



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۲۹۵

تجدیدنظر اول

آذر ۱۳۹۱

INSO

2295

1st.Revision

Dec.2012

کانه‌های آهن - اندازه‌گیری مقدار سرب -
روش آزمون

**Iron Ores- Determination of Lead-Test
method**

ICS:73.060.10

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عبار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین
« کانه‌های آهن - اندازه‌گیری مقدار سرب - روش آزمون »
(تجدیدنظر اول)

رئیس:

هیئت علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

فتحی عماد آبادی، محمدرضا
(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

هیئت علمی جهاد دانشگاهی خوزستان

گل محمدی قانع، حامد
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس

آتشی، مزگان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

آقایی، زهرا
(فوق لیسانس شیمی)

هیئت علمی جهاد دانشگاهی خوزستان

ابراهیمی، محسن
(فوق لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس

اعرابی، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان خوزستان

چراغی، حسین
(فوق لیسانس مهندسی متالوژی)

کارشناس

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

حبیب زاده، فائزه
(فوق لیسانس شیمی)

| | |
|---|--|
| کارشناس گروه ملی صنعتی فولاد ایران | خدابخش نژاد، فرزانه (فوق لیسانس مهندسی محیط زیست) |
| کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان خوزستان | خوشنام، فرزانه (فوق لیسانس شیمی) |
| کارشناس | دایی، مینا (فوق لیسانس شیمی) |
| کارشناس گروه ملی فولاد خوزستان | شیخ الاسلام، علی رضا (لیسانس مهندسی متالورژی) |
| کارشناس | فلاحیان، هاله (لیسانس مهندسی شیمی) |
| کارشناس | قمی، متینه (فوق لیسانس شیمی) |
| کارشناس | لطیفیان، مرضیه (فوق لیسانس شیمی) |
| کارشناس | منجم زاده، مرجان (فوق لیسانس شیمی) |
| کارشناس | نقدی، تینا (فوق لیسانس شیمی) |

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|---|
| ب | آشنایی با سازمان ملی استاندارد |
| ج | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| و | پیش‌گفتار |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ جذب‌سنجی با استفاده از استخراج دی‌تیزون |
| ۹ | ۳ روش جذب اتمی |
| ۱۲ | ۴ روش جذب اتمی - حذف آهن MIBK |

پیش گفتار

استاندارد " کانه‌های آهن - اندازه‌گیری مقدار سرب- روش آزمون " نخستین بار در سال ۱۳۸۲ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تأیید کمیسیون- های مربوط برای نخستین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یکصد و سی و نهمین اجلاس کمیته‌ی ملی استاندارد مواد معدنی مورخ ۱۳۹۰/۱۲/۱۴ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده‌ی ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره‌ی ۲۲۹۵: سال ۱۳۶۴ است.

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

JIS M 8229: 1983, Methods for Determination of Lead in Iron Ores

کانه‌های آهن - اندازه‌گیری مقدار سرب - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش‌هایی برای اندازه‌گیری سرب در کانه‌های آهن است. دستورهای کلی مشترک در روش‌های اندازه‌گیری کانه‌های آهن باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۶۵۶ باشد.

این استاندارد برای اندازه‌گیری مقدار سرب در کانه‌های آهن کاربرد دارد.

روش اندازه‌گیری سرب در کانه‌های آهن باید مطابق با یکی از روش‌های زیر باشد:

(۱) جذب‌سنجی با استفاده از استخراج دی‌تیزون: این روش باید برای نمونه‌ای با مقدار سرب زیر ۰٫۵٪ (کسر جرمی) به کار رود.

(۲) روش جذب اتمی: این روش باید برای نمونه‌ای با مقدار سرب بین ۰٫۱٪ (کسر جرمی) تا ۰٫۱٪ (کسر جرمی) به جز ۰٫۱٪ (کسر جرمی) به کار رود.

(۳) حذف آهن به وسیله MIBK- روش جذب اتمی: این روش باید برای نمونه‌ای با مقدار سرب کمتر از ۰٫۲۵٪ (کسر جرمی) به کار رود.

۲ جذب‌سنجی با استفاده از استخراج دی‌تیزون

۱-۲ اصول آزمون

نمونه با استفاده از هیدروکلریک‌اسید، نیتریک‌اسید و پرکلریک‌اسید تجزیه می‌شود تا دود سفید پرکلریک‌اسید متصاعد شود. سپس نمک‌های محلول در آب حل می‌شوند. باقی‌مانده نامحلول صاف شده و مایع زیرصافی به عنوان محلول اصلی ذخیره می‌شود. باقی‌مانده نامحلول تحت اثر هیدروفلوئوریک‌اسید قرار گرفته و محلول حاصل با محلول اصلی ترکیب می‌شود. pH این محلول با دی‌آمونیم‌سیترات و محلول آمونیاک تنظیم می‌شود و سرب یا ترکیباتی مشابه آن با دی‌تیزون - کلروفرم استخراج می‌شوند. استخراج برگشتی آن با هیدروکلریک‌اسید انجام می‌شود. pH محلول با دی‌آمونیم‌سیترات، سدیم سیانید و محلول آمونیاک تنظیم می‌شود سپس با استفاده از دی‌تیزون - بنزن استخراج و جذب آن اندازه‌گیری می‌شود.

۲-۲ زمینه کاربردی، هنگامی که بیسموت در نمونه وجود دارد، اندازه‌گیری باید طبق روش دیگری انجام شود.

