جمهوری اسلامی ایران

سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور

دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری عناصر در کانسنگ آهن

ضابطه شماره ۶۵۲

سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور

امور نظام فنی و اجرایی

nezamfanni.ir

وزارت صنعت، معدن و تجارت

معاونت امور معادن و صنایع معدنی

دفتر نظارت و بهره‌برداری

www.mimt.gov.ir

۱۳۹٤

بسمه‌تعالی

ریاست جمهوری
سازمان مدیریت و برنامه‌ریزی کشور
رییس سازمان

بخشنامه به دستگاه‌های اجرایی، مهندسان مشاور و پیمانکاران	شماره:	۹۴/۷۰۸۳۵
	تاریخ:	۱۳۹۴/۰۵/۰۳

۶۵۲

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، ایهام 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 صفی علیشاه، 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 شماره۴۲۳۳۹/ ت ۳۳۴۹۷ هـ مورخ ۱۳۸۵/۴/۲۰ هیات وزیران) به کارگیری معیارهـا، اسـتانداردها 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 تاکیـد جدی قرار داده است و این امور به استناد ماده ۲۳ قانون برنامه و بودجه و نظـام فنـی و اجرایـی کشـور وظیفـه تهیـه و تـدوین ضـوابط 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، سـه ظرفیتی و آهن کل به عنوان شاخصی از عیار سنگ آهن و نوع کانی‌های تشکیل دهنده آن است. عـلاوه بـر آن عناصـری نظیـر گـوگرد، فسفر و ترکیباتی نظیر سیلیس (SiO_2) به عنوان ترکیبات مزاحم هستند که باید مقدار آن‌هـا در کانسـنگ بسـته بـه روش تولیـد فـولاد اندازه‌گیری و کنترل شود.

این ضابطه با عنوان "**دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری عناصر در کانسنگ آهن**" روش‌های متـداول تعیـین ترکیـب شیمیایی عناصر مفید و مزاحم در کانسنگ آهن را در چارچوب برنامه تهیه ضوابط و معیارهای معـدن ارایـه مـی‌کنـد. در ایـن ضـابطه بـه روش‌های متداول در تجزیه نمونه‌های اکتشافی و کانسنگ آهن اشاره شده و متداول‌ترین آن‌ها به تفکیـک مراحـل آمـاده‌سـازی، تجزیـه 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 إن‌شاءا... کاربرد عملـی و در سـطح وسـیع ایـن ضـابطه 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 جنـاب آقـای دکتر جعفر سرقینی مجری محترم طرح تهیه ضوابط و معیارهای فنی بخش معـدن کشـور در وزارت صـنایع و معـادن، کارشناسـان دفتـر نظارت و بهره‌برداری معادن و متخصصان همکار در امر تهیه و نهایی نمودن این نشریه، تشکر و قـدردانی مـی‌نمایـد. امیـد اسـت شـاهد توفیق روزافزون همه‌ی این بزرگواران در خدمت به مردم شریف ایران اسلامی باشیم.

غلامرضا شافعی

معاون فنی و توسعه امور زیربنایی

تیر ۱۳۹٤

دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری عناصر در کانسنگ آهن
(نشریه شماره ۶۵۲)

مجری طرح

آقای جعفر سرقینی	معاون امور معادن و صنایع معدنی – وزارت صنایع و معادن

تهیه پیش‌نویس اصلی

آقای مهندس حسین‌علی طاهری

اعضای شورای عالی به ترتیب حروف الفبا

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

اعضای کارگروه اکتشاف به ترتیب حروف الفبا

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

اعضای کارگروه تنظیم و تدوین به ترتیب حروف الفبا

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

اعضای گروه هدایت و راهبری پروژه

خانم فرزانه آقارمضانعلی	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
آقای علیرضا فلسفی	کارشناس عمران امور نظام فنی و اجرایی

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

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

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

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

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[1] 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[2] 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[3] 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:

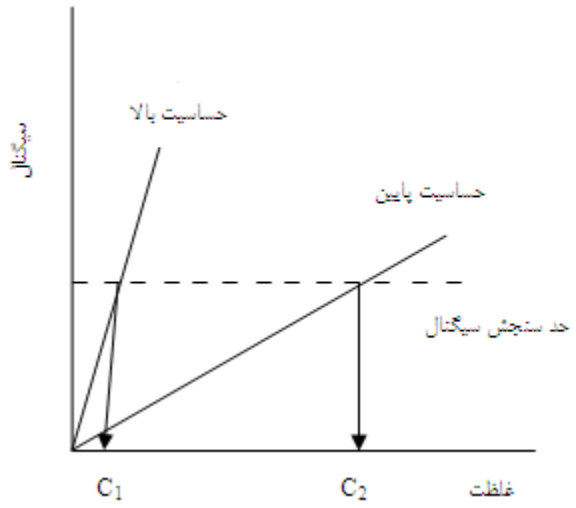
سیگنال[4]: سیگنال (علامت) یک پاسخ فیزیکی است که شامل اطلاعات تجزیه‌ای مرتبط با غلظت یک عنصر از اجزای نمونه است، بنابراین سیگنال مرتبط با غلظت عنصر، مورد اندازه‌گیری قرار می‌گیرد. بزرگی یک سیگنال همیشه به طور خطی با غلظت مرتبط نیست. در تعدادی از روش‌های تجزیه نیاز است که اثر تصحیحی غیرخطی اعمال شود. سیگنال‌ها 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 معمولا 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[5]: 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[1]: 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)[2]: 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 معمولا ناشی از تغییرات دمای محیط و پایداری مدارهای الکترونیکی است.

دقت و صحت[3]: 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 کاملا 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[1]: غیرخطی شدن سیگنال تجزیه‌ای است که مقدار این غیرخطی بودن به غلظت سایر ترکیبات موجود در نمونه بستگی دارد.

اثر زمینه[2]: تداخل ناشی از ترکیب یا ساختار کانی‌شناسی زمینه (ماتریکس) در اندازه‌گیری غلظت عناصری که در نمونه مورد تجزیه قرار می‌گیرند.

استوکیومتری[3]: 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[4]: 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[5]: مقدار نمونه‌ای که توزین و برای تجزیه مورد استفاده قرار می‌گیرد (به عنوان مثال ۲۵۰ میلی‌گرم).

همگنی[6]: 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 gravimetery]
- 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 جزیی به روش جذب اتمی [Determination of trace element by atomic absorption]
- تعیین غلظت عناصر جزیی به روش ICP-OES [Determination of trace element by ICP-OES]

فصل ۲

دستورالعمل اندازه‌گیری

غلظت آهن کل

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.

۲-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری آهن کل[1] به روش تیتراسیون

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

۲-۲-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

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

۲-۲-۲- معرف‌ها و محلول‌های مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید غلیظ (ρ =۱٫۱۸)
- سولفوریک اسید غلیظ (ρ=۱٫۸۳)
- هیدروفلوریدریک اسید غلیظ (۴۰ درصد وزنی)
- فسفریک اسید غلیظ (ρ=۱٫۷)
- بوریک اسید (اشباع w/v ۵ درصد)
- مخلوط چند اسید: مخلوط سولفوریک اسید، فسفریک اسید، آب مقطر به ترتیب به نسبت ۴٫۶:۱:۱ به حجم یک لیتر
- محلول کلرید قلع دو ظرفیتی ۱۰۰ گرم در لیتر: ۱۰۰ گرم از کلرید قلع ($SnCl_2 . 2H_2O$) 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 $K_2Cr_2O_7$ (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.

1- Total Fe

– شناساگر باریم دی‌فنیل‌آمین سولفانات: دی‌فنیل آمین اولین شناساگر شناخت اکسیداسیون–احیا است. از نمک باریم دی‌فنیل‌آمین سولفونیک اسید (باریم دی‌فنیل‌آمین سولفانات) در تیتراسیون با پتاسیم دی‌کرومات استفاده می‌شود. برای تهیه محلول شناساگر، مقدار ۰/۲ گرم از آن در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل شود. شناساگر باریم دی‌فنیل‌آمین سولفانات با فرمول $C_{24}H_{20}BaN_2O_6S_2$ در حالت اکسیدان بنفش و در حالت احیا بی‌رنگ است. شناساگر در غلظت بالا و pH اسیدی طی تیتراسیون آهسته، رفتار دیگری از خود بروز می‌دهد به طوری که حتی در حضور مقادیر زیاد پتاسیم دی‌کرومات به جای تغییر رنگ به بنفش به صورت سبز باقی می‌ماند، اگر چنین اتفاقی افتاد باید آزمایش مجددا تکرار شود.

