

جمهوری اسلامی ایران  
سازمان برنامه و بودجه کشور

# دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری غلظت فلزات پایه (مس، روی و سرب)

ضابطه شماره ۷۲۷

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

[www.mimt.gov.ir](http://www.mimt.gov.ir)

سازمان برنامه و بودجه کشور  
معاونت فنی و توسعه امور زیربنایی  
امور نظام فنی و اجرایی

[nezamfanni.ir](http://nezamfanni.ir)

۱۳۹۶



[omoorepeyman.ir](http://omoorepeyman.ir)

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                                          |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| شماره: ۹۶/۱۶۰۲۱۸۵                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | بخشنامه به دستگاه‌های اجرایی، مهندسان مشاور و پیمانکاران |
| تاریخ: ۱۳۹۶/۱۰/۰۹                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                          |
| موضوع: دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری غلظت فلزات پایه (مس، روی و سرب)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |                                                          |
| <p>             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/ت/۳۳۴۹۷-هـ مورخ ۱۳۸۵/۴/۲۰ هیأت محترم وزیران)، به پیوست ضابطه شماره ۷۲۷ امور نظام فنی و اجرایی، با عنوان «دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری غلظت فلزات پایه (مس، روی و سرب)» از نوع گروه سوم ابلاغ می‌شود.         </p> <p>             رعایت مفاد این ضابطه در صورت نداشتن ضوابط بهتر، از تاریخ ۱۳۹۷/۰۴/۰۱ الزامی است.         </p> <p>             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.         </p> <div style="text-align: center; margin-top: 50px;">  <p>محمد باقر نوبخت</p> </div> |                                                          |



## اصلاح مدارک فنی

### خواننده گرامی:

امور نظام فنی و اجرایی سازمان برنامه و بودجه 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 این رو، 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 صفی علیشاه، سازمان برنامه و بودجه کشور، امور نظام

فنی و اجرایی، مرکز تلفن ۳۳۲۷۱

Email: nezamfanni@mporg.ir

web: nezamfanni.ir



## 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 اجرایی کشور وظیفه تهیه و تدوین ضوابط و معیارهای فنی طرح‌های توسعه‌ای کشور را به عهده دارد.

عناصر سرب، روی و مس از فلزات پایه هستند که باید ویژگی‌های عیاری و نوع فازهای آن (اکسیدی یا سولفیدی) به طور دقیق مشخص شود. علاوه بر غلظت عنصر هدف، عناصر هم‌پارانش، محصولات جانبی و عناصر مزاحم نیز باید اندازه‌گیری شوند. این ضابطه با عنوان **"دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری غلظت فلزات پایه (مس، روی و سرب)"**، در راستای اهداف وزارت صنعت، معدن و تجارت و در چارچوب برنامه تهیه ضوابط و معیارهای معدن تهیه شده است که روش‌های متداول تعیین غلظت فلزات پایه را ارایه می‌کند. آماده‌سازی، تجزیه شیمیایی، محاسبات، حدود غلظت اندازه‌گیری به همراه مزایا و محدودیت‌های هر روش توضیح داده شده است.

با همه‌ی تلاش‌های انجام شده قطعا هنوز کاستی‌هایی در متن موجود است که امید است، کاربرد عملی و در سطح وسیع این ضابطه توسط مهندسان موجبات شناسایی و برطرف نمودن آن‌ها را فراهم آورد. در پایان، از تلاش‌ها 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، کارشناسان دفتر نظارت و بهره‌برداری معادن و متخصصان همکار در امر تهیه و نهایی نمودن این ضابطه، تشکر و قدردانی می‌نماید. امید است شاهد توفیق روزافزون همه‌ی این بزرگواران در خدمت به مردم شریف ایران اسلامی باشیم.

حمیدرضا عدل

معاون فنی، امور زیربنایی و تولیدی

آذر ماه ۱۳۹۶



## مجری طرح

جعفر سرقینی معاون امور معادن و صنایع معدنی - وزارت صنعت، معدن و تجارت

## اعضای شورای عالی به ترتیب حروف الفبا

|                   |                                                                      |
|-------------------|----------------------------------------------------------------------|
| فرزانه آقارضانعلی | کارشناس ارشد مهندسی صنایع - سازمان برنامه و بودجه کشور               |
| عباسعلی ایروانی   | کارشناس ارشد مدیریت کارآفرینی (کسب و کار) - وزارت صنعت، معدن و تجارت |
| بهروز برنا        | کارشناس مهندسی معدن - سازمان زمین شناسی و اکتشافات معدنی کشور        |
| محمد پریزادی      | کارشناس ارشد مهندسی معدن - سازمان برنامه و بودجه کشور                |
| عبدالعلی حقیقی    | کارشناس ارشد زمین شناسی                                              |
| جعفر سرقینی       | دکترای مهندسی فرآوری مواد معدنی - وزارت صنعت، معدن و تجارت           |
| علیرضا غیاثوند    | کارشناس ارشد زمین شناسی اقتصادی - وزارت صنعت، معدن و تجارت           |
| حسن مدنی          | کارشناس ارشد مهندسی معدن - دانشگاه صنعتی امیرکبیر                    |
| هرمز ناصرینیا     | کارشناس ارشد مهندسی معدن - سازمان نظام مهندسی معدن                   |

## اعضای کارگروه اکتشاف به ترتیب حروف الفبا

|                         |                                                               |
|-------------------------|---------------------------------------------------------------|
| بهروز برنا              | کارشناس مهندسی معدن - سازمان زمین شناسی و اکتشافات معدنی کشور |
| سیدمحمدحسین رضوی        | دکترای پترولوژی - دانشگاه خوارزمی                             |
| محمد پریزادی            | کارشناس ارشد مهندسی معدن - سازمان برنامه و بودجه کشور         |
| نعمت‌الله رشیدنژادعمران | دکترای پترولوژی - دانشگاه تربیت مدرس                          |
| بهزاد مهربابی           | دکترای زمین شناسی اقتصادی - دانشگاه خوارزمی                   |

## اعضای کارگروه تنظیم و تدوین به ترتیب حروف الفبا

|                 |                                                            |
|-----------------|------------------------------------------------------------|
| علی اصغر خدیاری | دکترای مدیریت صنعتی - دانشگاه تهران                        |
| بهرام رضایی     | دکترای مهندسی فرآوری مواد معدنی - دانشگاه صنعتی امیرکبیر   |
| علیرضا غیاثوند  | کارشناس ارشد زمین شناسی اقتصادی - وزارت صنعت، معدن و تجارت |
| حسن مدنی        | کارشناس ارشد مهندسی معدن - دانشگاه صنعتی امیرکبیر          |
| بهزاد مهربابی   | دکترای زمین شناسی اقتصادی - دانشگاه خوارزمی                |