۳-۲ مواد و واکنشگرها

در هنگام تجزیه فقط از مواد شناخته شده با خلوص تجزیه‌ای مشخص و فقط از آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

- ۱-۳-۲ هیدروکلریک اسید، محلول با جرم حجمی ۱/۱۹ g/ml
- ۲-۳-۲ هیدروکلریک اسید (بند ۱-۳-۲)، رقیق شده به نسبت ۱:۱
- ۳-۳-۲ هیدروکلریک اسید (بند ۱-۳-۲)، رقیق شده به نسبت ۱:۱۰۰
- ۴-۳-۲ نیتریک اسید، محلول با جرم حجمی ۱/۴ g/ml
- ۵-۳-۲ نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲)، رقیق شده به نسبت ۱:۱
- ۶-۳-۲ پرکلریک اسید، محلول با جرم حجمی ۱/۶۷ g/ml
- ۷-۳-۲ پرکلریک اسید، رقیق شده به نسبت ۱:۱۰۰
- ۸-۳-۲ هیدروفلوئوریک اسید، محلول با جرم حجمی ۱/۱۴ g/ml
- ۹-۳-۲ محلول آمونیاک، محلول با جرم حجمی ۰/۹ g/ml
- ۱۰-۳-۲ محلول آمونیاک، رقیق شده به نسبت ۱:۱
- ۱۱-۳-۲ محلول آمونیاک، رقیق شده به نسبت ۱:۱۰۰
- ۱۲-۳-۲ کلروفرم
- ۱۳-۳-۲ بنزن
- ۱۴-۳-۲ آمونیوم نیترات
- ۱۵-۳-۲ سرب، حداقل خلوص ۹۹/۹۸٪
- ۱۶-۳-۲ دی تیزون ($C_6H_5N_2H_2CSN_2C_6H_5$)
- ۱۷-۳-۲ محلول برموتیمول بلو، (۰/۰۴ وزنی / حجمی محلول اتانول)
- ۱۸-۳-۲ محلول سدیم سولفیت (اشباع شده در حدود ۳۰٪)

حدود ۱۰۰ ml از محلول را داخل یک قیف جداکننده ۲۰۰ ml بریزید. ۵ ml محلول دی تیزون - کلروفرم (بند ۲-۳-۲) به آن اضافه کنید. عمل استخراج و جداسازی را انجام دهید و این عمل را ادامه دهید تا زمانی که دی تیزون - کلروفرم بی رنگ یا سبز شود. سپس حدود ۵ ml کلروفرم (بند ۲-۳-۲) به آن اضافه کنید. عمل استخراج و جداسازی را انجام دهید و محلول را با تکرار این عمل تصفیه کنید تا زمانی که فاز کلروفرم بی رنگ شود. کلروفرم را با حرارت دادن این محلول خارج کنید سپس محلول حاصل را مورد استفاده قرار دهید.

۲-۳-۱۹ محلول سدیم سیانید (محلول با غلظت ۲۰٪ (وزنی / حجمی))

۱۰۰ ml از این محلول را داخل یک قیف جداکننده ۲۰۰ ml ریخته و ۵ ml محلول دی تیزون-کلروفرم (بند ۴-۳-۲۳) به آن اضافه کنید. عمل استخراج و جداسازی را انجام دهید. سپس مقدار کمی پودر کربن فعال به آن اضافه کنید و با تکان دادن آن‌ها را مخلوط کنید. محلول را با استفاده از یک کاغذ صافی (نوع ۵A) صاف کنید. کلروفرم را با حرارت دادن خارج کنید سپس محلول حاصل را مورد استفاده قرار دهید.

۲-۳-۲۰ محلول دی آمونیوم سیترات

۵۰ g دی آمونیوم سیترات را در حدود ۷۰ ml آب حل کنید. ۲ تا ۳ قطره محلول برموتیمول بلو (بند ۲-۳-۳) به عنوان شناساگر اضافه کنید. سپس تا زمانی که رنگ محلول سبز شود محلول آمونیاک (بند ۲-۳-۹) به آن اضافه کنید. آن را سرد کرده و با آب تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید. این محلول را به یک قیف جداکننده ۲۰۰ ml منتقل کنید. عمل استخراج و جداسازی را به وسیله اضافه کردن ۵ ml محلول دی تیزون-کلروفرم (بند ۴-۳-۲۳) انجام دهید و این عمل را تکرار کنید تا زمانی که محلول استخراج شده بی رنگ یا سبز شود. حدود ۵ ml کلروفرم (بند ۲-۳-۱۲) به آن اضافه کنید. عمل استخراج و جداسازی را انجام دهید و محلول را با تکرار این عمل تصفیه کنید تا این که فاز کلروفرم بی رنگ شود. کلروفرم را با حرارت دادن این محلول خارج کنید سپس محلول حاصل را مورد استفاده قرار دهید.

۲-۳-۲۱ محلول پتاسیم هیدروژن فتالات

۲/۵ g پتاسیم هیدروژن فتالات و ۵ g آمونیوم نیترات (بند ۲-۳-۱۴) را در آب تا حجم حدود ۷۰ ml حل کنید. ۲ تا ۳ قطره محلول برموتیمول بلو (بند ۲-۳-۱۷) به عنوان شناساگر اضافه کنید. سپس تا زمانی که رنگ محلول سبز شود محلول آمونیاک (بند ۲-۳-۹) به آن اضافه کنید. آن را سرد کنید. سپس آن را تا حجم ۱۰۰ ml با آب رقیق کنید. این محلول را به یک قیف جداکننده ۲۰۰ ml منتقل کنید. عمل استخراج و جداسازی را به وسیله اضافه کردن ۵ ml محلول دی تیزون-کلروفرم (بند ۲-۳-۲۳) انجام دهید و این عمل را تکرار کنید تا زمانی که محلول استخراج شده بی رنگ یا سبز شود. سپس حدود ۵ ml کلروفرم (بند ۲-۳-۱۲) به آن اضافه کنید. عمل استخراج و جداسازی را انجام دهید و محلول را با تکرار این عمل خالص کنید تا این که فاز کلروفرم بی رنگ شود. کلروفرم را با حرارت دادن این محلول خارج کنید سپس محلول حاصل را مورد استفاده قرار دهید.

۲-۳-۲۲ محلول شستشو

مخلوطی شامل ۱۰۰ ml محلول آمونیاک (بند ۲-۳-۱۱) و ۵ ml محلول سدیم سولفیت (بند ۴-۳-۱۸) را مورد استفاده قرار دهید.