۲-۲-۳- ویژگی‌های نمونه

این روش برای اندازه‌گیری نمونه‌های اکتشافی و کانسنگ آهن قابل انحلال در هیدروکلریدریک اسید کاربرد دارد. در نمونه‌های گوگرددار با غلظت بیش از ۲ درصد (سنگ آهن‌های پیریتی) به دلیل عدم انحلال کامل کانسنگ در هیدروکلریدریک اسید نتایج دارای خطای تجزیه است و استفاده از این روش توصیه نمی‌شود.

۲-۲-٤- آماده‌سازی نمونه

الف– تخریب با اسید: حدود ۰/۱تا ۰/۳ گرم از نمونه فاقد رطوبت پودر و همگن شده، با دقت چهار رقم اعشار توزین و در بشر ریخته شود. سپس ۳۰ میلی‌لیتر هیدروکلریدریک اسید غلیظ به آن اضافه شود (در نمونه‌هایی که حاوی سیلیس هستند حداکثر ۵ میلی‌لیتر هیدروفلوریدریک اسید غلیظ HF نیز اضافه شود). درب بشر پوشیده شود و محلول تا زیر نقطه جوش (حدود ۸۰ درجه سانتی‌گراد) 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.

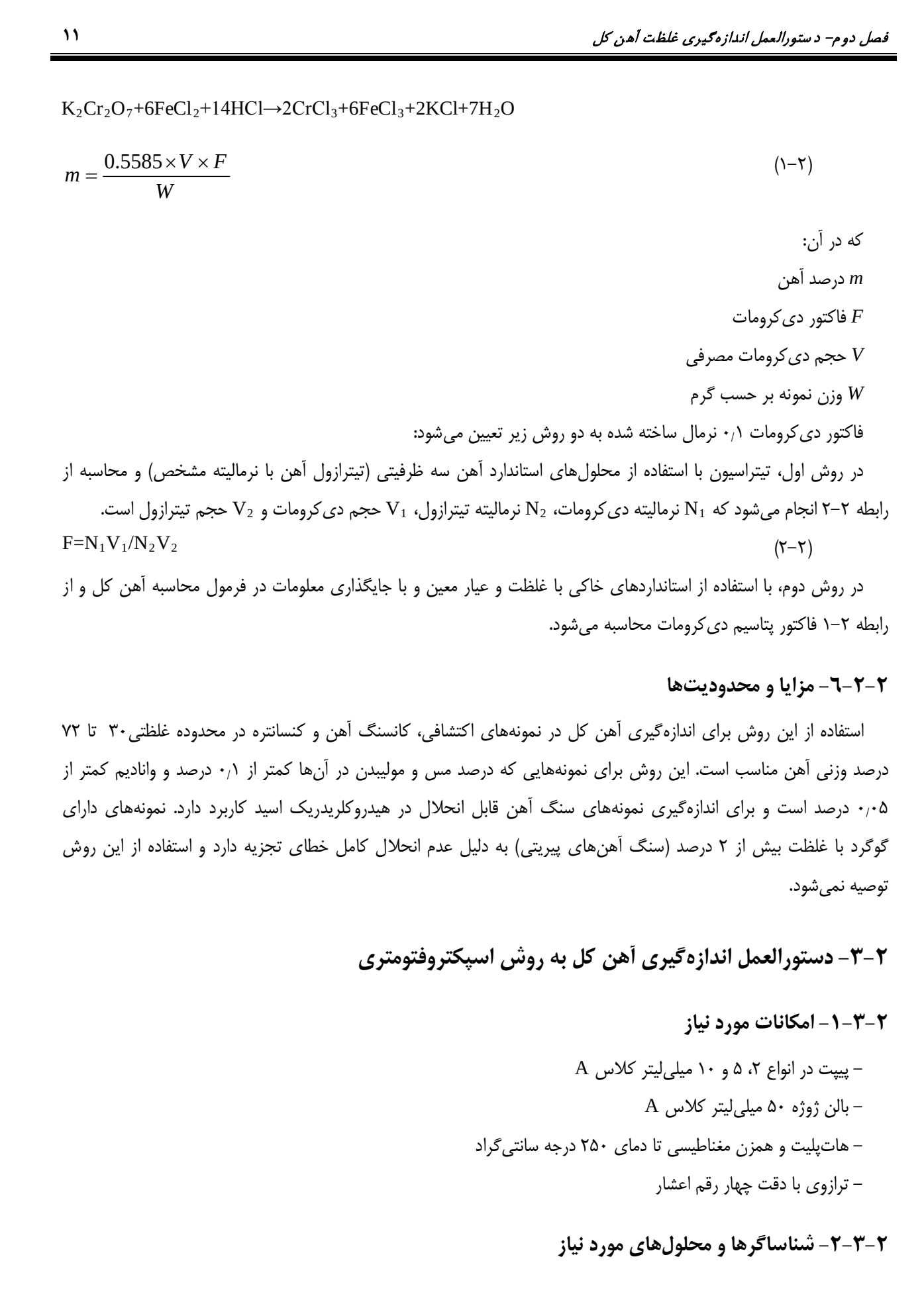
ب– احیا: درب و دیواره‌های بشر با آب مقطر گرم شسته شده و بی‌درنگ در حالی که محلول داغ در بشر هم زده می‌شود محلول $SnCl_2$ قطره قطره به آن اضافه شود تا رنگ زرد کلرید آهن سه ظرفیتی از بین برود و محلول بی‌رنگ شود. سپس یک قطره دیگر $SnCl_2$ اضافه شود و اگر در مرحله تجزیه هیدروفلوریدریک اسید به نمونه اضافه شده باشد، ۱۰ میلی‌لیتر بوریک اسید اشباع اضافه شده و محلول سرد شود. سپس ۸ میلی‌لیتر محلول کلرید جیوه دو ظرفیتی هم‌زمان با هم زدن به آن اضافه شود و محلول ۵ دقیقه بماند.

