایا و محدودیت‌ها..... ۸-۲-۷-۸
۳۹ اندازه‌گیری عناصر جزیبی با دستگاه ICP-OES..... ۳-۷-۳
۳۹ ۱-۳-۷-امکانات مورد نیاز..... ۱-۳-۷-۱
۳۹ مواد مورد نیاز..... ۲-۳-۷-۲
۴۰ تجهیزات دستگاهی..... ۳-۳-۷-۳
۴۰ ویژگی‌های نمونه..... ۴-۳-۷-۴
۴۰ آماده‌سازی نمونه..... ۵-۳-۷-۵
۴۰ روش کار با دستگاه ICP-OES..... ۶-۳-۷-۶
۴۱ محاسبات..... ۷-۳-۷-۷
۴۱ مزایا و محدودیت‌ها..... ۸-۳-۷-۸



فصل ۱

کلیات





۱-۱- آشنایی

تجزیه شیمیایی سنگ‌های سیلیکاتی و معدنی با روش‌های متنوعی که در آن‌ها دامنه وسیعی از پدیده‌های فیزیکی به کار گرفته می‌شود، انجام می‌گیرد. در کلیه روش‌های تجزیه، عناصر تحریک می‌شوند و از خود سیگنال مشخصه منحصر به فرد ساطع می‌کنند. بنابراین، هدف مطلوب، اندازه‌گیری یک سیگنال فیزیکی است که مرتبط با غلظت یک عنصر از اجزای نمونه است. این سیگنال همیشه همراه با زمینه^۱ است که جزو جدایی‌ناپذیر هر سیگنال محسوب می‌شود. پایین‌ترین غلظتی از عناصر که به طور رضایت بخشی قابل اندازه‌گیری است حد تشخیص نامیده می‌شود. ثبت هر سیگنال تجزیه‌ای قابل اندازه‌گیری به فاکتورهای متنوعی وابسته است. هر دو عامل فیزیکی و دستگاهی ممکن است موجب خطاهای آماری شامل نسبت سیگنال به زمینه، نویز دستگاهی، یا انحراف^۲ و تغییر حساسیت تجزیه باشد. در همه روش‌ها اثرات فیزیکی و دستگاهی نامطلوبی وجود دارند که نتیجه تجزیه را تحت تاثیر قرار می‌دهند. بنابراین، برای اطمینان از دقت و صحت تجزیه‌های شیمیایی باید از نمونه‌های تکراری و مرجع^۳ استفاده کرد. تعاریف و مفاهیم بنیادی زیر برای یکسان‌سازی برداشت از مراحل و نتایج تجزیه شیمیایی توسط متخصصان شیمی تجزیه و کاربران به منظور انجام مطلوب تجزیه‌های شیمیایی باید مورد توجه قرار گیرد.

۱-۲- تعاریف و مفاهیم

چندین عبارت فنی و تخصصی به طور گسترده در شیمی تجزیه مورد استفاده قرار می‌گیرند و متخصصان بخش معدن باید با آن‌ها آشنایی داشته باشند تا بتوانند ارتباط علمی مناسبی با متخصصان شیمی تجزیه برقرار کنند. مهم‌ترین این عبارات فنی عبارتند از:

سیگنال^۴: سیگنال (علامت) یک پاسخ فیزیکی است که شامل اطلاعات تجزیه‌ای مرتبط با غلظت یک عنصر از اجزای نمونه است، بنابراین سیگنال مرتبط با غلظت عنصر، مورد اندازه‌گیری قرار می‌گیرد. بزرگی یک سیگنال همیشه به طور خطی با غلظت مرتبط نیست. در تعدادی از روش‌های تجزیه نیاز است که اثر تصحیحی غیرخطی اعمال شود. سیگنال‌ها متنوع و شامل تغییرات وزنی، ولتاژ، اشعه ایکس، گاما و نظایر آن‌ها هستند که در تجزیه شیمیایی عناصر مورد استفاده قرار می‌گیرند. همه سیگنال‌ها همراه با زمینه‌اند که بخش ناخواسته‌ای از سیگنال است و معمولاً شامل اطلاعات سودمند تجزیه‌ای نیستند.

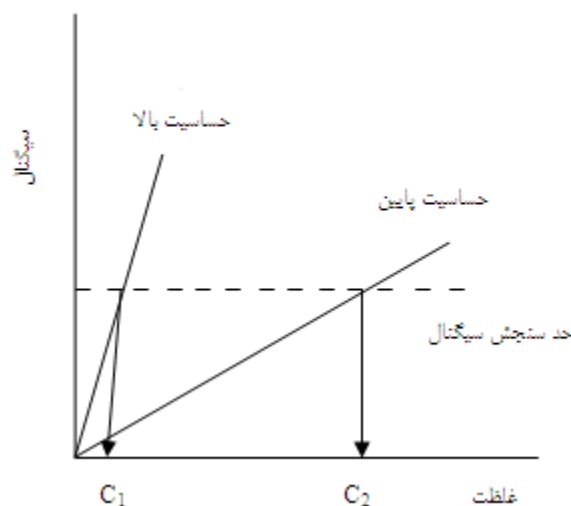
زمینه: هر سیگنال تجزیه‌ای دارای بخشی به عنوان زمینه است که اطلاعات تجزیه‌ای سودمند ندارد. زمینه دارای دو منبع طبیعی و دستگاهی است.

حد تشخیص^۵: پایین‌ترین حد یک سیگنال تجزیه‌ای که اطلاعات سودمند دارد و می‌توان آن را به طور مطمئن از یک سیگنال زمینه متمایز و به عنوان غلظت اندازه‌گیری کرد.

- 1- Background
- 2- Drift
- 3- Reference
- 4- Signal
- 5- Detection limit



حساسیت^۱: این عبارت به صورت کیفی برای تعیین دامنه تشخیص غلظت عناصر برای هر روش تجزیه‌ای به کار می‌رود و معرف شیب سیگنال به غلظت عنصر مورد اندازه‌گیری است. روش‌های تجزیه‌ای را به دو گروه با حساسیت بالا و پایین تفکیک می‌کنند. شکل ۱-۱ ویژگی‌های روش‌های دارای حساسیت بالا و پایین را نشان می‌دهد.



شکل ۱-۱ - نمودار غلظت در برابر شدت سیگنال که نشان دهنده ویژگی‌های روش‌های با حساسیت بالا و پایین است.

اریبی (بایاس)^۲: در مبحث شیمی تجزیه اریبی معرف کمتر یا بیشتر بودن نتایج تجزیه نسبت به میانگین نتایج مورد نظر است.

انحراف: ناشی از تغییر نتایج تجزیه دستگاهی با گذشت زمان است. این انحراف معمولاً ناشی از تغییرات دمای محیط و پایداری مدارهای الکترونیکی است.

دقت و صحت^۳: دقت معرف تکرارپذیری نتایج یک اندازه‌گیری و صحت معرف میزان نزدیکی نتایج تجزیه به مقدار واقعی است.

نمونه مرجع: نمونه‌ای است که به کمک آن می‌توان صحت یک اندازه‌گیری را مورد ارزیابی قرار داد. نمونه مرجع شامل سنگ‌هایی پودر شده سیلیکاته و یا معدنی هستند که به صورت کاملاً یکنواخت در آمده‌اند و با روش‌های متفاوت و در آزمایشگاه‌های مختلفی در سطح دنیا مورد تجزیه و سپس برای محاسبه مقدار واقعی تمامی نتایج مورد تجزیه و تحلیل آماری قرار گرفته‌اند. نمونه مرجع با استاندارد متفاوت است.

استاندارد: استانداردها نمونه‌هایی هستند که برای واسنجی (کالیبراسیون) دستگاه‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرند و ممکن است شامل نمونه‌های مرجع و یا نمونه‌هایی باشند که از معرف‌های شیمیایی با خلوص بسیار بالا تهیه می‌شوند.

تجزیه و تعیین غلظت: نمونه‌ها مورد تجزیه قرار می‌گیرند ولی غلظت عناصر در یک نمونه تعیین می‌شود.

1- Sensitivity

2- Bias

3- Precision and accuracy



تداخل^۱: غیرخطی شدن سیگنال تجزیه‌ای است که مقدار این غیرخطی بودن به غلظت سایر ترکیبات موجود در نمونه بستگی دارد.