۲-۳-۲۳ محلول دی تیزون-کلروفرم

۰/۵ g دی تیزون (بند ۲-۳-۱۶) را در حدود ۱۰۰ ml کلروفرم (بند ۲-۳-۱۲) حل کنید. آن را به یک قیف جداکننده ۵۰۰ ml منتقل کنید. ۲۰۰ ml محلول شستشو (۲-۳-۲۲) به آن اضافه کنید. سپس آن‌ها را با تکان دادن شدید به مدت ۱ دقیقه مخلوط کنید. سپس بگذارید ساکن بماند. لایه زیرین حاوی فاز کلروفرم را

بردارید و با افزودن قطره قطره هیدروکلریک‌اسید (بند ۲-۳-۲) به باقی‌مانده داخل قیف آن را کمی اسیدی کنید. ۱۰۰ ml کلروفرم (بند ۲-۳-۱۲) به قیف اضافه کنید. قیف جداکننده را به مدت ۱ دقیقه به شدت تکان دهید. سپس بگذارید ساکن بماند. لایه زیرین حاوی فاز کلروفرم را به قیف جداکننده ۲۰۰ ml دیگری منتقل کنید. حدود ۵۰ ml آب به آن اضافه کنید. محتویات قیف را با تکان دادن، مخلوط کنید تا شسته شوند سپس بگذارید قیف ساکن بماند. لایه زیرین حاوی فاز کلروفرم را به بطری قهوه‌ای رنگی منتقل کرده و با افزودن کلروفرم (بند ۲-۳-۱۲) تا حجم ۵۰۰ ml رقیق کنید. آن را در یک مکان تاریک و سرد نگهداری کنید.

۲-۳-۲۴ محلول دی‌تیزون- بنزن

۰/۱ g دی‌تیزون (بند ۲-۳-۱۶) را در حدود ۱۰ ml بنزن (بند ۲-۳-۱۳) حل کنید. آن را به یک قیف جداکننده ۲۰۰ ml منتقل کنید. ۱۰۰ ml محلول شستشو (۲-۳-۲۲) به آن اضافه کنید. سپس آن‌ها را با تکان دادن شدید به مدت ۱ دقیقه مخلوط کنید. سپس بگذارید ساکن بماند. لایه زیرین حاوی فاز محلول آبی را با یک کاغذ صافی (نوع ۵A) صاف کنید. آن را به یک قیف جداکننده ۲۰۰ ml دیگری منتقل کنید. آن را با افزودن قطره قطره هیدروکلریک‌اسید (بند ۲-۳-۲) کمی اسیدی کنید. حدود ۲۰ ml بنزن (بند ۲-۳-۱۳) به آن اضافه کنید و قیف جداکننده را به مدت ۱ دقیقه به شدت تکان دهید. سپس بگذارید ساکن بماند. لایه زیرین حاوی فاز محلول آبی را دور بریزید و حدود ۵۰ ml آب به قیف جداکننده اضافه کنید. آن‌ها را با تکان دادن، مخلوط کنید. سپس بگذارید ساکن بماند. لایه زیرین حاوی فاز محلول آبی را دور ریخته و فاز بنزن را داخل یک بطری قهوه‌ای رنگ بریزید و با افزودن بنزن (بند ۲-۳-۱۳) تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید سپس محلول را در یک مکان تاریک و خنک نگهداری کنید.

۲-۳-۲۵ محلول استاندارد سرب (محلول با غلظت ۰/۱ mg/ml سرب)

۰/۱۰۰۰ g سرب (بند ۲-۳-۱۵) وزن کنید. آن را به یک بشر ۱۰۰ ml منتقل کنید. ۳۰ ml نیتریک‌اسید (بند ۲-۳-۵) به آن اضافه کنید و آن را با حرارت دادن حل کنید. سپس ۱۰ ml پرکلریک‌اسید (بند ۲-۳-۶) اضافه کنید. محلول را به مدت ۱۰ دقیقه با حرارت دادن تبخیر کنید تا نیتریک‌اسید به صورت دود سفید رنگی زدوده شود. آن را خنک کرده و در آب حل کنید. محلول را به یک بالن اندازه‌گیری ۱۰۰۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید.

یادآوری- به دلیل این که محلول سدیم‌سیانید به شدت سمی است، باید الزاماً هنگام کار با محلول محتوی آن بسیار مواظب باشید.

۲-۴ وزن کردن مقداری از نمونه، نمونه را باید، طبق قاعده، مطابق با جدول ۱ وزن کنید.

جدول ۱- مقدار سرب در نمونه وزن شده

| مقدار سرب (%) | مقدار نمونه وزن شده g |
|---------------------------|--------------------------|
| زیر ۰٫۰۵ | ۱٫۰ |
| بین ۰٫۰۵ تا ۰٫۵ به جز ۰٫۵ | ۰٫۵۰ |

۲-۵ روش انجام آزمون

۲-۵-۱ آماده‌سازی محلول نمونه، محلول نمونه را به صورت زیر آماده‌سازی کنید.

۲-۵-۱-۱ نمونه وزن شده را به یک بشر ۳۰۰ ml منتقل کرده و در آن را با یک شیشه ساعت بپوشانید. سپس ۳۰ ml هیدروکلریک‌اسید (بند ۲-۳-۱) به آن اضافه کنید. در ابتدا، بشر را در قسمت با دمای پایین (60°C تا 100°C) در کناره‌ی صفحه داغ قرار دهید و آن را به مدت حدود ۱ ساعت در این وضعیت حفظ کنید. سپس بشر را به قسمتی با دمای زیاد منتقل کنید و نمونه را به مدت حدود ۱۰ دقیقه به وسیله حرارت، تا اندکی قبل از جوشیدن تجزیه کنید. ۵ ml نیتریک‌اسید (بند ۲-۳-۴) و ۱۰ ml پرکلریک‌اسید (بند ۲-۳-۶) به آن اضافه کنید. محلول را به صورت پی‌درپی با حرارت دادن تبخیر کنید. سپس آن را به مدت حدود ۱۰ دقیقه تا شرایطی حرارت دهید که دود سفیدرنگی در بشر شروع به متصاعد شدن کند و داخل بشر شفاف بوده و بخار پرکلریک‌اسید در امتداد دیواره داخلی بشر رفلاکس شود. بعد از خنک کردن بشر، حدود ۵۰ ml آب گرم به آن اضافه کرده و نمک‌های محلول را با حرارت دادن حل کنید. باقی‌مانده نامحلول را با استفاده از یک کاغذ صافی (نوع ۵B) صاف کنید. آن را ۳ یا ۴ مرتبه با پرکلریک‌اسید (بند ۲-۳-۷) و سپس با آب گرم بشویید تا زمانی که آب شستشو عاری از اسید شود. محلول صاف شده و محلول‌های شستشو را در یک بشر ۳۰۰ ml جمع‌آوری کنید. با حرارت دادن محلول را تا حجم حدود ۵۰ ml تبخیر کنید. این محلول را به عنوان محلول اصلی نگه‌داری کنید.