## اعضای گروه هدایت و راهبری پروژه

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

پیش نویس 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

| عنوان                                                                                                         | صفحه     |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------|
| <b>فصل اول - کلیات</b>                                                                                        | <b>۱</b> |
| ۱-۱- آشنایی.....                                                                                              | ۳        |
| ۲-۱- تعاریف و مفاهیم.....                                                                                     | ۳        |
| ۳-۱- روش های متداول در تجزیه شیمیایی نمونه های اکتشافی فلزات پایه.....                                        | ۵        |
| <b>فصل دوم- دستورالعمل اندازه گیری غلظت مس</b>                                                                | <b>۷</b> |
| ۱-۲- آشنایی.....                                                                                              | ۹        |
| ۲-۲- دستورالعمل اندازه گیری غلظت عنصر مس به روش انحلال در تیزاب سلطانی با استفاده از دستگاه ICP-OES....       | ۹        |
| ۱-۲-۲- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....                                                                      | ۹        |
| ۲-۲-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز.....                                                                            | ۹        |
| ۳-۲-۲- تجهیزات دستگاهی.....                                                                                   | ۹        |
| ۴-۲-۲- ویژگی های نمونه.....                                                                                   | ۹        |
| ۵-۲-۲- آماده سازی نمونه.....                                                                                  | ۱۰       |
| ۶-۲-۲- روش کار با دستگاه ICP-OES.....                                                                         | ۱۰       |
| ۷-۲-۲- محاسبات.....                                                                                           | ۱۱       |
| ۸-۲-۲- مزایا و محدودیت ها.....                                                                                | ۱۱       |
| ۳-۲- دستورالعمل اندازه گیری غلظت عنصر مس به روش انحلال مستقیم در چهار اسید با استفاده از دستگاه جذب اتمی..... | ۱۱       |
| ۱-۳-۲- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....                                                                      | ۱۱       |
| ۲-۳-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز.....                                                                            | ۱۲       |
| ۳-۳-۲- تجهیزات دستگاهی.....                                                                                   | ۱۲       |
| ۴-۳-۲- ویژگی های نمونه.....                                                                                   | ۱۲       |
| ۵-۳-۲- آماده سازی نمونه.....                                                                                  | ۱۲       |
| ۶-۳-۲- روش کار با دستگاه جذب اتمی.....                                                                        | ۱۲       |
| ۷-۳-۲- محاسبات.....                                                                                           | ۱۳       |
| ۸-۳-۲- مزایا و محدودیت ها.....                                                                                | ۱۳       |
| ۴-۲- دستورالعمل اندازه گیری غلظت عنصر مس به روش تیتراسیون مستقیم.....                                         | ۱۳       |
| ۱-۴-۲- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....                                                                      | ۱۳       |
| ۲-۴-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز.....                                                                            | ۱۴       |
| ۳-۴-۲- تجهیزات دستگاهی.....                                                                                   | ۱۴       |
| ۴-۴-۲- ویژگی های نمونه.....                                                                                   | ۱۴       |
| ۵-۴-۲- آماده سازی نمونه.....                                                                                  | ۱۴       |
| ۶-۴-۲- محاسبات.....                                                                                           | ۱۵       |



|    |                                                                                                                      |
|----|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ۱۵ | ..... مزایا و محدودیت‌ها.....۷-۴-۲                                                                                   |
| ۱۷ | <b>فصل سوم- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت روی</b>                                                                      |
| ۱۹ | .....۱-۳-آشنایی.....                                                                                                 |
| ۱۹ | .....۲-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر روی به روش انحلال مستقیم در نیتریک اسید با استفاده از دستگاه ICP-OES..... |
| ۱۹ | .....۱-۲-۳- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....                                                                        |
| ۱۹ | .....۲-۲-۳- مواد شیمیایی مورد نیاز.....                                                                              |
| ۱۹ | .....۳-۲-۳- تجهیزات دستگاهی.....                                                                                     |
| ۱۹ | .....۴-۲-۳- ویژگی‌های نمونه.....                                                                                     |
| ۱۹ | .....۵-۲-۳- آماده‌سازی نمونه.....                                                                                    |
| ۲۰ | .....۶-۲-۳- روش کار با دستگاه ICP-OES.....                                                                           |
| ۲۰ | .....۷-۲-۳- محاسبات.....                                                                                             |
| ۲۱ | .....۸-۲-۳- مزایا و محدودیت‌ها.....                                                                                  |
| ۲۱ | .....۳-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر روی به روش انحلال مستقیم در چهار اسید با دستگاه جذب اتمی.....             |
| ۲۱ | .....۱-۳-۳- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....                                                                        |
| ۲۱ | .....۲-۳-۳- مواد مورد نیاز.....                                                                                      |
| ۲۱ | .....۳-۳-۳- تجهیزات دستگاهی.....                                                                                     |
| ۲۲ | .....۴-۳-۳- ویژگی‌های نمونه.....                                                                                     |
| ۲۲ | .....۵-۳-۳- آماده‌سازی نمونه.....                                                                                    |
| ۲۲ | .....۶-۳-۳- روش کار با دستگاه جذب اتمی.....                                                                          |
| ۲۲ | .....۷-۳-۳- محاسبات.....                                                                                             |
| ۲۳ | .....۸-۳-۳- مزایا و محدودیت‌ها.....                                                                                  |
| ۲۳ | .....۴-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری عنصر روی به روش تیتراسیون مستقیم.....                                               |
| ۲۳ | .....۱-۴-۳- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....                                                                        |
| ۲۳ | .....۲-۴-۳- مواد شیمیایی مورد نیاز.....                                                                              |
| ۲۴ | .....۳-۴-۳- تجهیزات دستگاهی.....                                                                                     |
| ۲۴ | .....۴-۴-۳- ویژگی‌های نمونه.....                                                                                     |
| ۲۴ | .....۵-۴-۳- آماده‌سازی نمونه.....                                                                                    |
| ۲۴ | .....۶-۴-۳- روش کار.....                                                                                             |
| ۲۴ | .....۷-۴-۳- محاسبات.....                                                                                             |
| ۲۵ | .....۸-۴-۳- مزایا و محدودیت‌ها.....                                                                                  |
| ۲۷ | <b>فصل چهارم- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت سرب</b>                                                                    |
| ۲۹ | .....۱-۴-آشنایی.....                                                                                                 |
| ۲۹ | .....۲-۴- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر سرب به روش انحلال مستقیم در نیتریک اسید با استفاده از دستگاه ICP-OES..... |
| ۲۹ | .....۱-۲-۴- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....                                                                        |



|    |                                                                                                          |
|----|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ۲۹ | .....۲-۲-۴- مواد شیمیایی مورد نیاز.....                                                                  |
| ۲۹ | .....۳-۲-۴- تجهیزات دستگاهی.....                                                                         |
| ۲۹ | .....۴-۲-۴- ویژگی‌های نمونه.....                                                                         |
| ۲۹ | .....۵-۲-۴- آماده‌سازی نمونه.....                                                                        |
| ۳۰ | .....۶-۲-۴- روش کار با دستگاه ICP-OES.....                                                               |
| ۳۰ | .....۷-۲-۴- محاسبات.....                                                                                 |
| ۳۱ | .....۸-۲-۴- مزایا و محدودیت‌ها.....                                                                      |
| ۳۱ | .....۳-۴- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر سرب به روش انحلال مستقیم در چهار اسید با دستگاه جذب اتمی..... |
| ۳۱ | .....۱-۳-۴- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....                                                            |
| ۳۱ | .....۲-۳-۴- مواد مورد نیاز.....                                                                          |
| ۳۱ | .....۳-۳-۴- تجهیزات دستگاهی.....                                                                         |
| ۳۱ | .....۴-۳-۴- ویژگی‌های نمونه.....                                                                         |
| ۳۲ | .....۵-۳-۴- آماده‌سازی نمونه.....                                                                        |
| ۳۲ | .....۶-۳-۴- روش کار با دستگاه جذب اتمی.....                                                              |
| ۳۲ | .....۷-۳-۴- محاسبات.....                                                                                 |
| ۳۳ | .....۸-۳-۴- مزایا و محدودیت‌ها.....                                                                      |
| ۳۳ | .....۴-۴- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر سرب به روش تیتراسیون مستقیم.....                              |
| ۳۳ | .....۱-۴-۴- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز.....                                                            |
| ۳۳ | .....۲-۴-۴- مواد مورد نیاز.....                                                                          |
| ۳۴ | .....۳-۴-۴- تجهیزات دستگاهی.....                                                                         |
| ۳۴ | .....۴-۴-۴- ویژگی‌های نمونه.....                                                                         |
| ۳۴ | .....۵-۴-۴- آماده‌سازی نمونه.....                                                                        |
| ۳۴ | .....۶-۴-۴- روش کار.....                                                                                 |
| ۳۴ | .....۷-۴-۴- محاسبات.....                                                                                 |
| ۳۵ | .....۸-۴-۴- مزایا و محدودیت‌ها.....                                                                      |