اثر زمینه^۲: تداخل ناشی از ترکیب یا ساختار کانی‌شناسی زمینه (ماتریکس) در اندازه‌گیری غلظت عناصری که در نمونه مورد تجزیه قرار می‌گیرند.

استوکیومتری^۳: نسبت مقدار عنصرها در ترکیبها و نیز ارتباط کمی بین مقدار مواد شرکت‌کننده در واکنش‌های شیمیایی (واکنش دهنده‌ها و فرآورده‌ها) را بیان می‌کند. با استفاده از روابط استوکیومتری بین مقدار مواد واکنش دهنده و محصول ارتباط کمی برقرار می‌شود.

نمونه پوچ^۴: نمونه پوچ یا بلانک نمونه آماده‌سازی شده با شرایط تجزیه بدون افزودن نمونه سنگی مورد تجزیه است. غلظت ثبت شده یک عنصر در نمونه پوچ ناشی از ناخالصی‌های موجود در معرف‌های شیمیایی مورد استفاده است و همچنین ممکن است ناشی از آلودگی‌های محیط آزمایشگاه باشد.

آلیکوات^۵: مقدار نمونه‌ای که توزین و برای تجزیه مورد استفاده قرار می‌گیرد (به عنوان مثال ۲۵۰ میلی‌گرم).

همگنی^۶: از آنجا که نمونه‌های معدنی و سنگی از کانی‌های مجزا تشکیل شده‌اند بنابراین دارای ترکیب کلی ناهمگن هستند. برای تجزیه باید مقدار مشخص از نمونه که دارای ترکیب همگن و معرف کل باشد تهیه و سپس مورد تجزیه قرار گیرد.

۱-۳- بررسی روش‌های متداول در تجزیه شیمیایی نمونه‌های اکتشافی و کانسنگ آهن

روش‌های متداول در تجزیه شیمیایی نمونه‌های اکتشافی و کانسنگ آهن عبارتند از:

- تعیین غلظت آهن کل به روش اسپکتروفتومتری [Determination of total iron by spectrophotometer]
- تعیین غلظت آهن کل به روش تیتراسیون [Determination of total iron by titration]
- تعیین غلظت اکسید آهن به روش اسپکتروفتومتری [Determination of iron oxide by spectrophotometer]
- تعیین غلظت اکسید آهن کل به روش تیتراسیون [Determination of iron oxide by titration]
- تعیین غلظت گوگرد به روش گراویمتری [Determination of sulphur by gravimetry]
- تعیین غلظت گوگرد و کربن به وسیله دستگاه لکو [Determination of sulfur & carbon by Leco]
- تعیین غلظت عناصر اصلی به روش فلورسانس اشعه ایکس (روش آماده‌سازی پودری) [Determination of major elements by WD-XRF (press powder)]
- تعیین غلظت عناصر اصلی به روش فلورسانس اشعه ایکس (روش آماده‌سازی قرص ذوبی) [Determination of major elements by WD-XRF (fused bead)]

-
- 1- Interference
 - 2- Matrix effect
 - 3- Stoichiometry
 - 4- Blank
 - 5- Aliquot
 - 6- Homogeneity



- تعیین مقدار افت (پرت) حرارتی [Determination of L.O.I (loss on ignition)]
- تعیین غلظت عناصر جزئی به روش جذب اتمی [Determination of trace element by atomic absorption]
- تعیین غلظت عناصر جزئی به روش ICP-OES [Determination of trace element by ICP-OES]



فصل ۲

دستورالعمل اندازه‌گیری

غلظت آهن کل





۱-۲-۱- آشنایی

در نمونه‌های معدنی، آهن به صورت دو ظرفیتی و سه ظرفیتی وجود دارد که مجموع این دو به عنوان غلظت آهن کل نامیده می‌شود. در این فصل روش‌های اندازه‌گیری آهن کل ارایه شده است.

۱-۲-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری آهن کل^۱ به روش تیتراسیون

هدف، اندازه‌گیری آهن کل قابل حل در اسید به روش تیتراسیون با دی‌کرومات بعد از احیا با کلرید قلع است.

۱-۲-۲-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- بشر ۱۵۰ میلی‌لیتر
- شیشه ساعت
- اتوتیترا تور (می‌توان از بورت حباب‌دار ۱۰ میلی‌لیتر نیز استفاده کرد)
- مگنت و همزن مغناطیسی برقی
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۱-۲-۲-۲- معرف‌ها و محلول‌های مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ($\rho = 1.18$)
- سولفوریک اسید غلیظ ($\rho = 1.83$)
- هیدروفلوریدریک اسید غلیظ (۴۰ درصد وزنی)
- فسفریک اسید غلیظ ($\rho = 1.7$)
- بوریک اسید (اشباع w/v ۵ درصد)
- مخلوط چند اسید: مخلوط سولفوریک اسید، فسفریک اسید، آب مقطر به ترتیب به نسبت ۱:۱:۴/۶ به حجم یک لیتر
- محلول کلرید قلع دو ظرفیتی ۱۰۰ گرم در لیتر: ۱۰۰ گرم از کلرید قلع ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) توزین و در ۲۰۰ میلی‌لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ با حرارت دادن حل شود، سپس محلول سرد شده و با آب مقطر به حجم ۱ لیتر رسانده شود. این محلول باید در ظرف شیشه‌ای تیره نگهداری شود.
- محلول کلرید جیوه دو ظرفیتی (HgCl_2) ۵۰ گرم در لیتر
- محلول استاندارد پتاسیم دی‌کرومات ۰/۱ نرمال: ۶ گرم از شناساگر استاندارد پتاسیم دی‌کرومات $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (با خلوص آزمایشگاهی) را در آون در دمای ۱۴۰ تا ۱۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت دو ساعت خشک و در دسیکاتور تا دمای اتاق سرد شود. ۴/۹۰۳ گرم از آن به دقت توزین و در آب مقطر حل شود و سپس با دقت به حجم یک لیتر برسد.

- شناساگر باریم دی فنیل آمین سولفانات: دی فنیل آمین اولین شناساگر شناخت اکسیداسیون-احیا است. از نمک باریم دی فنیل آمین سولفونیک اسید (باریم دی فنیل آمین سولفانات) در تیتراسیون با پتاسیم دی کرومات استفاده می شود. برای تهیه محلول شناساگر، مقدار ۰/۲ گرم از آن در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل شود. شناساگر باریم دی فنیل آمین سولفانات با فرمول $C_{24}H_{20}BaN_2O_6S_2$ در حالت اکسیدان بنفش و در حالت احیا بی رنگ است. شناساگر در غلظت بالا و pH اسیدی طی تیتراسیون آهسته، رفتار دیگری از خود بروز می دهد به طوری که حتی در حضور مقادیر زیاد پتاسیم دی کرومات به جای تغییر رنگ به بنفش به صورت سبز باقی می ماند، اگر چنین اتفاقی افتاد باید آزمایش مجدداً تکرار شود.

۲-۲-۳- ویژگی های نمونه

این روش برای اندازه گیری نمونه های اکتشافی و کانسنگ آهن قابل انحلال در هیدروکلریدریک اسید کاربرد دارد. در نمونه های گوگردار با غلظت بیش از ۲ درصد (سنگ آهن های پیریتی) به دلیل عدم انحلال کامل کانسنگ در هیدروکلریدریک اسید نتایج دارای خطای تجزیه است و استفاده از این روش توصیه نمی شود.

۲-۲-۴- آماده سازی نمونه

الف- تخریب با اسید: حدود ۰/۸ تا ۰/۳ گرم از نمونه فاقد رطوبت پودر و همگن شده، با دقت چهار رقم اعشار توزین و در بشر ریخته شود. سپس ۳۰ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ به آن اضافه شود (در نمونه هایی که حاوی سیلیس هستند حداکثر ۵ میلی لیتر هیدروفلوریدریک اسید غلیظ HF نیز اضافه شود). درب بشر پوشیده شود و محلول تا زیر نقطه جوش (حدود ۸۰ درجه سانتی گراد) به مدت یک ساعت حرارت داده شود تا نمونه به طور کامل تخریب شود. سپس دما افزایش یابد (دقیقا زیر دمای جوش) و به مدت ۳۰ دقیقه حرارت داده شود تا از تخریب کامل نمونه اطمینان به عمل آید.