۲-۵-۱-۲ باقی‌مانده نامحلول را به همراه کاغذ صافی در حالی که مرطوب هستند داخل یک بوتله پلاتینی ریخته (یادآوری) و آن‌ها را خشک کنید. بعد از این که کاغذ صافی کاملاً سوخته شد، آن را در دمای تا حد امکان پایین خاکستر کنید. پس از خنک کردن، ۲ ml نیتریک‌اسید (بند ۲-۳-۴) و ۲ ml پرکلریک‌اسید (بند ۲-۳-۶) و حدود ۵ ml هیدروفلوئوریک‌اسید (بند ۲-۳-۸) به بوتله پلاتینی اضافه کنید. بوتله را به آرامی حرارت دهید تا این که دود سفید غلیظ پرکلریک‌اسید متصاعد شود و سیلیکون‌دی‌اکسید، نیتریک‌اسید و هیدروفلوئوریک‌اسید زوده شوند. پس از خنک کردن بوتله، نمک‌های محلول را با اضافه کردن مقدار کمی آب به بوتله پلاتینی حل کنید. سپس این محلول را با محلول ذخیره شده در بند ۲-۵-۱-۱ ترکیب کنید.

یادآوری - هنگامی که در ابتدا مشخص است که مقدار باقی‌مانده کم است و هیچ سربی در آن وجود ندارد، عملیات بر روی باقی‌مانده (بند ۲-۵-۱) حذف می‌شود و باقی‌مانده نامحلول مجاز است که دور ریخته شود.

۲-۵-۲ جداسازی سرب

۱۰ ml محلول دی‌آمونینوم‌سیترات (بند ۲-۳-۲) را به محلول نمونه به‌دست‌آمده در بند ۲-۵-۱ اضافه کنید. سپس pH محلول را با استفاده از محلول آمونیاک (بند ۲-۳-۱۰) در حدود ۱۰ تنظیم کرده و آن را خنک کنید. سپس آن را به یک قیف جداکننده ۲۰۰ ml منتقل کنید. ۱۰ ml محلول دی‌تیزون-کلروفرم (بند ۲-۳-۲۳) به آن اضافه کرده و آن‌ها را به مدت حدود ۱ دقیقه به شدت تکان دهید تا مخلوط شوند. بگذارید قیف جداکننده ساکن بماند. سپس لایه زیرین حاوی فاز کلروفرم را به قیف جداکننده ۲۰۰ ml دیگری منتقل کنید. این عمل را تکرار کنید. اگر رنگ سبز محلول دی‌تیزون-کلروفرم بی‌رنگ نشد ۵۰ ml محلول شستشو (بند ۲-۳-۲۲) به محلول دی‌تیزون-کلروفرم جمع‌آوری شده اضافه کرده و قیف جداکننده را به مدت حدود ۱ دقیقه شدیداً تکان دهید تا مخلوط شوند و محلول شسته شود. سپس فاز کلروفرم را به قیف جداکننده ۲۰۰ ml دیگری منتقل کنید. ۲۰ ml هیدروکلریک‌اسید (بند ۲-۳-۳) به آن اضافه کنید. قیف جداکننده را به مدت حدود ۱ دقیقه شدیداً تکان دهید تا مخلوط شوند و سرب، روی و غیره به داخل فاز آبی منتقل شوند. فاز کلروفرم را دور بریزید (یادآوری را ببینید). ۵ ml کلروفرم (بند ۲-۳-۱۲) به محلول فاز آبی اضافه کنید و آن‌ها را با تکان دادن مخلوط کنید. باقی‌مانده دی‌تیزون را استخراج کنید و این عمل را تکرار کنید تا این‌که محلول بی‌رنگ شود. محلول فاز آبی را به یک بشر ۱۰۰ ml منتقل کنید. داخل قیف-جداکننده را با مقدار کمی آب بشویید و آب شستشو را با محلول اصلی ترکیب کنید. ۲ ml نیتریک‌اسید (بند ۲-۳-۴) و ۲ ml پرکلریک‌اسید (بند ۲-۳-۶) اضافه کنید. محلول را به مدت حدود ۱۰ دقیقه با حرارت دادن تبخیر کنید تا این‌که دود سفید پرکلریک‌اسید متصاعد شود و هیدروکلریک‌اسید و نیتریک‌اسید زدوده شوند. سپس بشر را خنک کرده و محتوای آن را با افزودن حدود ۵۰ ml آب گرم حل کنید. محلول را تا دمای اتاق خنک کنید. سپس محلول را به یک بالن اندازه‌گیری ۲۵۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق کنید.

یادآوری - وقتی که مقدار فاز کلروفرم ۵۰ ml یا بیشتر است، سرب باید الزاماً با تکرار عمل جداسازی استخراج برگشتی به-وسیله هیدروکلریک‌اسید (رقیق شده به نسبت ۱:۱۰۰) بازیابی شود.