# فصل ۱

---

## کلیات



## ۱-۱- آشنایی

تجزیه شیمیایی نمونه‌های معدنی بسته به دقت و صحت مورد نیاز، ترکیب کانی‌شناسی و غلظت آن‌ها با روش‌های متنوعی که در آن‌ها دامنه وسیعی از پدیده‌های فیزیکی به کار می‌رود، انجام می‌گیرد. در کلیه روش‌های تجزیه، عناصر تحریک می‌شوند و از خود سیگنال مشخصه منحصر به فرد ساطع می‌کنند. بنابراین، هدف، اندازه‌گیری یک سیگنال فیزیکی است که مرتبط با غلظت یک عنصر از اجزای نمونه است. این سیگنال همیشه همراه با زمینه<sup>۱</sup> است که جزو جدایی‌ناپذیر هر سیگنال محسوب می‌شود. پایین‌ترین غلظتی از عناصر که به طور رضایت‌بخشی 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<sup>۲</sup> و تغییر حساسیت تجزیه شود. در همه روش‌ها اثرات فیزیکی و دستگاهی نامطلوبی وجود دارد که نتیجه تجزیه را تحت تاثیر قرار می‌دهند. بنابراین، برای اطمینان از دقت و صحت تجزیه‌های شیمیایی باید از نمونه‌های تکراری و مرجع<sup>۳</sup> استفاده کرد. تعاریف و مفاهیم بنیادی زیر برای یکسان‌سازی برداشت از مراحل و نتایج تجزیه شیمیایی توسط متخصصان شیمی تجزیه و کاربران برای انجام مطلوب تجزیه‌های شیمیایی باید مورد توجه قرار گیرد.

## ۱-۲- تعاریف و مفاهیم

**سیگنال<sup>۴</sup>:** 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.

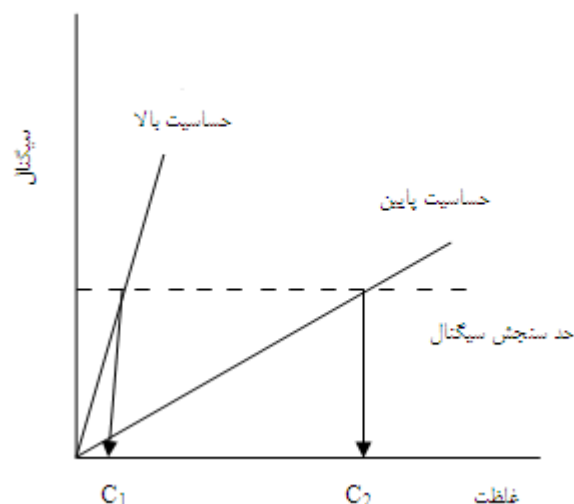
**زمینه:** هر سیگنال تجزیه‌ای دارای بخشی به عنوان زمینه است که اطلاعات تجزیه‌ای سودمند ندارد. زمینه دارای دو منبع طبیعی و دستگاهی است.

**حد تشخیص<sup>۵</sup>:** 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.

**حساسیت<sup>۶</sup>:** 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.

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





شکل ۱-۱- نمودار غلظت در برابر شدت سیگنال که نشان دهنده ویژگی های روش های دارای حساسیت بالا و پایین است.

**اریبی (بایاس):**<sup>۱</sup> 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:**<sup>۲</sup> دقت معرف تکرارپذیری نتایج یک اندازه گیری و صحت معرف میزان نزدیکی نتایج تجزیه به مقدار واقعی است.

**نمونه مرجع:** نمونه ای است که به کمک آن می توان صحت یک اندازه گیری را مورد ارزیابی قرار داد. نمونه مرجع شامل سنگ های پودر شده سیلیکاته و یا معدنی هستند که به صورت کاملاً یکنواخت در آمده اند و با روش های متفاوت و در آزمایشگاه های مختلفی در سطح دنیا تجزیه شده اند و سپس برای محاسبه مقدار واقعی تمامی نتایج مورد تجزیه و تحلیل آماری قرار گرفته اند. نمونه مرجع با استاندارد متفاوت است.

**استاندارد:** استانداردها نمونه هایی هستند که برای واسنجی (کالیبراسیون) دستگاه ها مورد استفاده قرار می گیرند و ممکن است شامل نمونه های مرجع و یا نمونه هایی باشند که از معرف های شیمیایی با خلوص بسیار بالا تهیه شوند.

**تجزیه و تعیین غلظت:** نمونه ها مورد تجزیه قرار می گیرند ولی غلظت عناصر در یک نمونه تعیین می شود.

**تداخل:**<sup>۳</sup> غیرخطی شدن سیگنال تجزیه ای است که مقدار این غیرخطی بودن به غلظت سایر ترکیبات موجود در نمونه بستگی دارد.

1- Bias

2- Precision and accuracy

3- Interference



**اثر زمینه<sup>۱</sup>:** تداخل ناشی از ترکیب یا ساختار کانی‌شناسی زمینه (ماتریکس) در اندازه‌گیری غلظت عناصری که در نمونه مورد تجزیه قرار می‌گیرند.

**استوکیومتری<sup>۲</sup>:** 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<sup>۳</sup>:** 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<sup>۴</sup>:** مقدار نمونه‌ای که توزین و برای تجزیه مورد استفاده قرار می‌گیرد (به عنوان مثال ۲۵۰ میلی‌گرم).

**همگنی<sup>۵</sup>:** 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 شود و سپس مورد تجزیه قرار گیرد.

### ۱-۳- روش‌های متداول در تجزیه شیمیایی نمونه‌های اکتشافی فلزات پایه

تجزیه شیمیایی نمونه‌های اکتشافی برای تعیین غلظت فلزات پایه بر اساس دستورالعمل‌های زیر در این نشریه ارائه می‌شود:

- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر مس به روش انحلال مستقیم در تیزاب سلطانی با استفاده از دستگاه ICP-OES<sup>۶</sup>
- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر مس به روش انحلال مستقیم در چهار اسید<sup>۷</sup> با استفاده از دستگاه جذب اتمی
- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر مس به روش تیتراسیون
- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر روی به روش انحلال مستقیم در نیتریک اسید با استفاده از دستگاه ICP-OES
- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر روی به روش انحلال مستقیم در چهار اسید با استفاده از دستگاه جذب اتمی
- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر روی به روش تیتراسیون
- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر سرب به روش انحلال مستقیم در نیتریک اسید با استفاده از دستگاه ICP-OES
- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر سرب به روش انحلال مستقیم در چهار اسید با استفاده از دستگاه جذب اتمی
- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر سرب به روش تیتراسیون

1- Matrix effect

2- Stoichiometry

3- Blank

4- Aliquot

5- Homogeneity

6- Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

۷- منظور از انحلال چهار اسید، استفاده از فلوریدریک اسید، نیتریک اسید، پرکلریت اسید و کلریدریک اسید است.



## فصل ۲

---

---

### دستور العمل اندازه‌گیری

### غلظت مس



## ۱-۲-۱- آشنایی

در نمونه‌های معدنی، غالباً عنصر مس در غلظت و ترکیب کانی‌شناسی متفاوت یافت می‌شود که برای اندازه‌گیری غلظت آن در نمونه‌ها باید از روش‌هایی استفاده شود که قادر به تعیین این مقدار در نمونه باشند. در این فصل روش‌های اندازه‌گیری عنصر مس ارایه شده است.

## ۲-۲-۱- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر مس به روش انحلال در تیزاب سلطانی با استفاده از

### دستگاه ICP-OES

هدف، اندازه‌گیری غلظت مس موجود در نمونه‌های قابل حل در تیزاب سلطانی با استفاده از دستگاه ICP-OES است.