ب- احیا: درب و دیواره های بشر با آب مقطر گرم شسته شده و بی درنگ در حالی که محلول داغ در بشر هم زده می شود محلول $SnCl_2$ قطره قطره به آن اضافه شود تا رنگ زرد کلرید آهن سه ظرفیتی از بین برود و محلول بی رنگ شود. سپس یک قطره دیگر $SnCl_2$ اضافه شود و اگر در مرحله تجزیه هیدروفلوریدریک اسید به نمونه اضافه شده باشد، ۱۰ میلی لیتر بوریک اسید اشباع اضافه شده و محلول سرد شود. سپس ۸ میلی لیتر محلول کلرید جیوه دو ظرفیتی هم زمان با هم زدن به آن اضافه شود و محلول ۵ دقیقه بماند.

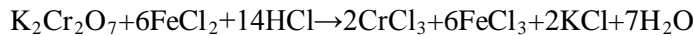
پ- تیتراسیون: ۳۰ میلی لیتر مخلوط سولفوریک اسید-فسفریک اسید به محلول اضافه شده و پس از افزودن ۵ قطره شناساگر دی فنیل آمینو سولفونات سدیم به سرعت با محلول پتاسیم دی کرومات ۰/۱ نرمال تیتراسیون شود. نقطه پایانی با تغییر رنگ محلول به بنفش مشخص می شود.

ت- کنترل: در هر سری از آزمایشات یک استاندارد و تعدادی نمونه تکراری برای بررسی تکرارپذیری و دقت روش به همین روش آماده سازی و اندازه گیری شود.

۲-۲-۵- محاسبات

محاسبات بر اساس رابطه ۱-۲ انجام می شود.





$$m = \frac{0.5585 \times V \times F}{W} \quad (1-2)$$

که در آن:

m درصد آهن

F فاکتور دی کرومات

V حجم دی کرومات مصرفی

W وزن نمونه بر حسب گرم

فاکتور دی کرومات ۰/۱ نرمال ساخته شده به دو روش زیر تعیین می‌شود:

در روش اول، تیتراسیون با استفاده از محلول‌های استاندارد آهن سه ظرفیتی (تیترازول آهن با نرمالیتیه مشخص) و محاسبه از رابطه ۲-۲ انجام می‌شود که N_1 نرمالیتیه دی کرومات، N_2 نرمالیتیه تیترازول، V_1 حجم دی کرومات و V_2 حجم تیترازول است.

$$F = N_1 V_1 / N_2 V_2 \quad (2-2)$$

در روش دوم، با استفاده از استانداردهای حاکی با غلظت و عیار معین و با جایگذاری معلومات در فرمول محاسبه آهن کل و از رابطه ۱-۲ فاکتور پتاسیم دی کرومات محاسبه می‌شود.

۲-۲-۶- مزایا و محدودیت‌ها

استفاده از این روش برای اندازه‌گیری آهن کل در نمونه‌های اکتشافی، کانسنگ آهن و کنسانتره در محدوده غلظتی ۳۰ تا ۷۲ درصد وزنی آهن مناسب است. این روش برای نمونه‌هایی که درصد مس و مولیبدن در آن‌ها کمتر از ۰/۱ درصد و وانادیم کمتر از ۰/۰۵ درصد است و برای اندازه‌گیری نمونه‌های سنگ آهن قابل انحلال در هیدروکلریدریک اسید کاربرد دارد. نمونه‌های دارای گوگرد با غلظت بیش از ۲ درصد (سنگ آهن‌های پیریتی) به دلیل عدم انحلال کامل خطای تجزیه دارد و استفاده از این روش توصیه نمی‌شود.

۲-۳-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری آهن کل به روش اسپکتروفتومتری

۲-۳-۱- امکانات مورد نیاز

- پیپت در انواع ۲، ۵ و ۱۰ میلی لیتر کلاس A

- بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر کلاس A

- هات‌پلیت و همزن مغناطیسی تا دمای ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد

- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۲-۳-۲- شناساگرها و محلول‌های مورد نیاز



- هیدروکسیل آمونیم کلراید ۹۹ درصد
- بافر سدیم سیترات ۹۹ درصد
- استاندارد مرجع آهن ۱۰۰۰ ppm
- هیدروکلریدریک اسید ۳۷ درصد
- هیدروفلوریدریک اسید غلیظ ۴۰ درصد
- محلول نمک ۱:۱۰ فنانترولین (که باید از نمک فنانترولین با خلوص آزمایشگاهی تهیه شود)

۲-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه اسپکتروفتومتر

۲-۳-۴- ویژگی های نمونه

این روش برای تجزیه آهن کل در نمونه های با غلظت بیش از ۰/۱ درصد توصیه می شود.

۲-۳-۵- روش کار

ابتدا نمونه های مرجع آهن در محدوده غلظتی مورد نیاز انتخاب و به همراه نمونه های مجهول به همان روشی که نمونه مجهول آماده سازی می شوند، تحت شرایط انحلال قرار می گیرند. حدود ۰/۱ تا ۰/۵ گرم از نمونه مجهول با ترازو توزین و ۱۵ میلی لیتر محلول ترکیبی (۱۰۰ میلی لیتر هیدروفلوریدریک اسید غلیظ + ۳۳ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ + ۸ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ) و ۱۰ میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه و بر روی هات پلیت قرار گیرد تا انحلال انجام گیرد. پس از کاهش حجم اسید (تا نزدیک خشک شدن) مجدداً ۸ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ و کمی آب (حدود ۵ میلی لیتر) اضافه شود و مجدداً بر روی هات پلیت قرار گیرد تا انحلال کامل شود. سپس محلول فوق را به حجم ۲۵۰ میلی لیتر رسانده و در نهایت ۵ میلی لیتر از آن به یک بالن ۱۰۰ میلی لیتر مجزا منتقل شود. پس از آن ۱۵ تا ۲۰ میلی لیتر آب مقطر و در نهایت ۵ میلی لیتر هیدروکسیل آمونیم کلراید ۱۰ درصد اضافه شود. پس از ۵ دقیقه همه آهن های ۳ به ۲ تبدیل می شود و در نهایت ۱۰ میلی لیتر سدیم سیترات ۱۰ درصد (به منظور تنظیم pH) و ۲۰ میلی لیتر ارتوفنانترولین ۱۰ درصد اضافه شده و پس از تشکیل کمپلکس قرمز رنگ به مدت ۴۵ دقیقه تا یک ساعت نمونه بماند و پس از به حجم رساندن همه محلول ها به کنار دستگاه اسپکتروفتومتر منتقل می شوند. کلیه موارد برای همه محلول های پوچ، استانداردها و مجهول ها انجام شود. ابتدا جذب استانداردها در طول موج ۵۱۰ نانومتر قرائت می شود و نمودار واسنجی به صورت میزان جذب نسبت به غلظت ترسیم شده و با اندازه گیری مقدار جذب نمونه مجهول، غلظت آهن در نمونه های مجهول تعیین می شود.

۲-۳-۶- مزایا و محدودیتها

انجام این روش در نمونه های با غلظت بیش از ۰/۱ درصد دقت بیشتری دارد و در نمونه هایی با غلظت کمتر از ۰/۱ درصد و یا مواردی که به دلیل وجود ناخالصی ها محلول رنگی مناسب ایجاد نمی شود، مناسب نیست.



فصل ۳

دستورالعمل اندازه‌گیری

غلظت آهن دو ظرفیتی





۳-۱- آشنایی

در تجزیه نمونه‌های اکتشافی، معدنی و کانسنگ آهن باید علاوه بر غلظت آهن کل، مقدار آهن دو ظرفیتی نیز به صورت جداگانه اندازه‌گیری شود. متداول‌ترین روش‌های تعیین غلظت آهن دو ظرفیتی روش تیتراسیون و اسپکتروفتومتری است.

۳-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری آهن دو ظرفیتی به روش تیتراسیون

۳-۲-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- ارلن مایر تخلیه ۲۵۰ میلی‌لیتر

- اتوتیترا تور یا بورت حبابدار ۱۰ میلی‌لیتر

- همزن مغناطیسی برقی

۳-۲-۲- شناساگرها و محلول‌های مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید ۳۷ درصد آزمایشگاهی

- سولفوریک اسید غلیظ ($\rho=1.83$)

- هیدروفلوریدریک اسید غلیظ (۴۰ درصد وزنی)

- فسفریک اسید غلیظ ($\rho=1.7$)

- بوریک اسید (اشباع w/v ۵ درصد)

- مخلوط سولفوریک اسید، فسفریک اسید و آب مقطر به ترتیب به نسبت ۴/۶:۱:۱ تا حجم ۱ لیتر رقیق شود.