۲-۵-۳ رنگی شدن

۲-۵-۳-۱ نمونه‌های عاری از بیسموت

مقدار ثابتی از محلول به‌دست‌آمده از بند ۲-۵-۲ را به صورت جداگانه، معمولاً، طبق جدول ۲ متناسب با محتوی سرب برداشته و به یک قیف جداکننده ۲۰۰ ml منتقل کنید و آن را با افزودن آب تا حجم حدود ۵۰ ml رقیق کنید. ۲ ml محلول دی‌آمونینوم‌سیترات (بند ۲-۳-۲۰)، ۱ ml محلول سدیم‌سیانید (بند ۲-۳-۳) و ۱۰ ml محلول آمونیاک (بند ۲-۳-۹) به آن اضافه کرده و با تکان دادن مخلوط کنید. سپس با دقت، ۲۰ ml محلول دی‌تیزون-بنزن (بند ۲-۳-۲۴) اضافه کنید و آن‌ها را به مدت حدود ۱۰ دقیقه با تکان دادن

شدید مخلوط کنید. بگذارید محلول ساکن بماند. سپس لایه زیرین حاوی محلول فاز آبی (یادآوری) را دور بریزید. ۵۰ ml محلول شستشو (بند ۲-۳-۲۲) به آن اضافه کرده و آن‌ها را به مدت حدود ۳۰ ثانیه با تکان دادن شدید مخلوط کنید. بگذارید محلول ساکن بماند. سپس محلول فاز آبی را دور بریزید.

۲-۳-۵-۲ نمونه حاوی بیسموت

مقدار ثابتی از محلول به دست آمده از بند ۲-۵-۲ را به صورت جداگانه، طبق قاعده، مطابق جدول ۲ متناسب با محتوای سرب برداشته و به یک بشر ۲۰۰ ml منتقل کنید. ۱۰ ml محلول پتاسیم هیدروژن-فتالات (۲-۳-۲۱) به آن اضافه کرده و با آب تا حجم حدود ۵۰ ml رقیق کنید. pH محلول را با اضافه کردن محلول آمونیاک (بند ۲-۳-۱۰) بین ۲٫۵ تا ۳ تنظیم کنید. سپس محلول را به یک قیف جداکننده ۲۰۰ ml منتقل کنید. ۱۰ ml محلول دی‌تیزون-بنزن (بند ۲-۳-۲۴) به آن اضافه کرده و به مدت حدود ۱ دقیقه با تکان دادن شدید مخلوط کنید. بگذارید محلول ساکن بماند. سپس لایه زیرین حاوی محلول فاز آبی را به قیف جداکننده ۲۰۰ ml دیگری منتقل کنید. ۵ ml آب به فاز بنزن اضافه کرده و آن‌ها را با تکان دادن مخلوط کنید. بگذارید محلول ساکن بماند. سپس لایه زیرین را با محلول آبی قبلی ترکیب کنید. ۱۰ ml محلول دی‌تیزون-بنزن (بند ۲-۳-۲۴) به محلول آبی اضافه کرده و جداسازی استخراجی را تکرار کنید. سپس فاز بنزن را دور بریزید. ۱ ml محلول سدیم سیانید (بند ۲-۳-۱۹) و ۱۰ ml محلول آمونیاک (بند ۲-۳-۹) به محلول آبی اضافه کنید. با دقت ۲۰ ml محلول دی‌تیزون-بنزن (بند ۲-۳-۲۴) به آن اضافه کنید و آن‌ها را به مدت حدود ۱ دقیقه با تکان دادن شدید مخلوط کنید. بگذارید محلول ساکن بماند و لایه زیرین حاوی محلول فاز آبی را دور بریزید (یادآوری را ببینید).

۵۰ ml محلول شستشو (بند ۲-۳-۲۲) به محلول اضافه کرده و آن‌ها را به مدت حدود ۳۰ ثانیه با تکان دادن شدید مخلوط کنید. بگذارید محلول ساکن بماند و محلول فاز آبی را دور بریزید.

جدول ۲- مقدار سرب براساس حجم نمونه برداشته شده

| حجم نمونه ml | مقدار سرب (%) |
|-----------------|--------------------------|
| ۵۰ | کمتر از ۰٫۰۱ |
| ۲۵ | از ۰٫۰۱ تا ۰٫۱ به جز ۰٫۱ |
| ۵ | از ۰٫۱ تا ۰٫۵ به جز ۰٫۵ |

یادآوری- به دلیل این که محلول فاز آبی حاوی سدیم سیانید است، لازم است در هنگام کار با آن مراقب باشید.

۴-۵-۲ اندازه‌گیری جذب، فاز بنزن به‌دست‌آمده در بند ۳-۵-۲ را با استفاده از یک کاغذ صافی خشک (نوع ۵A) صاف کنید. قسمت اول محلول صاف شده را دور بریزید. سپس قسمتی از محلول صاف شده را داخل یک سل جذب نورسنج بریزید و جذب را در طول‌موج نزدیک به ۵۲۰ nm و با استفاده از بنزن به‌عنوان محلول مقایسه اندازه‌گیری کنید.

۶-۲ تهیه منحنی کار

به یک سری بشرهای ۱۰۰ ml به ترتیب و با دقت، حجم‌های ۰ ml، ۱ ml، ۲ ml، ۳ ml، ۴ ml و ۵ ml محلول استاندارد سرب (بند ۲-۳-۲)، به هر کدام اضافه کنید و بشرها را با شیشه ساعت بپوشانید. سپس ۲ ml نیتریک‌اسید (بند ۲-۳-۲) و ۲ ml پرکلریک‌اسید (بند ۲-۳-۲) به آن‌ها اضافه کنید. محلول‌ها را به مدت حدود ۱۰ دقیقه با حرارت دادن تبخیر کنید تا دود سفید پرکلریک‌اسید متصاعد شود. پس از خنک کردن بشرها، محتوای آن‌ها را با اضافه کردن حدود ۵۰ ml آب گرم حل کنید و بشرها را تا دمای اتاق خنک کنید. سپس محتویات هر بشر را به یک بالن حجم‌سنجی ۲۵۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق کنید. از این پس طبق روش کار بندهای ۳-۵-۲ و ۴-۵-۲ عمل کنید. مقدار جذب را اندازه‌گیری کرده و رابطه بین جذب و مقدار سرب در محلول‌های رنگی را با استفاده از منحنی کار به‌دست آورید (یادآوری را ببینید).