پ– تیتراسیون: ۳۰ میلی‌لیتر مخلوط سولفوریک اسید–فسفریک اسید به محلول اضافه شده و پس از افزودن ۵ قطره شناساگر دی‌فنیل آمینو سولفونات سدیم به سرعت با محلول پتاسیم دی‌کرومات ۰/۱ نرمال تیتر شود. نقطه پایانی با تغییر رنگ محلول به بنفش مشخص می‌شود.

ت– کنترل: در هر سری از آزمایشات یک استاندارد و تعدادی نمونه تکراری برای بررسی تکرارپذیری و دقت روش به همین روش آماده‌سازی و اندازه‌گیری شود.

۲-۲-۵- محاسبات

محاسبات بر اساس رابطه ۲–۱ انجام می‌شود.



$K_2Cr_2O_7+6FeCl_2+14HCl \rightarrow 2CrCl_3+6FeCl_3+2KCl+7H_2O$

$$m = \frac{0.5585 \times V \times F}{W} \qquad (۱-۲)$$

که در آن:

m درصد آهن

F فاکتور دی‌کرومات

V حجم دی‌کرومات مصرفی

W وزن نمونه بر حسب گرم

فاکتور دی‌کرومات 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 نرمالیته مشخص) و محاسبه از رابطه ۲-۲ انجام می‌شود که N_1 نرمالیته دی‌کرومات، N_2 نرمالیته تیترازول، V_1 حجم دی‌کرومات و V_2 حجم تیترازول است.

$$F=N_1V_1/N_2V_2 \qquad (۲-۲)$$

در روش دوم، با استفاده از استانداردهای خاکی با غلظت و عیار معین و با جایگذاری معلومات در فرمول محاسبه آهن کل و از رابطه ۲-۱ فاکتور پتاسیم دی‌کرومات 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 غلظتی۳۰ 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- دستورالعمل اندازه‌گیری آهن کل به روش اسپکتروفتومتری

۲-۳-۱- امکانات مورد نیاز

- پیپت در انواع ۲، ۵ و ۱۰ میلی‌لیتر کلاس A
- بالن ژوژه ۵۰ میلی‌لیتر 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

- هیدروکسیل‌آمونیم کلراید ۹۹ درصد
- بافر سدیم سیترات ۹۹ درصد
- استاندارد مرجع آهن ppm ۱۰۰۰
- 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

۲-۳-٤- ویژگی‌های نمونه

این روش برای تجزیه آهن کل در نمونه‌های با غلظت بیش از ۰/۱ درصد توصیه می‌شود.