### ۱-۲-۲- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- بشر تفلونی ۱۵۰ میلی‌لیتر
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه با حجم ۵۰ و ۱۰۰ میلی‌لیتر کلاس A
- پیپت‌های ۵، ۲۰، ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی‌لیتر کلاس A
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- لرزاننده (شیکر)

### ۲-۲-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ( $\rho = 1.18 \frac{gr}{cm^3}$ )
- هیدروفلوریدریک اسید غلیظ ۴۰ درصد ( $\rho = 1.15 \frac{gr}{cm^3}$ )
- پرکلریک اسید غلیظ ۷۰ درصد ( $\rho = 1.67 \frac{gr}{cm^3}$ )
- نیتریک اسید غلیظ ۶۵ درصد ( $\rho = 1.51 \frac{gr}{cm^3}$ )
- سولفوریک اسید ۹۸ درصد

### ۳-۲-۲- تجهیزات دستگاهی

دستگاه ICP-OES

### ۴-۲-۲- ویژگی‌های نمونه

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



## ۲-۲-۵- 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 یک گرم افزایش داد. بشرهای تفلونی باید قبلاً یک بار با آب معمولی و سپس با آب مقطر شسته شده باشند. به کمک مقدار کمی آب مقطر نمونه ها مرطوب شوند تا در هنگام افزودن تیازاب سلطانی در صورت وجود ترکیبات کربناتی از پاشیدن نمونه به بیرون جلوگیری شود. سپس مقدار ۱۵ میلی لیتر تیازاب سلطانی (۳ قسمت هیدروکلریدریک و یک قسمت نیتریک اسید) به بشر اضافه شده و نمونه ها بر روی هیتر در دمای تقریبی ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار داده شود تا انحلال انجام گیرد و حجم محلول به نصف کاهش یابد. بسته به انحلال نمونه این فرآیند حداقل ۲ ساعت طول می کشد. برای انحلال کامل ۲ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید مجدداً به نمونه اضافه شود تا انحلال کامل شود. پس از این مراحل نمونه ها در دمای اتاق به مدت حدود ۲۰ دقیقه خنک شوند.

در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه ICP-OES تجزیه کرد. برای تصحیح اثر آلودگی یا تشخیص نبود عناصر مورد اندازه گیری در مواد شیمیایی به ویژه اسیدها، باید همراه نمونه های مجهول دو نمونه پوچ آماده سازی و تجزیه شود.

پس از تعیین میزان مس که همان میزان مس کل است مجدداً مقدار یک گرم از نمونه با ترازوی دقیق توزین و در داخل بشر ۱۰۰ میلی لیتر حاوی ۳۰ میلی لیتر سولفوریک اسید ۵ درصد وزنی ریخته شود و به مدت یک ساعت بر روی لرزاننده قرار گیرد و پس از سپری شدن زمان یاد شده نمونه در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم رسانده شده و مجدداً غلظت مس اندازه گیری شود. با این روش غلظت مس اکسیدی نیز به دست می آید. در پایان با کسر کردن غلظت مس اکسیدی از مقدار مس کل، غلظت مس سولفیدی به دست می آید.

## ۲-۲-۶- 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 همزمان، انتخاب طول موج مناسب برای اندازه گیری ها بسیار مهم است. برای آماده سازی محلول های استاندارد 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 محلول های استاندارد ۱، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی گرم در لیتر برای عناصر مورد اندازه گیری
- انتخاب عناصر و تعیین طول موج مناسب و ثبت آن ها
- تعیین شرایط تجزیه مانند 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 محلول های استاندارد آماده شده
- قرائت نمونه های استاندارد برای ثبت شدت ها و رسم منحنی واسنجی
- تجزیه نمونه های مجهول (پس از اندازه گیری چهار نمونه مجهول، یک استاندارد برای کنترل دستگاه باید قرائت شود).

## ۷-۲-۲- محاسبات

با توجه به شدت ثبت شده با دستگاه، غلظت عنصر از رابطه ۱-۲ تعیین می‌شود.

$$W_M = (P_1 - P_0) f v / w \quad (۱-۲)$$

که در آن:

$W_M$  غلظت عنصر در نمونه (ppm)

$P_1$  غلظت عنصر (ppm در محلول)

$P_0$  غلظت عنصر (ppm در نمونه پوچ)

$f$  فاکتور رقت

$v$  حجم (میلی لیتر)

$w$  وزن نمونه (گرم)

## ۸-۲-۲- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش سرعت در آماده‌سازی و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES و همچنین امکان اندازه‌گیری هم‌زمان چندین عنصر دیگر به همراه اندازه‌گیری عنصر مس است. 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 عناصر دیگر و ایجاد مزاحمت در اندازه‌گیری غلظت عنصر مس است.

## ۳-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر مس به روش انحلال مستقیم در چهار اسید با استفاده از دستگاه جذب اتمی

هدف، اندازه‌گیری غلظت عنصر مس موجود در نمونه‌های قابل حل در چهار اسید و با استفاده از دستگاه جذب اتمی است.

## ۱-۳-۲- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- بشر تفلونی ۱۵۰ میلی لیتر
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد
- بالن ژوژه با حجم ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتر کلاس A
- پیپت‌های ۵، ۲۰، ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتر کلاس A
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- لرزاننده (شیکر)



### ۲-۳-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ( $\rho = 1.18 \frac{gr}{cm^3}$ )
- هیدروفلوریدریک اسید غلیظ ۴۰ درصد ( $\rho = 1.15 \frac{gr}{cm^3}$ )
- پرکلریک اسید غلیظ ۷۰ درصد ( $\rho = 1.67 \frac{gr}{cm^3}$ )
- نیتریک اسید غلیظ ۶۵ درصد ( $\rho = 1.51 \frac{gr}{cm^3}$ )
- سولفوریک اسید ۹۸ درصد

### ۲-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه جذب اتمی

### ۲-۳-۴- ویژگی های نمونه

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

### ۲-۳-۵- آماده سازی نمونه

مقدار یک گرم نمونه با ترازوی چهار رقم اعشار توزین و به بشر تفلونی انتقال داده شود. ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ و ۱۰ میلی لیتر هیدروفلوریدریک اسید غلیظ به ظرف اضافه شود. بشر به مدت ۶۰ دقیقه بر روی هیتر با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار داده شود تا فرآیند انحلال انجام گیرد و به تدریج حجم آن کاهش یابد. بعد از آن ۱۶ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ و ۴ میلی لیتر پرکلریک اسید غلیظ اضافه شده و محلول حرارت داده شود تا حجم محلول داخل بشر کاهش یابد. در ادامه مقدار ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ به نمونه اضافه شده و کمی حرارت داده شود تا انحلال به طور کامل انجام گیرد. در پایان باید نمونه در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم رسانده شده و با دستگاه جذب اتمی تجزیه شود. برای تصحیح اثر آلودگی یا تشخیص نبود عناصر مورد اندازه گیری در مواد شیمیایی به ویژه اسیدها، باید همراه نمونه های مجهول دو نمونه پوچ آماده سازی و تجزیه شود. پس از تعیین غلظت مس که همان غلظت مس کل است مجدداً مقدار یک گرم از نمونه با ترازوی دقیق توزین و در داخل بشر ۱۰۰ میلی لیتر حاوی ۳۰ میلی لیتر سولفوریک اسید ۵ درصد وزنی ریخته شده و به مدت یک ساعت بر روی لرزاننده قرار داده شود و پس از سپری شدن زمان یاد شده نمونه در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم رسانده شده و مجدداً غلظت مس اندازه گیری شود. با این روش میزان مس اکسیدی نیز به دست می آید. در پایان مقدار مس اکسیدی از مس کل کسر شود تا غلظت مس سولفیدی به دست آید.