یادآوری- یک منحنی کار می‌تواند با استفاده از چند نمونه استاندارد کانه آهن با مقادیر سرب مشخص که ترکیبات آن‌ها مشابه نمونه هستند تهیه شود. در این صورت، باید حداقل ۳ نمونه استاندارد با مقادیر سرب مختلف انتخاب شوند. مقادیر جذب با عمل کردن بر روی این نمونه‌های استاندارد، مطابق با روش کارهای بند ۱-۵-۲ تا بند ۴-۵-۲ اندازه‌گیری می‌شوند و رابطه بین جذب و مقدار سرب با استفاده از منحنی کار به‌دست می‌آید.

۷-۲ محاسبات

مقدار سرب باید با جاگذاری مقدار جذب به‌دست‌آمده از بند ۴-۵-۲ در منحنی کار تهیه شده در بند ۶-۲ به‌دست آید و مقدار سرب در نمونه بر حسب درصد باید از رابطه زیر محاسبه شود:

$$M(\%) = \frac{A}{W \times B} \times 100 \quad (1)$$

که در آن:

$M(\%)$ مقدار سرب در نمونه، بر حسب درصد؛

A مقدار سرب در حجم محلول نمونه برداشته شده، بر حسب گرم؛

W مقدار وزن نمونه، بر حسب گرم؛

B نسبت حجم محلول نمونه برداشته شده به حجم کل محلول نمونه می‌باشد.

۸-۲ دقت تجزیه‌ای

دقت تجزیه‌ای این روش باید مانند دقت آورده شده در جدول ۳ باشد.

جدول ۳- دقت تجزیه‌ای روش

| انحراف استاندارد درون آزمایشگاهی (%) | انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی (%) | مقدار سرب (%) |
|---|-------------------------------------|---|
| $0.0008 + [Pb(\%)] \times 0.0207$ | $0.0032 + [Pb(\%)] \times 0.0727$ | از ۰٫۰۰۳ تا ۰٫۱۶۶ به جزء ۰٫۱۶۶ (یادآوری) |
| یادآوری- مقادیر عددی در این جدول میانگین کمترین و بیشترین مقادیر محتوای سرب در نمونه‌ی استفاده شده برای اندازه‌گیری دقت تجزیه‌ای هستند. | | |

۳ روش جذب اتمی

۱-۳ روش آزمون

نمونه با استفاده از هیدروکلریک‌اسید و نیتریک‌اسید تجزیه می‌شود. بعد از خشک کردن، نمونه در هیدروکلریک‌اسید حل می‌شود. باقی‌مانده نامحلول هم‌مانند رسوب سیلیکون‌دی‌اکسید رسوبی یا رسوب‌های مانند آن صاف می‌شود و محلول صاف شده به عنوان محلول اصلی نگه‌داری می‌شود. پس از عملیات بر روی باقی‌مانده نامحلول با هیدروفلوئوریک‌اسید، ترکیب به‌وسیله پتاسیم‌دی‌سولفات ذوب می‌شود و محلول حاصل با محلول اصلی ترکیب می‌شود. پس از رقیق‌سازی محلول با مقدار ثابتی آب، مقدار جذب با استفاده از نورسنج جذب اتمی اندازه‌گیری می‌شود.

۲-۳ مواد و / یا واکنشگرها

در هنگام تجزیه فقط از مواد شناخته شده با خلوص تجزیه‌ای مشخص و فقط از آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۱-۲-۳ هیدروکلریک‌اسید، محلول با جرم‌حجمی ۱/۱۹ g/ml

۲-۲-۳ هیدروکلریک‌اسید (بند ۱-۲-۳)، رقیق شده به نسبت ۱:۱

۳-۲-۳ هیدروکلریک‌اسید (بند ۱-۲-۳)، رقیق شده به نسبت ۲:۱۰۰

۴-۲-۳ نیتریک‌اسید، محلول با جرم‌حجمی ۱/۴ g/ml

۵-۲-۳ نیتریک‌اسید (بند ۴-۲-۳)، رقیق شده به نسبت ۱:۱

۶-۲-۳ هیدروفلوئوریک‌اسید، محلول با جرم‌حجمی ۱/۱۴ g/ml

۷-۲-۳ سولفوریک‌اسید، محلول با جرم‌حجمی ۱/۸۴ g/ml و رقیق شده به نسبت ۱:۱

۸-۲-۳ آهن

تا حد امکان از آهن با درجه خلوص بالا که حاوی هیچ سربی نباشد یا این‌که مقدار سرب آن تا حد امکان کم و مشخص باشد استفاده شود.

۹-۲-۳ پتاسیم دی سولفات یا پتاسیم پیروسولفات

۱۰-۲-۳ محلول استاندارد سرب (محلول با غلظت ۱ mg/ml سرب)

g ۱,۰۰۰۰ سرب (با حداقل خلوص ۹۹/۹۵٪) را به وسیله ۳۰ ml نیتریک اسید (بند ۳-۲-۵) با حرارت دادن تجزیه کنید. پس از خنک کردن آن را به یک بالن حجم سنجی ۱۰۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق کنید.

۳-۳ وزن کردن مقداری از نمونه، طبق قاعده ۱,۰g از نمونه باید وزن شود.

۴-۳ عملیات

۱-۴-۳ آماده سازی محلول نمونه، یک محلول نمونه به صورت زیر تهیه شود.