۲-۳-۵- روش کار

ابتدا نمونه‌های مرجع آهن در محدوده غلظتی مورد نیاز انتخاب و به همراه نمونه‌های مجهول به همان روشی که نمونه مجهول آماده‌سازی می‌شوند، تحت شرایط انحلال قرار می‌گیرند. 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 و بر روی هات‌پلیت قرار گیرد تا انحلال انجام گیرد. پس از کاهش حجم اسید (تا نزدیک خشک شدن) مجددا ۸ میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ و کمی آب (حدود ۵ میلی‌لیتر) اضافه شود و مجددا بر روی هات‌پلیت قرار گیرد تا انحلال کامل شود. سپس محلول فوق را به حجم ۲۵۰ میلی‌لیتر رسانده و در نهایت ۵ میلی‌لیتر از آن به یک بالن ۱۰۰ میلی‌لیتر مجزا منتقل شود. پس از آن ۱۵ تا ۲۰ میلی‌لیتر آب مقطر و در نهایت ۵ میلی‌لیتر هیدروکسیل‌آمونیم کلراید ۱۰ درصد اضافه شود. پس از ۵ دقیقه همه آهن‌های ۳ به ۲ تبدیل می‌شود و در نهایت ۱۰ میلی‌لیتر سدیم سیترات ۱۰ درصد (به منظور تنظیم pH) و ۲۰ میلی‌لیتر 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 محلول‌ها به کنار دستگاه اسپکتروفتومتر منتقل می‌شوند. کلیه موارد برای همه محلول‌های پوچ، استانداردها و مجهول‌ها انجام شود. ابتدا جذب استانداردها در طول موج ۵۱۰ نانومتر قرائت می‌شود و نمودار واسنجی به صورت میزان جذب نسبت به غلظت ترسیم شده و با اندازه‌گیری مقدار جذب نمونه مجهول، غلظت آهن در نمونه‌های مجهول تعیین می‌شود.

۲-۳-٦- مزایا و محدودیت‌ها

انجام این روش در نمونه‌های به 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 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
- اتوتیتراتور یا بورت حبابدار ۱۰ میلی‌لیتر
- همزن مغناطیسی برقی

۳-۲-۲- شناساگرها و محلول‌های مورد نیاز

- هیدروکلریدریک اسید ۳۷ درصد آزمایشگاهی
- سولفوریک اسید غلیظ (ρ=۱٫۸۳)
- هیدروفلوریدریک اسید غلیظ (۴۰ درصد وزنی)
- فسفریک اسید غلیظ (ρ=۱٫۷)
- بوریک اسید (اشباع w/v ۵ درصد)
- مخلوط سولفوریک اسید، فسفریک اسید و آب مقطر به ترتیب به نسبت ۱:۱:۶٫۴ 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 دی‌فنیل آمین سولفانات ۰٫۲ درصد اضافه شده و با محلول پتاسیم دی‌کرومات ۰٫۱ نرمال به سرعت تیتر شود. برای جلوگیری از اکسیداسیون آهن دو ظرفیتی محلول نباید در مجاورت هوای آزاد برای مدت زیاد نگه داشته شود.