### ۲-۳-۶- روش کار با دستگاه جذب اتمی

- با استفاده از محلول های استاندارد ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر، محلول های استاندارد از عناصر مورد نیاز برای واسنجی آماده شود (به عنوان مثال استانداردهای ۱، ۲، ۵ و ۱۰ میلی گرم در لیتر).



- برای تصحیح اثر زمینه (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 (مس) 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 آماده شده، منحنی واسنجی رسم شود.
- بعد از رسم منحنی واسنجی نمونه‌های مجهول تجزیه شوند.

### ۲-۳-۷- محاسبات

با توجه به شدت ثبت شده با دستگاه غلظت عنصر از رابطه ۱-۲ تعیین می‌شود.

$$W_M = (P_1 - P_0)fv/w$$

که در آن:

$W_M$  غلظت عنصر در نمونه (ppm)

$P_1$  غلظت عنصر (ppm در محلول)

$P_0$  غلظت عنصر (ppm در نمونه پوچ)

$f$  فاکتور رقت

$v$  حجم (میلی‌لیتر)

$w$  وزن نمونه (گرم)

### ۲-۳-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش سرعت بالا و صحت قابل قبول و همچنین اقتصادی بودن روش نسبت به روش‌های مشابه دیگر است. از محدودیت‌های این روش تکرارپذیری در حد متوسط نسبت به روش‌های مشابه و تک عنصری بودن روش است.

## ۲-۴- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر مس به روش تیتراسیون مستقیم

### ۲-۴-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- ارلن مایر ۵۰۰ میلی‌لیتر کلاس A
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- پیپت‌های ۵، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ میلی‌لیتر کلاس A



## ۲-۴-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ( $\rho = 1.18 \frac{gr}{cm^3}$ )
- معرف چسب نشاسته یک درصد
- محلول آمونیم هیدروژن دی فلوراید اشباع
- نیتریک اسید غلیظ ۶۵ درصد ( $\rho = 1.51 \frac{gr}{cm^3}$ )
- محلول ۰/۰۷۸ نرمال سدیم تیوسولفات
- مس خالص ۹۹/۹۹۹ درصد
- کاغذ pH سنج
- پتاسیم یدید (KI) با خلوص ۹۹ درصد

## ۲-۴-۳- تجهیزات دستگاهی

بورت اتوماتیک ۲۵ میلی لیتر کلاس A

## ۲-۴-۴- ویژگی های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت، کاملاً همگن و به صورت پودر ریزتر از ۶۰ میکرون باشد.

## ۲-۴-۵- آماده سازی نمونه

ابتدا ۰/۵ گرم نمونه در ارلن مایر ۵۰۰ میلی لیتر ریخته شده و مقدار ۱۵ میلی لیتر نیتریک اسید ۶۵ درصد به آن اضافه شود. نمونه روی هیتر با دمای ملایم قرار داده شده و تا مرحله خشک شدن حرارت داده شود تا رسوب کاملاً خشک شود. بعد از آن با افزودن ۲۰ میلی لیتر محلول تیزاب سلطانی (نسبت یک به ۳ نیتریک با هیدروکلریدریک اسید) مرحله حرارت دهی تا خشک شدن رسوب انجام شود. در انتها با ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید و آب مقطر رسوب از ته ظرف جدا و مجدداً حرارت داده شود تا رسوب به طور کامل حل شود.

پس از آن با گذشت زمان اجازه داده شود تا محلول سرد شده و با افزایش قطره قطره آمونیاک رقیق، رسوب قهوه ای رنگ هیدروکسید آهن مشاهده شود. پس از آن تا متصاعد شدن بوی آمونیاک افزایش قطره قطره ادامه یابد (هدف تنظیم pH محلول بین ۴ تا ۵ است که با کاغذ pH سنج کنترل شود).

محلول مجدداً برای چند دقیقه جوشانده شده و پس از سرد شدن محلول آمونیم هیدروژن دی فلوراید ( $NH_4H_2F_2$ ) به آن اضافه شود تا رسوب کاملاً حل شود. بعد از آن حدود ۱/۵ گرم پتاسیم یدید به محلول اضافه و پس از چند دقیقه محلول در مجاورت معرف چسب نشاسته با محلول تیوسولفات سدیم ۰/۰۷۸ نرمال تا ظهور رنگ شیرین و زایل شدن رنگ آبی تیترا شود.



## ۲-۴-۶- محاسبات

ابتدا مقدار  $۱۹/۳۵۸۱$  گرم سدیم تیوسولفات با ترازوی دقیق توزین و در بالن یک لیتری به حجم رسانده شود. سپس با مس خالص، ضریب محلول برای  $۰/۵$  گرم نمونه به دست آید. درصد مس موجود در نمونه برابر با حاصل ضرب حجم مصرفی در ضریب محلول است.

## ۲-۴-۷- مزایا و محدودیت‌ها

استفاده از این روش برای اندازه‌گیری غلظت مس کل در نمونه‌های اکتشافی، کانسنگ آهن و کنسانتره در محدوده غلظتی ۲ تا ۹۰ درصد وزنی مس مناسب است و از مزایای این روش دقت و صحت بسیار بالا برای غلظت‌های اشاره شده عنصر مس است. از محدودیت‌های این روش نیز می‌توان به تک عنصری بودن و نیاز به نیروی انسانی ماهر و زمان نسبتا بالا در مقایسه با روش‌های دیگر اشاره کرد.



## فصل ۳

---

### دستورالعمل اندازه‌گیری

### غلظت روی



### ۳-۱- آشنایی

در نمونه‌های معدنی، عنصر روی در غلظت‌های متفاوت گاه در حد درصد و گاه در حد گرم در تن و یا میلی‌گرم در تن و با ترکیب شیمیایی گوناگون یافت می‌شود که برای اندازه‌گیری غلظت آن باید از روش‌هایی استفاده شود که قادر به تعیین این مقادارها در نمونه باشند. در این فصل روش‌های اندازه‌گیری غلظت عنصر روی ارایه شده است.

### ۳-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر روی به روش انحلال مستقیم در نیتریک اسید با استفاده از دستگاه ICP-OES

هدف، اندازه‌گیری غلظت روی موجود در نمونه‌های قابل حل در نیتریک اسید و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES است.

#### ۳-۲-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- بشر تفلونی ۱۵۰ میلی‌لیتر
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه با حجم ۵۰ و ۱۰۰ میلی‌لیتر کلاس A
- پیپت‌های ۵، ۱۰، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ میلی‌لیتر کلاس A
- کیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

#### ۳-۲-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ( $\rho = 1.18 \frac{gr}{cm^3}$ )
- نیتریک اسید غلیظ ۶۵ درصد ( $\rho = 1.51 \frac{gr}{cm^3}$ )

#### ۳-۲-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه ICP-OES

#### ۳-۲-۴- ویژگی‌های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت، کاملاً همگن و به صورت پودر ریزتر از ۶۰ میکرون باشد.

#### ۳-۲-۵- 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 یک گرم افزایش داد. بشرهای تفلونی باید قبلاً یک بار با آب معمولی و سپس با آب مقطر شسته شده باشند. بعد از آن 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. پس از آن مقدار ۱۵ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ به بشر اضافه و نمونه ها بر روی هیتز در دمای تقریبی ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار داده شوند تا انحلال انجام گیرد و حجم محلول نمونه به نصف کاهش یابد. بسته به انحلال نمونه این فرآیند حداقل ۲ ساعت طول می کشد و برای اطمینان از انحلال کامل، ۲ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید مجدداً به نمونه اضافه شود. پس از این مراحل نمونه ها در دمای اتاق به مدت حدود ۲۰ دقیقه خنک شوند. در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه ICP-OES مورد تجزیه قرار داد. برای تصحیح اثر آلودگی یا تشخیص نبود عناصر مورد اندازه گیری در مواد شیمیایی به ویژه اسیدها، باید همراه نمونه های مجهول دو نمونه پوچ آماده سازی و تجزیه شود.