۱-۴-۳-۱ نمونه وزن شده را به یک بشر ۳۰۰ ml منتقل کنید و بشر را با یک شیشه ساعت بپوشانید. ml ۳۰ هیدروکلریک اسید (بند ۳-۲-۱) به آن اضافه کنید. در ابتدا، بشر را در محلی با دمای کم (C ۶۰ تا C ۱۰۰) در اطراف یک صفحه داغ قرار دهید و آن را به مدت حدود ۱ ساعت در این وضعیت حفظ کنید. سپس بشر را به قسمتی با دمای بالا منتقل کرده و نمونه را به مدت حدود ۱۰ دقیقه به وسیله حرارت تا اندکی قبل از جوشیدن تجزیه کنید. سپس به محلول ۵ ml نیتریک اسید (بند ۳-۲-۴) اضافه کنید تا آهن یا ترکیبات مانند آن اکسید شوند. حرارت دادن را ادامه دهید تا تقریباً خشک شود. پس از خنک کردن، ml ۱۰ هیدروکلریک اسید (بند ۳-۲-۱) به آن اضافه کنید. دوباره آن را با حرارت دادن خشک کنید. پس از خنک کردن، ml ۲۰ هیدروکلریک اسید (بند ۳-۲-۲) به آن اضافه کرده و نمک های محلول را با حرارت دادن حل کنید. سپس ml ۵۰ آب گرم اضافه کنید و آن ها را با تکان دادن مخلوط کنید. باقی مانده نامحلول را با استفاده از کاغذ صافی (نوع ۵A) همراه با مقدار کمی خمیر کاغذ صافی، صاف کنید. دیواره داخلی بشر را با استفاده از یک میله شیشه ای مجهز به لوله پلاستیکی تمیز کنید و ماده چسبیده را به کاغذ صافی منتقل کنید. کاغذ صافی را با هیدروکلریک اسید (بند ۳-۲-۳) گرم بشویید تا زمانی که دیگر رنگ زرد آهن (III) کلرید بر روی کاغذ صافی مشاهده نشود. سپس کاغذ صافی را با آب گرم بشویید تا زمانی که آب شستشو عاری از اسید شود. محلول زیر صافی و آب شستشوها را درون یک بشر ۳۰۰ ml جمع آوری کنید. آن را با حرارت دادن تغلیظ کنید و به عنوان محلول اصلی نگه دارید.

۲-۱-۴-۳ باقی مانده نامحلول را همراه با کاغذ صافی به یک بوتله پلاتینی منتقل کنید. پس از خشک کردن، آن را در دمای تا حد امکان پایین خاکستر کنید. سپس بوتله پلاتینی را خنک کنید. باقی مانده را با سولفوریک اسید (۳-۲-۷) مرطوب کنید. حدود ۵ ml هیدروفلوئوریک اسید (بند ۳-۲-۶) به آن اضافه کرده و محلول را به آرامی حرارت دهید تا سیلیکون دی اکسید و سولفوریک اسید تبخیر شوند. پس از خنک کردن، g ۱,۰ پتاسیم دی سولفات (بند ۳-۲-۹) به آن اضافه کرده و درپوش بوتله را بگذارید. در ابتدا آن را به آرامی حرارت دهید سپس به تدریج دما را افزایش دهید و باقی مانده را با حرارت دادن تا یک حالت گرم به رنگ قرمز تیره ذوب کنید. پس از خنک کردن، بوتله پلاتینی را به درون محلول اصلی ذخیره شده در بند ۳-۲-۱-۴-۳-

۱ بریزید. سپس ۵ ml هیدروکلریک اسید (۳-۲-۱) به آن اضافه کرده و مذاب را به آرامی حرارت دهید تا حل شود. سپس بوته پلاتینی را با آب گرم بشویید و داخل آن را تخلیه کنید.

۳-۴-۱-۳ محلول را بر روی یک صفحه‌ی داغ تا حجم حدود ۵۰ ml تغلیظ کنید. پس از خنک کردن، آن را به وسیله شستشو به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق کنید (یادآوری را ببینید).

یادآوری - با محلول به دست آمده از بند ۳-۴-۳ می‌توان منگنز، مس، آلومینیوم اکسید، کلسیم اکسید، منیزیم اکسید، نیکل، کروم، روی، بیسموت و کبالت را اندازه‌گیری کرد.

۳-۴-۲ اندازه‌گیری

از قسمتی از محلول به دست آمده در بند ۳-۴-۱ استفاده کنید و مقدار جذب را به وسیله یک نورسنج جذب اتمی مطابق با شرایط اندازه‌گیری آورده شده در جدول ۴ اندازه‌گیری کنید.

جدول ۴- شرایط اندازه‌گیری با استفاده از دستگاه نورسنج جذب اتمی

| خط تجزیه‌ای nm | شعله مورد استفاده |
|--|-------------------|
| ۲۸۳٫۳ (۲۱۷٫۰) | هوا- استیلن |
| یادآوری- طول موج آورده شده در پرانتز، مجاز است که مطابق با دستگاه استفاده شود. | |

۳-۵ تهیه منحنی کار

چند بشر ۳۰۰ ml تهیه کنید. g ۰٫۶۰۰ از آهن وزن شده (بند ۳-۲-۸) درون هر یک از بشرها بریزید (یادآوری ۱ را ببینید). با آنها طبق روش کار بند ۳-۴-۱-۱ و ۳-۴-۱-۲ عمل کنید و محلول آهن را آماده-سازی کنید. سپس به ترتیب و با دقت محلول استاندارد سرب (یادآوری ۲ را ببینید) را به هر کدام از بشرها بیافزایید. محتویات هر بشر را به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق کنید. بر روی هر یک از محلول‌ها مطابق بند ۳-۴-۲ عمل کنید و منحنی رابطه بین مقدار جذب اندازه-گیری شده مربوط به نمونه و مقدار سرب با استفاده از منحنی کار به دست آورید.

یادآوری ۱- وقتی که آهن مورد استفاده حاوی سرب است، تصحیح در تهیه منحنی کار لازم است.

یادآوری ۲- در صورت نیاز، محلول استاندارد سربی که ۱۰ برابر رقیق شده را مورد استفاده قرار دهید.

۳-۶ محاسبات

مقدار سرب باید با جاگذاری مقدار جذب به دست آمده در بند ۳-۴-۲ در منحنی کار تهیه شده در بند ۳-۵ به دست آید و مقدار سرب نمونه بر حسب درصد باید با استفاده از رابطه زیر محاسبه شود:

$$T(\%) = \frac{A}{W} \times 100 \quad (2)$$

که در آن:

T مقدار سرب نمونه، بر حسب درصد؛
 A مقدار سرب در محلول نمونه، بر حسب گرم؛
 W مقدار نمونه وزن شده، بر حسب گرم می باشد.