۳-۲-٤- محاسبات

محاسبات بر اساس رابطه ۳-۱ انجام می‌شود.

$$m = \frac{0.7185 \times V \times F}{W} \qquad (۳-۱)$$

که در آن:

m درصد اکسید آهن دو ظرفیتی

F فاکتور دی‌کرومات

V حجم دی‌کرومات مصرفی

W وزن نمونه بر حسب گرم

۳-۲-۵- مزایا و محدودیت‌ها

این روش برای اندازه‌گیری آهن دو ظرفیتی در نمونه‌های اکتشافی، کانسنگ آهن و کنسانتره در بازه غلظتی تا ۷۲ درصد آهن مناسب است. این روش برای نمونه‌هایی به کار می‌رود که درصد مس و مولیبدن در آن‌ها کمتر از ۰/۱ درصد و وانادیم کمتر از ۰/۰۵ درصد باشد. این روش برای اندازه‌گیری نمونه‌های سنگ آهن که در هیدروکلریدریک اسید قابل حل هستند کاربرد دارد و در نمونه‌های گوگرددار با غلظت بیش از ۲ درصد (سنگ آهن‌های پیریتی) به دلیل عدم انحلال کامل نمونه در هیدروکلریدریک اسید خطا دارد و استفاده از این روش توصیه نمی‌شود.

۳-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری آهن دو ظرفیتی با روش اسپکتروفتومتری

۳-۳-۱- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

- پیپت انواع ۲، ۵ و ۱۰ میلی‌لیتر کلاس A
- بالن ژوژه ۵۰ میلی‌لیتر کلاس A
- هات‌پلیت و همزن مغناطیسی تا دمای ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد
- ترازوی با دقت رقم اعشار

۳-۳-۲- شناساگرها و محلول‌های 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 فنانترولین (باید از نمک فنانترولین با خلوص آزمایشگاهی تهیه شود)

۳-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه اسپکتروفتومتر

۳-۳-٤- 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) مجددا ۸ میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ و کمی آب (حدود ۵ میلی‌لیتر) اضافه شود و مجددا 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 ارتوفنانترولین 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.

۳-۳-٦- 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

دستورالعمل اندازه‌گیری

غلظت گوگرد

٤-١- 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. معمولا گوگرد به صورت پیریت، پیروتیت، کالکوپیریت و نظایر آن است.

٤-٢- دستورالعمل اندازه‌گیری گوگرد به روش وزن‌سنجی (رسوبی)

٤-٢-١- امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز

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

٤-٢-٢- 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

٤-٢-٣- ویژگی‌های نمونه

این روش برای کلیه نمونه‌ها مناسب است و محدودیتی ندارد.

٤-٢-٤- 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 مجددا 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.

٤-۲-٥- محاسبات

درصد وزنی گوگرد از رابطه ۴-۱ محاسبه می‌شود:

$$m = \frac{W_S \times 100}{w \times 0.1374} \qquad (۱-۴)$$

که در آن:

m درصد وزنی گوگرد

W_s وزن رسوب

w وزن نمونه

٤-۲-٦- 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.

٤-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری گوگرد در نمونه سنگ آهن با دستگاه تجزیه‌ای کربن و گوگرد (لکو[1])

٤-۳-۱- امکانات مورد نیاز

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

٤-۳-۲- مواد مورد نیاز

استانداردهای مورد نیاز دستگاه تجزیه‌ای کربن و گوگرد برای واسنجی

٤-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

- دستگاه تجزیه کربن و گوگرد

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

٤-۳-٤- ویژگی‌های نمونه

نمونه مورد اندازه‌گیری در این روش محدودیت خاصی ندارد و تنها نمونه باید کاملا همگن، جامد و با دانه‌بندی زیر ۶۰ میکرون باشد.

1- Leco

٤-۳-٥- 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.

٤-۳-٦- 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

SiO_2, P، CaO، MgO، Al_2O_3 و TiO_2

۵-۱- 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 WD-XRF [1] است.

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

۵-۲-۱- 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

۵-۲-۲- مواد مورد نیاز

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

۵-۲-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه WD-XRF

۵-۲-٤- 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 $۱۰۰KN/m^2$ 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 نرم‌افزار 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)	دتکتور	فیلتر لامپ اشعه ایکس
فسفر	۲۸	۹۵	Kα	Ge	۵۵۰	نوع جریانی[1]	-
سیلیسیم	۲۸	۹۵	Kα	PE	۵۵۰	نوع جریانی	-
کلسیم	۲۸	۹۵	Kα	LiF 200	۱۵۰	نوع جریانی	-
منیزیم	۲۸	۹۵	Kα	PX1	۵۵۰	نوع جریانی	-
آلومینیم	۲۸	۹۵	Kα	PE	۵۵۰	نوع جریانی	-
تیتانیم	۲۸	۹۵	Kα	LiF 200	۱۵۰	نوع جریانی	-