### ۳-۲-۶- 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 همزمان، انتخاب طول موج مناسب برای اندازه گیری ها بسیار مهم است. در هنگام آماده کردن 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 و به کمک نرم افزار میانگین آن ها را به عنوان مبنا در نظر گرفت. مراحل انجام تجزیه به شرح زیر است:

- تهیه محلول های استاندارد ۱، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی گرم در لیتر از عناصر مورد اندازه گیری
- انتخاب عناصر و تعیین طول موج مناسب و ثبت آن ها
- تعیین شرایط تجزیه مانند 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 محلول های استاندارد آماده شده
- قرائت نمونه های استاندارد برای ثبت شدت ها و رسم منحنی واسنجی
- تجزیه نمونه های مجهول (پس از اندازه گیری چهار نمونه مجهول، یک استاندارد برای کنترل دستگاه باید قرائت شود).

### ۳-۲-۷- محاسبات

با توجه به شدت ثبت شده با دستگاه غلظت عنصر از رابطه ۱-۲ تعیین می شود.

$$W_M = (P_1 - P_0)fv/w$$

که در آن:

$W_M$  غلظت عنصر در نمونه (ppm)

$P_1$  غلظت عنصر (ppm در محلول)

$P_0$  غلظت عنصر (ppm در نمونه پوچ)

$f$  فاکتور رقت

$v$  حجم (میلی لیتر)



W وزن نمونه (گرم)

### ۳-۲-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش سرعت در آماده‌سازی و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES و همچنین امکان اندازه‌گیری هم‌زمان چندین عنصر دیگر به همراه اندازه‌گیری عنصر روی 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 عناصر دیگر و ایجاد مزاحمت در اندازه‌گیری عنصر روی است.

### ۳-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر روی به روش انحلال مستقیم در چهار اسید با دستگاه جذب اتمی

هدف، اندازه‌گیری غلظت عنصر روی موجود در نمونه‌های قابل حل در چهار اسید و اندازه‌گیری با دستگاه جذب اتمی

#### ۳-۳-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- بشر تفلونی ۱۵۰ میلی‌لیتر
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه با حجم ۵۰ و ۱۰۰ میلی‌لیتر کلاس A
- پیت‌های ۵، ۱۰، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ میلی‌لیتر کلاس A
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- لرزاننده (شیکر)

#### ۳-۳-۲- مواد مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ( $\rho = 1.18 \frac{gr}{cm^3}$ )
- هیدروفلوریدریک اسید غلیظ ۴۰ درصد ( $\rho = 1.15 \frac{gr}{cm^3}$ )
- پرکلریک اسید غلیظ ۷۰ درصد ( $\rho = 1.67 \frac{gr}{cm^3}$ )
- نیتریک اسید غلیظ ۶۵ درصد ( $\rho = 1.51 \frac{gr}{cm^3}$ )

#### ۳-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه جذب اتمی



### ۳-۳-۴- ویژگی های نمونه

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

### ۳-۳-۵- آماده سازی نمونه

مقدار یک گرم نمونه با ترازوی چهار رقم اعشار توزین و به بشر تفلونی انتقال داده شود، سپس ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ و ۱۰ میلی لیتر هیدروفلوریدریک اسید غلیظ به ظرف اضافه شود. پس از آن بشر به مدت ۶۰ دقیقه بر روی هیتز با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد تا فرآیند انحلال انجام شود و تدریجاً حجم آن کاهش یابد. سپس ۱۶ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ و ۴ میلی لیتر پرکلریک اسید غلیظ اضافه و مجدداً حرارت داده شود تا حجم محلول داخل بشر کاهش یابد. در ادامه مقدار ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ به نمونه افزوده شده و تا انحلال کامل حرارت داده شود.

در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه جذب اتمی تجزیه کرد. برای تصحیح اثر آلودگی یا تشخیص نبود عناصر مورد اندازه گیری در مواد شیمیایی به ویژه اسیدها، باید همراه نمونه های مجهول دو نمونه پوچ آماده سازی و تجزیه شود.

برای اندازه گیری غلظت عنصر روی در محدوده غلظت های بالاتر از ۲ درصد وزن نمونه اولیه توزین شده باید از یک گرم کمتر باشد و تا حد ۰/۵ و یا ۰/۱ گرم کاهش یابد.

### ۳-۳-۶- روش کار با دستگاه جذب اتمی

- با استفاده از محلول های استاندارد ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر، محلول های استاندارد از روی برای واسنجی تهیه شود (به عنوان مثال استانداردهای ۱، ۲، ۵ و ۱۰ میلی گرم در لیتر).

- برای تصحیح اثر ماتریکس مقدار اسیدی که در حین آماده سازی به نمونه ها اضافه می شود به محلول های استاندارد و به نمونه پوچ اضافه شود.

- دستگاه روشن و لامپ ویژه روی 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 محلول های استاندارد آماده شده، منحنی واسنجی رسم شود.

- بعد از رسم منحنی واسنجی نمونه های مجهول تجزیه شوند.

### ۳-۳-۷- محاسبات

با توجه به شدت ثبت شده با دستگاه، غلظت عنصر از رابطه ۱-۲ تعیین می شود.

$$W_M = (P_1 - P_0)fv/w$$

که در آن:

$W_M$  غلظت عنصر در نمونه (ppm)



$P_1$  غلظت عنصر (ppm در محلول)

$P_0$  غلظت عنصر (ppm در نمونه پوچ)

$f$  فاکتور رقت

$V$  حجم (میلی لیتر)

$W$  وزن نمونه (گرم)

### ۳-۳-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش دقت و صحت بسیار بالا برای غلظت‌های در حد میلی گرم و میکروگرم در تن عنصر روی است. از محدودیت‌های این روش نیز می‌توان به هزینه و زمان نسبتاً بالا در مقایسه با روش‌های دیگر اشاره کرد.

### ۳-۴- دستورالعمل اندازه‌گیری عنصر روی به روش تیتراسیون مستقیم

هدف، اندازه‌گیری عنصر روی در کنسانتره روی به روش شیمی تر و با استفاده از تیتراسیون

#### ۳-۴-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- بشر تفلونی ۱۵۰ میلی لیتر
- بشر ۲۵۰ میلی لیتر
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه با حجم ۲۵۰ میلی لیتر کلاس A
- پیپت‌های ۵، ۱۰، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتر کلاس A
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- کاغذ صافی واتمن شماره ۳۰
- ارلن مایر ۱۰۰ میلی لیتر
- شیشه ساعت

#### ۳-۴-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ( $\rho = 1.18 \frac{gr}{cm^3}$ )
- سولفوریک اسید غلیظ ۹۸ درصد
- نیتریک اسید غلیظ ۶۵ درصد ( $\rho = 1.51 \frac{gr}{cm^3}$ )
- محلول ۰/۱ مولار EDTA<sup>۱</sup>



- کلرید آمونیم ۹۹ درصد

- گزینول اورانژ

- آمونیاک غلیظ

### ۳-۴-۳- تجهیزات دستگاهی

بورت خودکار ۲۵ میلی لیتر و یا ۵۰ میلی لیتر کلاس A

### ۳-۴-۴- ویژگی های نمونه

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

### ۳-۴-۵- آماده سازی نمونه

حدود ۰/۵ تا یک گرم از نمونه توزین و به بشر ۲۵۰ میلی لیتر منتقل شود. سپس ۲۰ میلی لیتر محلول تیزاب سلطانی به آن اضافه شود و روی هیتر حرارت داده شود تا حدی که نمونه خشک نشود. پس از سرد شدن بشر، ۵ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ به آن اضافه شود و بر روی هیتر با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد تا بخار سفید رنگ از آن خارج شود. حرارت تا حدی ادامه یابد که محلول کاملاً خشک نشود. پس از سرد شدن ۵۰ میلی لیتر آب مقطر به بشر اضافه و محلول روی کاغذ صافی صاف شود. در نهایت محلول زیر صافی تا دمای ۶۰ درجه سانتی گراد گرم شود و باید ۱۵ میلی لیتر کلرید آمونیم ۱۰ درصد به آن اضافه کرد و تا تشکیل هیدروکسید آهن، این عمل را ادامه داد و در انتها تا حد جوش حرارت داد. سپس رسوب حاصل صاف شده و با آب داغ شستشو شود و محلول عبور کرده از صافی در بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتر به حجم رسانده شود.