- شناساگر باریم دی‌فنیل‌آمین سولفانات (برای تهیه محلول شناساگر، مقدار ۰/۲ گرم از آن در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل شود)

۳-۲-۳- آماده‌سازی نمونه

مقدار ۰/۱ تا ۰/۳ گرم نمونه با ترازو وزن شده و به یک ارلن مایر ۲۵۰ میلی‌لیتر منتقل و مقدار ۲۰ میلی‌لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ و چند قطره هیدروفلوریدریک اسید غلیظ به آن اضافه شود. به منظور جلوگیری از اکسیداسیون و تبدیل آهن دو ظرفیتی به سه ظرفیتی گاز CO_2 به روی نمونه‌ها جریان یابد تا موجب خروج گاز اکسیژن از محیط واکنش شود. در این شرایط، نمونه حرارت داده شود تا به طور کامل انحلال انجام گیرد. پس از کاهش حجم محلول، ۱۰ میلی‌لیتر بوریک اسید ۵ درصد وزنی و ۳۰ میلی‌لیتر محلول مخلوط اسید آماده شده اضافه شده و حجم کل محلول به ۲۰۰ میلی‌لیتر رسانده شود. سپس چند قطره شناساگر باریم دی‌فنیل‌آمین سولفانات ۰/۲ درصد اضافه شده و با محلول پتاسیم دی‌کرومات ۰/۱ نرمال به سرعت تیترا شود. برای جلوگیری از اکسیداسیون آهن دو ظرفیتی محلول نباید در مجاورت هوای آزاد برای مدت زیاد نگه داشته شود.



۳-۲-۴- محاسبات

محاسبات بر اساس رابطه ۳-۱ انجام می شود.

(۳-۱)

$$m = \frac{0.7185 \times V \times F}{W}$$

که در آن:

m درصد اکسید آهن دو ظرفیتی

F فاکتور دی کرومات

V حجم دی کرومات مصرفی

W وزن نمونه بر حسب گرم

۳-۲-۵- مزایا و محدودیتها

این روش برای اندازه گیری آهن دو ظرفیتی در نمونه های اکتشافی، کانسنگ آهن و کنسانتره در بازه غلظتی تا ۷۲ درصد آهن مناسب است. این روش برای نمونه هایی به کار می رود که درصد مس و مولیبدن در آن ها کمتر از ۰٫۱ درصد و وانادیم کمتر از ۰٫۰۵ درصد باشد. این روش برای اندازه گیری نمونه های سنگ آهن که در هیدروکلریدریک اسید قابل حل هستند کاربرد دارد و در نمونه های گوگردار با غلظت بیش از ۲ درصد (سنگ آهن های پیریتی) به دلیل عدم انحلال کامل نمونه در هیدروکلریدریک اسید خطا دارد و استفاده از این روش توصیه نمی شود.

۳-۳- دستورالعمل اندازه گیری آهن دو ظرفیتی با روش اسپکتروفتومتری

۳-۳-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- پیپت انواع ۲، ۵ و ۱۰ میلی لیتر کلاس A
- بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر کلاس A
- هات پلیت و همزن مغناطیسی تا دمای ۲۵۰ درجه سانتی گراد
- ترازوی با دقت رقم اعشار

۳-۳-۲- شناساگرها و محلول های مورد نیاز

- بافر سدیم سیترات ۹۹ درصد
- استاندارد مرجع آهن ۱۰۰۰ ppm
- هیدروکلریدریک اسید ۳۷ درصد
- هیدروفلوریدریک اسید غلیظ ۴۰ درصد
- محلول نمک ۱:۱۰ فناترولین (باید از نمک فناترولین با خلوص آزمایشگاهی تهیه شود)



۳-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه اسپکتروفتومتر

۳-۳-۴- ویژگی‌های نمونه

این روش برای تجزیه آهن دو ظرفیتی با غلظت بیش از ۰/۱ درصد توصیه می‌شود.

۳-۳-۵- روش کار

ابتدا نمونه‌های مرجع آهن در محدوده غلظتی مورد نیاز انتخاب و به همراه نمونه مجهول (با روش یکسان) آماده‌سازی و حل می‌شود. حدود ۰/۱ تا ۰/۵ گرم از نمونه مجهول با ترازو توزین و ۱۵ میلی‌لیتر محلول ترکیبی (۱۰۰ میلی‌لیتر هیدروفلوریدریک اسید غلیظ + ۳۳ میلی‌لیتر سولفوریک اسید غلیظ + ۸ میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ) و ۱۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن اضافه شود و بر روی هات‌پلیت قرار داده شود تا انحلال انجام گیرد. پس از کاهش حجم اسید (تا نزدیک خشک شدن) مجدداً ۸ میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ و کمی آب (حدود ۵ میلی‌لیتر) اضافه شود و مجدداً بر روی هات‌پلیت قرار گیرد تا انحلال کامل شود، سپس محلول یاد شده به حجم ۲۵۰ میلی‌لیتر رسانده شده و در نهایت ۵ میلی‌لیتر برداشته شود و به یک بالن ۱۰۰ میلی‌لیتر مجزا انتقال یابد. پس از آن ۱۵ تا ۲۰ میلی‌لیتر آب مقطر اضافه شده و در نهایت ۱۰ میلی‌لیتر سدیم سیترات ۱۰ درصد (به منظور تنظیم pH) و ۲۰ میلی‌لیتر ارتوفانتروپین ۱۰ درصد اضافه شود. پس از تشکیل کمپلکس قرمز رنگ نمونه به مدت ۴۵ دقیقه تا یک ساعت بماند (کلیه موارد برای همه محلول‌های پوچ، استانداردها و مجهول‌ها انجام گیرد) و سپس همه محلول‌ها به کنار دستگاه اسپکتروفتومتر منتقل شوند. ابتدا جذب استانداردها در طول موج ۵۱۰ نانومتر قرائت می‌شود و نمودار واسنجی به صورت میزان جذب نسبت به غلظت رسم و با اندازه‌گیری مقدار جذب نمونه مجهول، غلظت آهن در نمونه‌های مجهول اندازه‌گیری شود.

۳-۳-۶- مزایا و محدودیت‌ها

انجام این روش در نمونه‌هایی با غلظت بیش از ۰/۱ درصد دقت بیشتری دارد و در نمونه‌هایی با غلظت کمتر از ۰/۱ درصد و یا مواردی که به دلیل وجود ناخالصی‌ها محلول رنگی مناسب ایجاد نمی‌شود، مناسب نیست.





فصل ۴

دستور العمل اندازه‌گیری

غلظت گوگرد





۴-۱- آشنایی

گوگرد به عنوان یک عنصر مزاحم در صنعت فولاد محسوب می‌شود و مقدار آن در نمونه‌های معدنی باید بسیار پایین باشد که حد مجاز آن به فناوری مورد استفاده بستگی دارد. معمولاً گوگرد به صورت پیریت، پیروتیت، کالکوپیریت و نظایر آن است.

۴-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری گوگرد به روش وزن سنجی (رسوبی)

۴-۲-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- کوره آزمایشگاهی تا دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۴-۲-۲- شناساگرها و محلول‌های مورد نیاز

- آب برم: حدود ۱۰۰ میلی‌لیتر برم مایع در یک شیشه ۲/۵ لیتری تیره رنگ ریخته شده و تا حجم ۲/۵ لیتر به آن آب مقطر اضافه و همگن شود. این محلول باید به مدت یک تا دو شب در جای آرام و دور از نور قرار گیرد.
- تیزاب سلطانی (نسبت ۳/۱ هیدروکلریدریک اسید به نیتریک اسید)
- محلول باریم کلراید ۱۰ درصد وزنی
- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ۳۷ درصد
- نیتریک اسید غلیظ ۶۵ درصد
- پودر روی خالص ۹۹/۹۹۹ درصد

۴-۲-۳- ویژگی‌های نمونه

این روش برای کلیه نمونه‌ها مناسب است و محدودیتی ندارد.