- مشخص کردن همپوشانی عناصر در صورت وجود و حذف تداخل‌های طیفی
- مشخص کردن یکی از نمونه‌های مرجع به عنوان نمونه پایش‌کننده[2] به منظور کنترل انحراف[3] 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

۵-۲-٦- مزایا و محدودیت‌ها

در این روش به دلیل این که نمونه‌ها به صورت پودری تهیه می‌شوند و علیرغم 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

۵-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری P، SiO_2، CaO، MgO، Al_2O_3 و TiO_2 به روش WD-XRF ذوبی

۵-۳-۱- 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

۵-۳-۲- مواد مورد نیاز

- کمک ذوب مناسب (معمولا ترکیب لیتیم متابورات و لیتیم تترابورات)
- مواد نچسب مناسب (LiCl یا NaCl یا NH_4I یا NaI و یا KI)

۵-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

- دستگاه WD-XRF
- حمام اولتراسونیک دارای گرم‌کن

۵-۳-٤- 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.

۵-۳-۵- 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 نچسب 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 کاملا 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)	دتکتور	فیلتر لامپ اشعه ایکس
فسفر	۲۸	۹۵	Kα	Ge	۵۵۰	نوع جریانی	-
سیلیسیم	۲۸	۹۵	Kα	PE	۵۵۰	نوع جریانی	-
کلسیم	۲۸	۹۵	Kα	LiF 200	۱۵۰	نوع جریانی	-
منیزیم	۲۸	۹۵	Kα	PX1	۵۵۰	نوع جریانی	-
آلومینیم	۲۸	۹۵	Kα	PE	۵۵۰	نوع جریانی	-
تیتانیم	۲۸	۹۵	Kα	LiF 200	۱۵۰	نوع جریانی	-

- 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

۵-۳-٦- 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

٦-١- 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.

٦-٢- دستورالعمل اندازه‌گیری میزان پرت حرارتی

٦-٢-١- 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

٦-٢-٢- مواد مورد نیاز

- سیلیکاژل

٦-٢-٣- تجهیزات دستگاهی

- کوره ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد

٦-٢-٤- ویژگی‌های نمونه

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

٦-٢-٥- 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 مجددا وزن شده و بر اساس رابطه ۶-۱ میزان L.O.I محاسبه می‌شود.

$$L = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_1} \qquad (۱-۶)$$

که در آن:

L درصد پرت حرارتی

m_1 وزن اولیه

m_2 وزن ثانویه

٦-۲-٦- مزایا و محدودیت‌ها

در این روش محدودیت خاصی وجود ندارد.

فصل ۷

دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر جزیی

۷-۱- آشنایی

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

۷-۲- اندازه‌گیری عناصر جزیی 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

۷-۲-٤- ویژگی‌های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت، کاملا 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 قبلا 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 $HClO_4$) 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 ($HClO_4$) به نمونه برای اطمینان ازخارج 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.

۷-۲-٦- روش کار با دستگاه جذب اتمی

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

– 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:

$$W_M = (P_1 - P_0)\, fv / w \qquad (۱-۷)$$

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 جزیی 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

۷-۳-٤- ویژگی‌های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت، کاملا پودر و همگن و با ابعاد دانه‌بندی زیر ۶۰ میکرومتر باشد.

۷-۳-۵- 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 قبلا 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 $HClO_4$) 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 ($HClO_4$) 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.

۷-۳-٦- 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 چندین عنصر به صورت هم‌زمان، انتخاب طول موج مناسب برای اندازه‌گیری‌ها بسیار مهم است. در هنگام ساختن 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 می‌کند که به عنوان مبنا در نظر گرفته می‌شود. مراحل انجام تجزیه به شرح زیر است:

– تهیه محلول‌های استاندارد بر حسب ppm نظیر ۱ و ۱۰ و ۵۰ و ppm ۱۰۰ 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 دستیابی 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

2015

این نشریه

روش‌های تجزیه شیمیایی کمی متداول برای تعیین غلظت عناصر مفید و مزاحم در کانسنگ آهن را ارایه 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.