### ۳-۴-۶- روش کار

پس از آماده سازی استانداردها و نمونه ها ۵۰ میلی لیتر از هر یک از محلول ها به ارلن مایر ۱۰۰ میلی لیتر منتقل و سپس چند قطره معرف گزینول اورانژ به آن اضافه شود و با سولفوریک اسید رقیق (۱:۱) خنثی شود (pH = ۷ تا ۶/۵) در انتها با محلول EDTA ۰/۱ مولار تا تغییر رنگ معرف از بنفش به زرد روشن تیتراسیون ادامه یابد و حجم محلول مصرفی ثبت شود. برای تهیه معرف گزینول اورانژ باید ۰/۱ گرم از آن را توزین کرد و در بالن ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم رساند.

### ۳-۴-۷- محاسبات

محاسبات بر اساس رابطه ۳-۱ انجام می شود.

$$W_{Zn} = \frac{V_{EDTA} \times 0.6537 \times V}{V_1 \times W} \quad (۱-۳)$$

که در آن:

$V_{EDTA}$  حجم مصرفی EDTA

$V$  حجم اولیه



$V_1$  حجم برداشت شده

$W$  وزن نمونه

### ۳-۴-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش دقت و صحت بسیار بالا برای غلظت‌های بالای ۵ درصد عنصر روی است. از محدودیت‌های این روش نیز می‌توان به هزینه و زمان نسبتاً زیاد در مقایسه با روش‌های دیگر اشاره کرد.



# فصل ۴

---

## دستور العمل اندازه گیری

### غلظت سرب



#### ۴-۱- آشنایی

در نمونه‌های معدنی، عنصر سرب در غلظت‌های متفاوت گاه در حد درصد و گاه در حد گرم در تن و یا میلی گرم در تن یافت می‌شود که برای اندازه‌گیری غلظت آن در نمونه باید از روش‌هایی استفاده کرد که قادر به تعیین این مقدار در نمونه باشند.

#### ۴-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر سرب به روش انحلال مستقیم در نیتریک اسید با استفاده از دستگاه ICP-OES

هدف، اندازه‌گیری غلظت سرب موجود در نمونه قابل حل در نیتریک اسید و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES است.

##### ۴-۲-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- بشرتفلونی ۱۵۰ میلی لیتر
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه با حجم ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتر کلاس A
- پیت‌های ۵، ۱۰، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتر کلاس A
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

##### ۴-۲-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ( $\rho = 1.18 \frac{gr}{cm^3}$ )
- نیتریک اسید غلیظ ۶۵ درصد ( $\rho = 1.51 \frac{gr}{cm^3}$ )

##### ۴-۲-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه ICP-OES

##### ۴-۲-۴- ویژگی‌های نمونه

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

##### ۴-۲-۵- 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 یک 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. پس از آن مقدار ۱۵ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ به بشر اضافه شده

و نمونه‌ها بر روی هیتز در دمای تقریبی ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار گیرد تا انحلال کامل شود و حجم محلول نمونه به نصف کاهش یابد. بسته به انحلال نمونه این فرآیند حداقل ۲ ساعت یا بیشتر طول می‌کشد و برای اطمینان از انحلال کامل مقدار ۲ میلی‌لیتر هیدروکلریدریک اسید مجدداً به نمونه اضافه شود. پس از این مراحل نمونه‌ها در دمای اتاق به مدت حدود ۲۰ دقیقه خنک شوند. در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی‌لیتر با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه ICP-OES تجزیه کرد. برای تصحیح اثر آلودگی یا تشخیص نبود عناصر مورد اندازه‌گیری در مواد شیمیایی به ویژه اسیدها، باید همراه نمونه‌های مجهول دو نمونه پوچ آماده‌سازی و تجزیه شود.

#### ۴-۲-۶- روش کار با دستگاه ICP-OES

مهم‌ترین 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 اندازه‌گیری چند عنصر به صورت هم‌زمان، انتخاب طول موج مناسب برای اندازه‌گیری‌ها بسیار مهم است. در هنگام آماده‌سازی محلول‌های استاندارد برای واسنجی دستگاه نیز این نکته باید مورد توجه قرار گیرد. برای رفع این مشکل می‌توان چندین طول موج را انتخاب کرد که دستگاه به کمک نرم‌افزار میانگین آن‌ها را محاسبه کند و به عنوان مبنا در نظر گیرد. مراحل انجام تجزیه به شرح زیر است:

- تهیه محلول‌های استاندارد مانند ۱ و ۱۰ و ۵۰ و ۱۰۰ میلی‌گرم در لیتر از عناصر مورد اندازه‌گیری همراه با سرب
- انتخاب عناصر و تعیین طول موج مناسب و ثبت آن‌ها
- تعیین شرایط مانند 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 بعدی
- تعیین محدوده واسنجی دستگاه بر اساس محلول‌های استاندارد آماده 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).

#### ۴-۲-۷- محاسبات

با توجه به شدت ثبت شده با دستگاه غلظت عنصر از رابطه ۲-۱ تعیین می‌شود.

$$W_M = (P_1 - P_0)fv/w$$

که در آن:

$W_M$  غلظت عنصر در نمونه (ppm)

$P_1$  غلظت عنصر (ppm در محلول)

$P_0$  غلظت عنصر (ppm در نمونه پوچ)

$f$  فاکتور رقت

$v$  حجم (میلی‌لیتر)

$w$  وزن نمونه (گرم)



#### ۴-۲-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش سرعت در آماده‌سازی و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES و همچنین امکان اندازه‌گیری هم‌زمان چند عنصر دیگر به همراه اندازه‌گیری عنصر سرب 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 عناصر دیگر و ایجاد مزاحمت در اندازه‌گیری غلظت عنصر سرب است.

#### ۴-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر سرب به روش انحلال مستقیم در چهار اسید با دستگاه جذب اتمی

هدف، اندازه‌گیری غلظت سرب موجود در نمونه قابل حل در چهار اسید و اندازه‌گیری با دستگاه جذب اتمی

##### ۴-۳-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- بشر تفلونی ۱۵۰ میلی‌لیتر
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه با حجم ۵۰ و ۱۰۰ میلی‌لیتر کلاس A
- پیت‌های ۵، ۱۰، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ میلی‌لیتر کلاس A
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- لرزاننده (شیکر)

##### ۴-۳-۲- مواد مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ( $\rho = 1.18 \frac{gr}{cm^3}$ )
- هیدرو فلوریدریک اسید غلیظ ۴۰ درصد ( $\rho = 1.15 \frac{gr}{cm^3}$ )
- پرکلریک اسید غلیظ ۷۰ درصد ( $\rho = 1.67 \frac{gr}{cm^3}$ )
- نیتریک اسید غلیظ ۶۵ درصد ( $\rho = 1.51 \frac{gr}{cm^3}$ )

##### ۴-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه جذب اتمی

##### ۴-۳-۴- ویژگی‌های نمونه

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



### ۴-۳-۵- آماده سازی نمونه

مقدار یک گرم نمونه با ترازوی چهار رقم اعشار وزن شده و به بشر تفلونی انتقال داده شود. سپس ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ و ۱۰ میلی لیتر هیدروفلوریدریک اسید غلیظ به ظرف اضافه شود. پس از آن بشر به مدت ۶۰ دقیقه بر روی هیتز با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد تا فرآیند انحلال کامل شود و حجم محلول کاهش یابد. سپس ۱۶ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ و ۴ میلی لیتر پرکلریک اسید غلیظ اضافه کرد و مجدداً حرارت داد تا حجم محلول داخل بشر کمتر شود. در ادامه مقدار ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ به نمونه ها افزوده شده و تا انحلال کامل حرارت داده شود.