۴-۲-۴- آماده‌سازی نمونه

حدود ۰/۲ تا ۰/۵ گرم نمونه را در بشر ۴۰۰ میلی‌لیتر ریخته شده و بر روی آن تا حدود ۳۰۰ میلی‌لیتر آب برم و ۳۰ میلی‌لیتر تیزاب سلطانی افزوده و بر روی هیتر به ملایمت تا خشک شدن حرارت داده شود. اگر نمونه دارای کانی پیریت باشد باید به جای تیزاب سلطانی، تنها ۳۰ میلی‌لیتر نیتریک اسید اضافه شود. پس از خشک شدن، دوباره ۵ میلی‌لیتر هیدروکلریدریک اسید اضافه شده و تا مرحله خشک شدن حرارت داده شود. بعد از آن مجدداً ۱۰ میلی‌لیتر هیدروکلریدریک اسید افزوده و تا حل مواد موجود حرارت داده شود. اگر در محلول رسوب وجود داشته باشد و یا محلول زرد رنگ باشد با پودر روی، آهن موجود احیا و محلول صاف شود. پس از شستن بشر، رسوب به محلول زیر صافی در حال جوش ۲۰ میلی‌لیتر باریم کلراید ۱۰ درصد وزنی، اضافه شود و بعد از چهار ساعت رسوب صاف شده و در کوره در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱ ساعت قرار داده شود.



۴-۲-۵- محاسبات

درصد وزنی گوگرد از رابطه ۴-۱ محاسبه می شود:

$$m = \frac{W_s \times 100}{w \times 0.1374} \quad (4-1)$$

که در آن:

m درصد وزنی گوگرد

W_s وزن رسوب

w وزن نمونه

۴-۲-۶- مزایا و محدودیتها

از مزایای این روش تکرارپذیری و دقت بالای آن (خطای نسبی حدود ۰/۱ درصد) و از محدودیت‌های آن طولانی بودن و صرف زمان زیاد در مقایسه با روش‌های دیگر است.

۴-۳-۳- دستورالعمل اندازه گیری گوگرد در نمونه سنگ آهن با دستگاه تجزیه ای کربن و گوگرد (لکو^۱)**۴-۳-۱- امکانات مورد نیاز**

- بوته چینی یا سرامیکی با ظرفیت تحمل حرارتی ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد
- انبر بلند مخصوص کوره
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۴-۳-۲- مواد مورد نیاز

استانداردهای مورد نیاز دستگاه تجزیه ای کربن و گوگرد برای واسنجی

۴-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

- دستگاه تجزیه کربن و گوگرد

برای تجزیه کربن و گوگرد در نمونه‌های معدنی دستگاه‌های متنوعی وجود دارد اما در ایران عمدتاً از دستگاه ساخت شرکت لکو استفاده می‌شود. می‌توان از دستگاه‌های تجزیه کربن و گوگرد ساخت سایر سازندگان معتبر نیز استفاده کرد.

۴-۳-۴- ویژگی‌های نمونه

نمونه مورد اندازه گیری در این روش محدودیت خاصی ندارد و تنها نمونه باید کاملاً همگن، جامد و با دانه بندی زیر ۶۰ میکرون باشد.



۴-۳-۵- روش کار

ابتدا بوته چینی یا سرامیکی را در دمای پایین برای چند دقیقه در کوره قرار می‌دهند تا عاری از هر گونه رطوبت شود. سپس دستگاه تجزیه کربن و گوگرد روشن می‌شود تا شرایط دمایی کوره ثابت و در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد پایدار شود. برای ترسیم منحنی واسنجی دستگاه، بسته به محدوده غلظت مورد نظر (دهم درصد تا درصد) با استفاده از استانداردهای انتخاب شده حدود ۰/۱ تا ۰/۵ گرم از هر یک از نمونه‌های استاندارد با دقت توزین و به صورت یکنواخت در کف بوته پخش شده و سپس وزن آن‌ها وارد نرم‌افزار می‌شود. در نهایت بوته‌ها را با دقت به داخل کوره منتقل می‌کنند و سپس درب کوره را می‌بندند. پس از آن استانداردها به ترتیب قرارگیری در داخل دستگاه، قرائت می‌شوند و پیک‌ها ثبت و در منحنی واسنجی ترسیم می‌شود. پس از تعیین منحنی واسنجی نمونه‌های مجهول نیز به همین روش در دستگاه قرار داده شده و نتایج ثبت می‌شود. قبل از شروع تجزیه نمونه‌های مجهول، ابتدا دقت منحنی واسنجی با چند نمونه استاندارد کنترل شود و پس از آن نمونه‌ها مورد تجزیه قرار گیرند.

۴-۳-۶- مزایا و محدودیت‌ها

انجام این روش بر روی نمونه‌های اکتشافی، کانسنگ آهن و کنسانتره محدودیت خاصی ندارد. محدوده غلظتی این روش بین ۱۵۰ گرم در تن تا ۱۰۰ درصد است.





فصل ۵

دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت

TiO_2 و Al_2O_3 ، MgO ، CaO ، SiO_2 ، P





۱-۵- آشنایی

در کاربرد نمونه‌های سنگ آهن در صنایع، حدود غلظت برخی از عناصر فرعی اهمیت دارد که باید با روش مناسب اندازه‌گیری شود. متداول‌ترین روش مورد استفاده^۱ WD-XRF است.

۲-۵- دستورالعمل اندازه‌گیری P ، SiO_2 ، CaO ، MgO ، Al_2O_3 و TiO_2 به روش WD-XRF پودری

۱-۲-۵- امکانات مورد نیاز

- دستگاه پرس هیدرولیک
- ظرف نمونه با قطر متناسب با دستگاه (معمولا ۴۰ میلی‌متر)
- شیکر برای همگن کردن نمونه‌ها
- ترازوی با دقت دو رقم اعشار

۲-۲-۵- مواد مورد نیاز

- بوریک اسید صنعتی
- بوریک اسید با خلوص آزمایشگاهی
- استن صنعتی

۳-۲-۵- تجهیزات دستگاهی

دستگاه WD-XRF

۴-۲-۵- ویژگی‌های نمونه

محدوده غلظتی عنصر آهن در نمونه‌ها ۳۰ تا ۷۰ درصد بسته به استانداردهای موجود باشد. نمونه‌ها باید کاملا همگن و با ابعاد دانه‌بندی زیر ۶۰ میکرون باشند.

۵-۲-۵- روش کار

ابتدا ۳ گرم از استانداردهای مرجع را با ترازو در یک ظرف مناسب درب‌دار توزین و به همه آن‌ها مقدار ۰/۷۵ گرم بوریک اسید با خلوص آزمایشگاهی اضافه شود. نمونه‌ها باید به وسیله دستگاه شیکر به مدت یک ساعت همگن شوند. سپس در کف هر یک از ظروف نمونه مقدار معینی بوریک اسید صنعتی ریخته شده و نمونه‌های همگن به داخل ظروف نمونه ریخته شود و با دستگاه پرس اتوماتیک با فشار 100 KN/m^2 به صورت قرص پودری درآید. نمونه‌های مجهول نیز باید با دقت و به همین روش آماده‌سازی شوند.

1- Wavelength dispersive x-ray fluorescence



- پس از آماده کردن استانداردهای مرجع، مشخصات آنها وارد نرم افزار دستگاه WD-XRF شده و با توجه به نوع نمونه‌ها، هدف تجزیه، شرایط بهینه تجزیه و مراحل کار یک برنامه تجزیه‌ای به قرار زیر توصیه می‌شود:
- زمان اندازه‌گیری (پیک هر عنصر ۱۴ ثانیه و حداقل دو زمینه هر یک به مدت ۶ ثانیه)
 - معرفی نوع ظرف نمونه مورد استفاده
 - مشخص کردن نوع نمونه (قرص پودری و یا قرص ذوبی)
 - تنظیم ۱۰ ثانیه برای زمان قفل‌شدگی و شروع تجزیه پس از آن
 - تنظیم شرایط هر کدام از عناصر طبق جدول ۵-۱

جدول ۵-۱- شرایط و پارامترهای بهینه عناصر در دستگاه WD-XRF

عنصر	ولتاژ (kV)	شدت جریان (mA)	خط طیفی	بلور تفکیک‌کننده	کولیماتور (میکرون)	دکتور	فیلتر لامپ اشعه ایکس
فسفر	۲۸	۹۵	K α	Ge	۵۵۰	نوع جریان ^۱	-
سیلیسیم	۲۸	۹۵	K α	PE	۵۵۰	نوع جریان	-
کلسیم	۲۸	۹۵	K α	LiF 200	۱۵۰	نوع جریان	-
منیزیم	۲۸	۹۵	K α	PX1	۵۵۰	نوع جریان	-
آلومینیم	۲۸	۹۵	K α	PE	۵۵۰	نوع جریان	-
تیتانیوم	۲۸	۹۵	K α	LiF 200	۱۵۰	نوع جریان	-

- مشخص کردن همپوشانی عناصر در صورت وجود و حذف تداخل‌های طیفی
- مشخص کردن یکی از نمونه‌های مرجع به عنوان نمونه پایش‌کننده^۲ به منظور کنترل انحراف^۳ روزانه دستگاه
- وارد کردن نام استانداردها و غلظت تمام عناصر موجود در آنها به نرم‌افزار دستگاه
- قرار دادن نمونه‌های استاندارد در دستگاه و رسم منحنی واسنجی
- قرار دادن نمونه‌های مجهول در دستگاه و شروع تجزیه شیمیایی آنها

۵-۲-۶- مزایا و محدودیت‌ها

در این روش به دلیل این که نمونه‌ها به صورت پودری تهیه می‌شوند و غلیظ‌تر پرس نمونه در فشار بالا و حذف اثرات همپوشانی، پوشش منحنی واسنجی کامل نیست، بنابراین این روش حدود ۵ درصد خطای نسبی دارد. این روش در مواردی به کار می‌رود که این مقدار خطا مجاز باشد. از مزایای این روش سرعت عمل نسبت به روش‌های شیمی تر و WD-XRF با نمونه‌های ذوبی است.

- 1- Flow detector
- 2- Monitor
- 3- Drift



۳-۵- دستورالعمل اندازه‌گیری P، SiO₂، CaO، MgO، Al₂O₃ و TiO₂ به روش WD-XRF ذوبی

۳-۵-۱- امکانات مورد نیاز

- کوره ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد و یا دستگاه ذوب فونیکس و یا سایر دستگاه‌های ذوب
- بوته و بشقابک پلاتینی
- انبر بلند مخصوص کوره
- وسایل ایمنی کار با کوره
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۳-۵-۲- مواد مورد نیاز

- کمک ذوب مناسب (معمولا ترکیب لیتیم متابورات و لیتیم تترابورات)
- مواد نجسب مناسب (LiCl یا NaCl یا NH₄I یا NaI یا KI)

۳-۵-۳- تجهیزات دستگاهی

- دستگاه WD-XRF
- حمام اولتراسونیک دارای گرم‌کن

۳-۵-۴- ویژگی‌های نمونه

محدوده غلظتی عنصر آهن در نمونه‌ها بهتر است از حدود ۳۰ تا ۷۰ درصد بسته به استانداردهای موجود باشد و نمونه‌ها باید کاملا همگن و با ابعاد دانه‌بندی زیر ۶۰ میکرون باشند.

۳-۵-۵- روش کار

مقدار ۰/۵ گرم از هر یک از استانداردها با ترازو در یک بوته مناسب درب‌دار توزین و به همه آن‌ها مقدار ۶ تا ۷ گرم کمک ذوب اضافه شود. بسته به عناصر مورد تجزیه می‌توان از لیتیم تترابورات و یا در صورت عدم تجزیه عنصر سدیم، از کمک ذوب سدیم تترابورات استفاده کرد. در نهایت مقدار ۰/۰۲ گرم مواد نجسب مناسب (به عنوان مثال LiCl) به آن اضافه و بوته در داخل کوره با حدود ۱۱۰۰ درجه به مدت ۲۵ تا ۳۵ دقیقه قرار داده شود. به منظور اطمینان از شرایط ذوب حداقل دو بار در فواصل زمانی ۱۵ دقیقه اپراتور باید نمونه را به کمک انبر تکان دهد تا فرآیند ذوب کامل شود و نمونه کاملا به صورت همگن درآید. پس از ذوب کامل، محتوای بوته‌ها به وسیله انبر به داخل بشقابک ریخته شود تا به صورت قرص ذوبی درآید. این کار بسیار پرخطر است و اپراتور باید ضمن داشتن تجربه و آموزش کامل از تجهیزات ایمنی مناسب (عینک، دستکش بلند ضد حرارت بالا و کفش ایمنی) استفاده کند. بعد از تخلیه نمونه در بشقابک، نمونه در دمای اتاق سرد شده و بعد از گذشت حدود ۲۵ دقیقه از بشقابک به صورت قرص، جدا شود و پس از این آماده تجزیه است. بوته‌ها و بشقابک‌ها باید در دستگاه حمام اولتراسونیک و در دمای حدود ۷۰ درجه سانتی‌گراد به



مدت حدود ۲ ساعت قرار گیرد تا کاملاً تمیز و از هر گونه مواد مذاب باقی مانده عاری شوند. بسته به نوع نمونه، در مواردی این زمان ممکن است تا ۳ ساعت نیز طول بکشد. به هیچ عنوان نباید سطح بوته‌ها و بشقابک‌ها را با اشیای نوک تیز و یا به صورت مکانیکی تمیز کرد. استانداردها و نمونه‌های مجهول باید به دقت و به همین روش آماده‌سازی شوند. پس از آماده کردن استانداردها اطلاعات وارد نرم‌افزار دستگاه شده و یک برنامه برای تجزیه نوشته می‌شود. شرایط بهینه زیر برای انجام این تجزیه توصیه می‌شود:

- زمان اندازه‌گیری (پیک هر عنصر ۱۴ ثانیه و حداقل دو زمینه هر یک به مدت ۶ ثانیه)

- معرفی نوع ظرف نمونه مورد استفاده

- مشخص کردن نوع نمونه (قرص پودری و یا قرص ذوبی)

- تنظیم ۱۰ ثانیه برای زمان قفل‌شدگی و شروع تجزیه پس از آن

- تنظیم شرایط هر کدام از عناصر (جدول ۵-۲)

جدول ۵-۲- شرایط و پارامترهای بهینه تجزیه عناصر در دستگاه WD-XRF

عنصر	ولتاژ (kV)	شدت جریان (mA)	خط طیفی	بلور تفکیک‌کننده	کولیماتور (میکرون)	دکتور	فیلتر لامپ اشعه ایکس
فسفر	۲۸	۹۵	K α	Ge	۵۵۰	نوع جریان	-
سیلیسیم	۲۸	۹۵	K α	PE	۵۵۰	نوع جریان	-
کلسیم	۲۸	۹۵	K α	LiF 200	۱۵۰	نوع جریان	-
منیزیم	۲۸	۹۵	K α	PX1	۵۵۰	نوع جریان	-
آلومینیم	۲۸	۹۵	K α	PE	۵۵۰	نوع جریان	-
تیتانیوم	۲۸	۹۵	K α	LiF 200	۱۵۰	نوع جریان	-

- مشخص کردن همپوشانی عناصر در صورت وجود و حذف تداخل‌های طیفی

- مشخص کردن یکی از نمونه‌های مرجع به عنوان نمونه پایش‌کننده به منظور اندازه‌گیری انحراف روزانه دستگاه

- وارد کردن مشخصات و داده‌های استانداردها و ثبت غلظت تمام عناصر موجود در آن‌ها در نرم‌افزار دستگاه

- قرار دادن نمونه‌های استاندارد در دستگاه و رسم منحنی واسنجی

- قرار دادن نمونه‌های مجهول در دستگاه و شروع تجزیه شیمیایی آن‌ها

۵-۳-۶- مزایا و محدودیت‌ها

این روش به دلیل ذوب شدن نمونه دارای مزایای زیر است:

- تعدیل یا حذف اثرات ماتریکس در نمونه‌ها

- همگن شدن کامل نمونه طی عملیات ذوب

- تشابه دقت و صحت نتایج تجزیه عناصر اصلی در مقایسه با روش‌های شیمی تر

- قرارگیری مناسب نقاط بر روی منحنی واسنجی و خطای نسبی بسیار مناسب (در حد ۱ درصد)

از محدودیت‌های این روش زمان طولانی برای تمیز کردن کروزه‌ها توسط دستگاه اولتراسونیک و هزینه بالای تهیه بوته‌ها و

بشقابک‌های پلاتینی و ترمیم آن‌ها در هر بازه زمانی یک ساله در مقایسه با روش آماده‌سازی به روش پودر پرسی است.

فصل ۶

دستورالعمل اندازه‌گیری

میزان پرت حرارتی





۶-۱- آشنایی

افت یا پرت حرارتی معرف میزان درصد نسبی مواد فرار نظیر H_2O و OH^- پیوندی و CO_2 در نمونه‌ها است که در اثر حرارت از نمونه خارج می‌شود.