در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه جذب اتمی تجزیه کرد. برای تصحیح اثر آلودگی یا تشخیص نبود عناصر مورد اندازه گیری در مواد شیمیایی به ویژه اسیدها، باید همراه نمونه های مجهول دو نمونه پوچ آماده سازی و تجزیه قرار شود.

برای اندازه گیری غلظت عنصر سرب در محدوده غلظت های بالاتر از ۲ درصد وزن نمونه اولیه توزین شده باید از یک گرم کمتر باشد و تا حد ۰/۵ و یا ۰/۱ گرم کاهش یابد.

### ۴-۳-۶- روش کار با دستگاه جذب اتمی

- با استفاده از محلول های استاندارد ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر، محلول های استاندارد از سرب برای واسنجی تهیه شود (به عنوان مثال استانداردهای ۱، ۲، ۵ و ۱۰ میلی گرم در لیتر).

- برای تصحیح اثر ماتریکس مقدار اسیدی که در حین آماده سازی به نمونه ها اضافه می شود به محلول های استاندارد و به نمونه پوچ اضافه شود.

- دستگاه روشن شده و لامپ ویژه سرب در جای مخصوص قرار داده شود.

- شعله (برنر) مناسب در جای مخصوص قرار داده شود.

- تنظیمات مطابق با دستورالعمل دستگاه انجام گیرد.

- با استفاده از محلول های استاندارد آماده شده، منحنی واسنجی رسم شود.

- بعد از رسم منحنی واسنجی نمونه های مجهول تجزیه شوند.

### ۴-۳-۷- محاسبات

با توجه به شدت ثبت شده با دستگاه غلظت عنصر سرب از رابطه ۲-۱ تعیین می شود.

$$W_M = (P_1 - P_0)fv/w$$

که در آن:

$W_M$  غلظت عنصر در نمونه (ppm)

$P_1$  غلظت عنصر (ppm در محلول)



$P_0$  غلظت عنصر (ppm در نمونه پوچ)

$f$  فاکتور رقت

$v$  حجم (میلی لیتر)

$w$  وزن نمونه (گرم)

#### ۴-۳-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش دقت و صحت بسیار بالا برای غلظت‌های در حد میلی گرم و میکروگرم در تن عنصر سرب است. از محدودیت‌های این روش نیز می‌توان به هزینه و زمان نسبتاً زیاد در مقایسه با روش‌های دیگر اشاره کرد.

#### ۴-۴- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عنصر سرب به روش تیتراسیون مستقیم

هدف، اندازه‌گیری عنصر سرب در کنسانتره سرب به روش شیمی تر و با استفاده از تیتراسیون

##### ۴-۴-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- بشر ۲۵۰ میلی لیتری
- هیتر آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد
- بالن ژوژه با حجم ۲۰۰ میلی لیتر کلاس A
- پیپت‌های ۵، ۲۰، ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتر کلاس A
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- کاغذ صافی واتمن شماره ۳۰
- ارلن مایر ۱۰۰ میلی لیتر
- شیشه ساعت

##### ۴-۴-۲- مواد مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ( $\rho = 1.18 \frac{gr}{cm^3}$ )
- سولفوریک اسید غلیظ ۹۸ درصد
- نیتریک اسید غلیظ ۶۵ درصد ( $\rho = 1.51 \frac{gr}{cm^3}$ )
- محلول ۰/۱ مولار EDTA
- استات آمونیم
- گزینول اورانژ
- اسکوریک اسید



### ۴-۳-۴- تجهیزات دستگاهی

بورت خودکار ۲۵ میلی لیتر و یا ۵۰ میلی لیتر کلاس A

### ۴-۴-۴- ویژگی های نمونه

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

### ۴-۵-۴- آماده سازی نمونه

حدود ۰/۵ تا یک گرم از نمونه توزین و به بشر ۲۵۰ میلی لیتر منتقل شود. سپس ۲۰ میلی لیتر محلول تیزاب سلطانی به آن اضافه و روی هیتر حرارت داده شود تا حدی که نمونه خشک نشود. پس از سرد شدن بشر، ۵ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ به آن اضافه شود و بر روی هیتر، با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد تا بخار سفید رنگ از آن خارج شود. حرارت باید تا حدی ادامه یابد که محلول به طور کامل خشک نشود. پس از سرد شدن ۵۰ میلی لیتر آب مقطر به بشر اضافه شده و محلول روی کاغذ صافی صاف شود. در نهایت رسوب روی کاغذ صافی پس از چندین بار با آب مقطر شستشو داده شود. بشر اولیه را زیر قیف قرار داده و رسوب همراه با ۲۵ میلی لیتر استات آمونیم ۲۵ درصد به بشر اولیه انتقال داده شود. محلول روی هیتر، حرارت داده شود تا سولفات سرب کاملاً حل شود. پس از سرد شدن بشر، محلول یاد شده را باید با آب مقطر به حجم ۲۰۰ میلی لیتر رساند.

### ۴-۶-۴- روش کار

پس از آماده کردن استانداردها و نمونه ها ۵۰ میلی لیتر باید از هر یک از محلول ها را به ارلن مایر ۱۰۰ میلی لیتر انتقال داد. چند قطره معرف گزینول اورانژ اسکورییک اسید به محلول اضافه شود و در انتها با محلول EDTA ۰/۱ مولار تا تغییر رنگ معرف از بنفش به زرد روشن تیتیر شده و حجم محلول مصرفی ثبت شود.

برای تهیه معرف گزینول اورانژ باید ۰/۱ گرم از آن را توزین کرد و در بالن ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم رساند.

### ۴-۷-۴- محاسبات

محاسبات بر اساس رابطه ۴-۱ انجام می شود.

$$W_{Pb} = \frac{V_{EDTA} \times 2.072 \times V}{V_1 \times W} \quad (۴-۱)$$

که در آن:

$V_{EDTA}$  حجم مصرفی EDTA

$V$  حجم اولیه

$V_1$  حجم برداشت شده

$W$  وزن نمونه



#### ۴-۴-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش دقت و صحت بسیار بالا برای غلظت‌های در حد بالای ۵ درصد عنصر سرب است. از محدودیت‌های این روش نیز می‌توان به هزینه و زمان نسبتاً زیاد در مقایسه با روش‌های دیگر اشاره کرد.



## خواننده گرامی

امور نظام فنی و اجرایی سازمان برنامه و بودجه کشور، با گذشت بیش از چهل سال فعالیت تحقیقاتی و مطالعاتی خود، افزون بر ششصد عنوان ضابطه تخصصی- فنی، در قالب آیین نامه، 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](http://nezamfanni.ir) قابل دستیابی می‌باشد.

## امور نظام فنی و اجرایی



Islamic Republic of Iran  
Budget and Planning Organization

# Instruction for Prepration and Analysis of Base Metals (Cu, Zn and Pb)

**No. 727**

Office of Deputy for Technical and  
Infrastructure Development Affairs

Department of Technical and  
Executive Affairs

[nezamfanni.ir](http://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 فلزات پایه را ارایه می‌کند. این روش‌ها شامل دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت مس، روی و سرب به همراه مراحل آماده‌سازی، تجزیه، محاسبات، مزایا و محدودیت‌های هر روش است.