۶-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری میزان پرت حرارتی

۶-۲-۱- امکانات مورد نیاز

- بوته چینی یا سرامیکی به وزن رسیده با ظرفیت تحمل حرارتی ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد
- دسیکاتور
- انبر بلند مخصوص کوره
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۶-۲-۲- مواد مورد نیاز

- سیلیکاژل

۶-۲-۳- تجهیزات دستگاهی

- کوره ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد

۶-۲-۴- ویژگی‌های نمونه

نمونه باید کاملاً همگن و ابعاد دانه‌بندی آن کمتر از ۶۰ میکرون باشد.

۶-۲-۵- روش کار

مقدار یک گرم نمونه با ترازو توزین و به داخل بوته چینی به وزن رسیده منتقل شود (وزن بوته خالی یادداشت شود). سپس باید کوره را روشن و برای رسیدن به دمای ۱۰۵۰ درجه تنظیم کرد و اجازه داد تا کوره به دمای یاد شده برسد. بوته مدت زمان یک ساعت و نیم در این شرایط نگه داشته می‌شود تا مواد فرار به طور کامل از نمونه خارج شوند. توصیه می‌شود برای خروج مواد فرار از محیط کوره هر نیم ساعت یک بار درب کوره باز و بسته شود. پس از اتمام زمان یاد شده نمونه از کوره خارج و به داخل دسیکاتور انتقال داده شود. پس از خنک شدن در دسیکاتور بوته مجدداً وزن شده و بر اساس رابطه ۶-۱ میزان L.O.I محاسبه می‌شود.

$$L = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_1}$$

(۶-۱)



که در آن:

L درصد پرت حرارتی

m_1 وزن اولیه

m_2 وزن ثانویه

۶-۲-۶- مزایا و محدودیتها

در این روش محدودیت خاصی وجود ندارد.



فصل ۷

دستورالعمل اندازه‌گیری

عناصر جزئی





۷-۱- آشنایی

عناصر با غلظت کمتر از ۰/۰۲ درصد به عنوان عناصر جزئی محسوب می‌شوند و در مواردی که نیاز به اندازه‌گیری غلظت آن‌ها باشد معمولاً از روش‌های جذب اتمی و ICP-OES استفاده می‌کنند.

۷-۲- اندازه‌گیری عناصر جزئی با دستگاه جذب اتمی

۷-۲-۱- امکانات مورد نیاز

- بشر تفلونی به منظور جلوگیری از خوردگی HF
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه با حجم‌های ۵۰ و ۱۰۰ میلی‌لیتر
- پیپت‌های ۵، ۱۰، ۲۰، ۲۵، ۵۰ میلی‌لیتر
- قیف
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۷-۲-۲- مواد مورد نیاز

- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد
- هیدروفلوریدریک اسید ۴۰ درصد
- پرکلریک اسید ۷۰ درصد
- هیدروکلریدریک اسید ۳۷ درصد
- مخلوط چند اسید (۳ قسمت HF و ۱ قسمت HClO_4)
- آب مقطر

۷-۲-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه جذب اتمی

۷-۲-۴- ویژگی‌های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت، کاملاً همگن و به صورت پودر با ابعاد دانه‌بندی زیر ۶۰ میکرون باشد.

۷-۲-۵- آماده‌سازی نمونه

ابتدا مقدار ۰/۵ گرم نمونه به طور دقیق با ترازو توزین و به بشر تفلونی منتقل شود. با انجام اسکن اولیه با دستگاه و تشخیص محدوده غلظت تقریبی می‌توان مقدار نمونه را تا ۱ گرم افزایش داد. بشرهای تفلونی باید قبلاً یک بار با آب معمولی و سپس با آب مقطر شسته شده باشند. سپس به کمک مقدار کمی آب مقطر نمونه‌ها مرطوب شوند تا در هنگام افزودن نیتریک اسید در صورت



وجود ترکیبات کربناتی از پاشیدن نمونه به بیرون جلوگیری شود. سپس مقدار ۵ میلی‌لیتر نیتریک اسید به نمونه اضافه شود و در حرارت ملایم هیتر به مدت ۳۵ تا ۴۰ دقیقه قرار گیرد تا در صورت وجود ترکیبات آلی در مرحله افزودن پرکلریک اسید خطر انفجار و اشتعال از بین برود. ظرف نمونه از روی هیتر برداشته شود و حدود ۲۰ دقیقه در شرایط آزمایشگاه برای سرد شدن کامل نمونه قرار گیرد. سپس مقدار ۸ سی‌سی از مخلوط اسید (۳ قسمت HF و ۱ قسمت HClO₄) به منظور انحلال نمونه به ویژه ترکیبات سیلیسی به نمونه اضافه شده و در دمای تقریبی ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شود تا حجم محلول نمونه کاهش یابد. بسته به انحلال نمونه این فرآیند حداقل ۲ ساعت یا بیشتر طول می‌کشد تا نمونه به صورت ژله‌ای درآید. مرحله افزودن مخلوط اسید دوباره تکرار شود و یا اینکه پس از اضافه کردن اسید مراحل بعدی ۲۴ ساعت بعد انجام گیرد. فرآیند انحلال باید به صورت کامل انجام گیرد و در صورتی که نمونه‌ها به آسانی در اسید حل شوند نیازی به تکرار این مرحله نیست. مقدار ۲ میلی‌لیتر پرکلریک اسید (HClO₄) به نمونه برای اطمینان از خارج شدن HF از محلول اضافه شود و در همان دما تا حد کاهش حجم (ژله‌ای شدن) حدود یک ساعت نگه داشته شود. پس از این مراحل نمونه‌ها در دمای اتاق به مدت حدود ۲۰ دقیقه خنک شوند و در نهایت، مقدار ۱۰ میلی‌لیتر هیدروکلریدریک اسید (۱:۱) به آن برای انحلال کامل نمونه افزوده شده و با حرارت ملایم اندکی حرارت داده شود. در مرحله آخر می‌توان از ۵ میلی‌لیتر هیدروکلریدریک اسید خالص به جای محلول ۵۰ درصد استفاده کرد.

در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی‌لیتر با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه جذب اتمی مورد تجزیه قرار داد. به منظور تصحیح اثر آلودگی یا تشخیص نبود عناصر مورد اندازه‌گیری در معرف‌ها به ویژه اسیدها، باید همراه نمونه‌های مجهول دو نمونه پوچ آماده‌سازی شود و مورد تجزیه قرار گیرد.

۷-۲-۶- روش کار با دستگاه جذب اتمی

- با استفاده از محلول‌های استاندارد ۱۰۰۰ ppm، محلول‌های استاندارد از عناصر مورد نیاز برای واسنجی تهیه شود (به عنوان مثال استانداردهای ۱، ۲، ۵ و ۱۰ ppm).

- به منظور تصحیح اثر ماتریکس مقدار اسیدی که در حین آماده‌سازی به نمونه‌ها اضافه می‌شود به محلول‌های استاندارد و به نمونه پوچ اضافه شود.

- دستگاه روشن و لامپ عنصر مورد نظر در جای مخصوص قرار داده شود.
- شعله (برنر) مناسب در جای مخصوص قرار داده شود.
- تنظیمات دستگاه مطابق با دستورالعمل دستگاه انجام گیرد.
- با استفاده از محلول‌های استاندارد ساخته شده، منحنی واسنجی رسم شود.
- بعد از رسم منحنی واسنجی نمونه‌های مجهول تجزیه شود.

۷-۲-۷- محاسبات

با توجه به شدت پیک (میزان جذب) ثبت شده، درصد عنصر مورد نظر در نمونه مجهول از رابطه ۷-۱ تعیین می‌شود:

$$W_M = (P_1 - P_0) f v / w \quad (1-7)$$

که در آن:



W_M غلظت عنصر در نمونه بر حسب ppm
 P_1 غلظت عنصر بر حسب ppm در محلول
 P_0 غلظت عنصر بر حسب ppm در نمونه پوچ
 f فاکتور رقت
 V حجم بر حسب میلی‌لیتر
 W وزن نمونه بر حسب گرم

۷-۲-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای دستگاه جذب اتمی قابلیت اندازه‌گیری تک عنصری است. هر عنصر لامپ مخصوص به خود دارد که نمونه بر اساس جذب شدت نور منبع اندازه‌گیری می‌شود و دارای تکرارپذیری و دقت بالایی است. این روش برای اندازه‌گیری نمونه‌های محلول در محدوده غلظتی ppm بیشتر مورد استفاده قرار می‌گیرد. برای اندازه‌گیری غلظت در حد ppb از دستگاه جذب اتمی مجهز به کوره گرافیتی استفاده می‌شود که حساسیت بیشتری نسبت به سیستم شعله دارد.

۷-۳- اندازه‌گیری عناصر جزئی با دستگاه ICP-OES

۷-۳-۱- امکانات مورد نیاز

- بشر تفلونی برای جلوگیری از خوردگی HF
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه در حجم‌های ۵۰ و ۱۰۰ میلی‌لیتر
- پیپت‌های ۵، ۱۰، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ میلی‌لیتر
- قیف
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۷-۳-۲- مواد مورد نیاز

- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد
- هیدروفلوریدریک اسید ۴۰ درصد
- پرکلریک اسید ۷۰ درصد
- هیدروکلریدریک اسید ۳۷ درصد
- مخلوط چند اسید (۳ قسمت HF و ۱ قسمت HClO_4)
- آب مقطر



۷-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

- دستگاه ICP-OES

۷-۳-۴- ویژگی های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت، کاملاً پودر و همگن و با ابعاد دانه بندی زیر ۶۰ میکرومتر باشد.

۷-۳-۵- آماده سازی نمونه

ابتدا مقدار ۰/۵ گرم نمونه به طور دقیق با ترازو توزین و به بشر تفلونی منتقل شود. با انجام اسکن اولیه با دستگاه و تشخیص محدوده غلظت تقریبی می توان مقدار نمونه را تا ۱ گرم افزایش داد. بشرهای تفلونی باید قبلاً یک بار با آب معمولی و سپس با آب مقطر شسته شده باشند. سپس به کمک مقدار کمی آب مقطر نمونه ها مرطوب شوند تا در هنگام افزودن نیتریک اسید در صورت وجود ترکیبات کربناتی از پاشیدن نمونه به بیرون جلوگیری شود. سپس مقدار ۵ میلی لیتر نیتریک اسید به نمونه اضافه شود و در حرارت ملایم هیتر به مدت ۳۵ تا ۴۰ دقیقه قرار گیرد تا در صورت وجود ترکیبات آلی در مرحله افزودن پرکلریک اسید خطر انفجار و اشتعال از بین برود. ظرف نمونه از روی هیتر برداشته شود و حدود ۲۰ دقیقه در شرایط آزمایشگاه برای سرد شدن کامل نمونه قرار گیرد. سپس مقدار ۸ سی سی از مخلوط اسید (۳ قسمت HF و ۱ قسمت HClO_4) به منظور انحلال نمونه به ویژه ترکیبات سیلیسی به نمونه اضافه شده و در دمای تقریبی ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار داده شود تا حجم محلول نمونه کاهش یابد. بسته به انحلال نمونه این فرآیند حداقل ۲ ساعت یا بیشتر طول می کشد تا نمونه به صورت ژله ای درآید. مرحله افزودن مخلوط اسید دوباره تکرار شود و یا اینکه پس از اضافه کردن اسید مراحل بعدی ۲۴ ساعت بعد انجام گیرد. فرآیند انحلال باید به صورت کامل انجام گیرد و در صورتی که نمونه ها به آسانی در اسید حل شوند نیازی به تکرار این مرحله نیست. مقدار ۲ میلی لیتر پرکلریک اسید (HClO_4) به نمونه برای اطمینان از خارج شدن HF از محلول اضافه شود و در همان دما تا حد کاهش حجم (ژله ای شدن) حدود یک ساعت نگه داشته شود. پس از این مراحل نمونه ها در دمای اتاق به مدت حدود ۲۰ دقیقه خنک شوند و در نهایت، مقدار ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید (۱:۱) به آن برای انحلال کامل نمونه افزوده شده و با حرارت ملایم اندکی حرارت داده شود. در مرحله آخر می توان از ۵ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید خالص به جای محلول ۵۰ درصد استفاده کرد. در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه جذب اتمی مورد تجزیه قرار داد. به منظور تصحیح اثر آلودگی یا تشخیص نبود عناصر مورد اندازه گیری در معرفها به ویژه اسیدها، باید همراه نمونه های مجهول دو نمونه پوچ آماده سازی شود و مورد تجزیه قرار گیرد.

۷-۳-۶- روش کار با دستگاه ICP-OES

مهم ترین نکته در کار با دستگاه ICP-OES در نظر گرفتن تداخل طیفی بعضی از عناصر بر روی یکدیگر به دلیل چند عنصری بودن این روش است. با توجه به امکان اندازه گیری چندین عنصر به صورت هم زمان، انتخاب طول موج مناسب برای اندازه گیری ها بسیار مهم است. در هنگام ساختن محلول های استاندارد برای واسنجی دستگاه نیز این نکته باید مورد توجه قرار گیرد. برای رفع این مشکل می توان چندین طول موج را انتخاب کرد که دستگاه به کمک نرم افزار میانگین آن ها را محاسبه می کند که به عنوان مبنا در نظر گرفته می شود. مراحل انجام تجزیه به شرح زیر است:



- تهیه محلول‌های استاندارد بر حسب ppm نظیر ۱ و ۱۰ و ۵۰ و ۱۰۰ ppm از عناصر مورد اندازه‌گیری
- انتخاب عناصر و تعیین طول موج مناسب و ثبت کردن آن‌ها
- تعیین شرایط نظیر تعداد دفعات تکرار و قرائت نمونه
- تعیین زمان شستشو بر اساس زمان مورد نیاز برای رسیدن محلول استاندارد یا نمونه به محیط پلاسما و شروع تجزیه بعد از آن
- تعیین محدوده واسنجی دستگاه بر اساس محلول‌های استاندارد ساخته شده
- قرائت نمونه‌های استاندارد به منظور ثبت شدت‌ها و رسم منحنی واسنجی
- تجزیه نمونه‌های مجهول (پس از اندازه‌گیری ۴ نمونه مجهول، یک استاندارد برای کنترل دستگاه باید قرائت شود)

۷-۳-۷- محاسبات

با توجه به شدت ثبت شده با دستگاه درصد عنصر از رابطه ۷-۱ تعیین می‌شود.

۷-۳-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای دستگاه ICP-OES امکان اندازه‌گیری هم‌زمان چندین عنصر و حساسیت بسیار بالای این روش به دلیل دمای بالای پلاسما است که امکان نشر طیف عناصر را آسان می‌کند. از محدودیت‌های این روش وجود تداخل و همپوشانی‌های طیفی است.





خواننده گرامی

امور نظام فنی و اجرایی سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور، با گذشت بیش از چهل سال فعالیت تحقیقاتی و مطالعاتی خود، افزون بر ششصد عنوان ضابطه تخصصی- فنی، در قالب آیین‌نامه، معیار، دستورالعمل، مشخصات فنی عمومی، نشریه و مقاله، به صورت تالیف و ترجمه، تهیه و ابلاغ کرده است. ضابطه حاضر در راستای موارد یاد شده تهیه شده، تا در راه نیل به توسعه و گسترش علوم در کشور و بهبود فعالیت‌های عمرانی به کار برده شود. فهرست ضوابط منتشر شده در پایگاه اطلاع‌رسانی nezamfanni.ir قابل دسترسی می‌باشد.

امور نظام فنی و اجرایی



Islamic Republic of Iran
Management and Planning Organization

Instruction for Preparation and Analysis of Iron Ore

No. 652

Office of Deputy for Strategic Supervision
Department of Technical and Executive Affairs

nezamfanni.ir

Ministry of Industry, Mine and Trade
Deputy of Mine Affairs and Mineral
Industries
Office for Mining Supervision and
Exploitation

<http://mimt.gov.ir>



این نشریه

روش‌های تجزیه شیمیایی کمی متداول برای تعیین غلظت عناصر مفید و مزاحم در کانسنگ آهن را ارائه می‌کند. این روش‌ها شامل دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت آهن کل، آهن دو ظرفیتی، گوگرد، فسفر و ترکیباتی نظیر SiO_2 ، CaO ، MgO ، Al_2O_3 و TiO_2 به همراه مراحل آماده‌سازی، تجزیه، محاسبات، مزایا و محدودیت‌های هر روش است.