۳-۷ دقت تجزیه‌ای

دقت تجزیه‌ای این روش باید مانند دقت آورده شده در جدول ۵ باشد.

جدول ۵- دقت تجزیه‌ای روش

| مقدار سرب (%) | انحراف استاندارد درون آزمایشگاهی (%) | انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی (%) |
|---|--------------------------------------|-------------------------------------|
| از ۰٫۰۰۲ تا ۰٫۰۲۲ به جز ۰٫۰۲۲ (یادآوری) | $۰٫۰۲۳۷ \times [Pb(\%)] + ۰٫۰۰۰۵$ | $۰٫۰۰۱۶ \times [Pb(\%)] + ۰٫۰۰۰۷$ |
| یادآوری- مقادیر عددی در این جدول میانگین کمترین و بیشترین مقادیر محتوای سرب در نمونه‌ی استفاده شده برای اندازه‌گیری دقت تجزیه‌ای هستند. | | |

۴ روش جذب اتمی - حذف آهن به وسیله MIBK

۴-۱ اصول آزمون

نمونه با هیدروکلریک اسید، نیتریک اسید و پرکلریک اسید تجزیه شده و دود سفید پرکلریک اسید متصاعد می‌شود. سپس نمک‌های محلول به وسیله هیدروکلریک اسید و آب حل می‌شوند. باقی مانده نامحلول صاف شده و محلول زیر صافی به عنوان محلول اصلی ذخیره می‌شود. عملیات روی باقی مانده نامحلول به وسیله هیدروفلوئوریک اسید انجام شده و این محلول با محلول اصلی ترکیب می‌شود. بعد از استخراج آهن از این محلول به وسیله MIBK که باید حذف شود، عملیات پرکلریک اسید دوباره تکرار می‌شود و محلول تا نزدیک خشک شدن تبخیر می‌شود. پس از رقیق‌سازی محلول تا مقدار ثابتی، مقدار جذب آن با استفاده از یک نورسنج جذب اتمی اندازه‌گیری می‌شود.

۴-۲ مواد و واکنشگرها

در هنگام تجزیه فقط از مواد شناخته شده با خلوص تجزیه‌ای مشخص و فقط از آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۴-۲-۱ هیدروکلریک اسید، محلول با جرم حجمی ۱٫۱۹ g/ml

۴-۲-۲ هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۱)، رقیق شده به نسبت ۶:۱۰

۴-۲-۳ هیدروکلریک اسید، رقیق شده به نسبت ۱:۱

۴-۲-۴ هیدروکلریک اسید، رقیق شده به نسبت ۱۰۰:۲

۴-۲-۵ نیتریک اسید، محلول با جرم حجمی ۱٫۴ g/ml

۶-۲-۴ نیتریک اسید (بند ۴-۲-۵)، رقیق شده به نسبت ۱:۱

۷-۲-۴ پرکلریک اسید، محلول با جرم حجمی ۱/۶۷ g/ml

۸-۲-۴ هیدروفلوئوریک اسید، محلول با جرم حجمی ۱/۱۴ g/ml

۹-۲-۴ آهن

تا حد امکان از آهن با درجه خلوص بالا که حاوی هیچ سربی نباشد یا اینکه مقدار سرب آن تا حد امکان کم و مشخص باشد استفاده شود.

۱۰-۲-۴ ۴- متیل - ۲- پنتانول (MIBK)، $(CH_3COH_2CH(CH_3)_2)$

۱۱-۲-۴ محلول استاندارد سرب (با غلظت ۱۰ $\mu\text{g/ml}$ سرب)

۱/۰۰۰۰ g سرب (بند ۴-۲-۱۲) را به وسیله ۳۰ ml نیتریک اسید (بند ۴-۲-۶) با حرارت دادن حل کنید. پس از خنک کردن، آن را به یک بالن اندازه گیری ۱۰۰۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق کنید. این محلول به عنوان محلول ذخیره است. برای تهیه محلول استاندارد سرب، به صورت جداگانه در هر بار مقدار مورد نیاز از این محلول ذخیره را برداشته و آن را به دقت با آب تا ۱۰۰ برابر رقیق کنید.

۱۲-۲-۴ سرب، با درجه خلوص ۹۹/۹۵٪

۳-۴ مقدار نمونه وزن شده: طبق قاعده ۱/۰ g از نمونه باید وزن شود.

۴-۴ عملیات

۱-۴-۴ آماده سازی محلول نمونه، محلول نمونه را مطابق زیر تهیه کنید.

۱-۱-۴-۴ نمونه وزن شده را به یک بشر ۳۰۰ ml منتقل کنید و بشر را با یک شیشه ساعت بپوشانید. ml ۳۰ هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۱) به آن اضافه کنید. در ابتدا، بشر را در محلی با دمای کم (60°C) تا 100°C در اطراف یک صفحه داغ قرار دهید و آن را به مدت حدود ۱ ساعت در این وضعیت حفظ کنید. سپس بشر را به قسمتی با دمای زیاد منتقل کنید و نمونه را به مدت حدود ۱۰ دقیقه به وسیله حرارت تا اندکی قبل از جوشیدن تجزیه کنید. سپس به محلول ۵ ml نیتریک اسید (بند ۴-۲-۵) اضافه کنید تا آهن یا ترکیبات مانند آن اکسید شوند. ۱۵ ml پرکلریک اسید (بند ۴-۲-۷) اضافه کنید و پی در پی محلول را با حرارت دادن تبخیر کنید تا دود سفید متصاعد شود.

هنگامی که نمکها شروع به رسوب کردند حرارت دادن را متوقف کنید. پس از خنک کردن، ۵ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۳) و حدود ۲۰ ml آب گرم به آن اضافه کنید. نمکهای محلول را با حرارت دادن حل کنید. باقی مانده نامحلول را با استفاده از یک کاغذ صافی (نوع ۵B) همراه با مقدار کمی خمیر کاغذ صافی، صاف کنید. دیواره داخلی بشر را با استفاده از میله شیشه ای مجهز به لوله پلاستیکی تمیز کنید و ماده چسبیده را به کاغذ صافی منتقل کنید. کاغذ صافی را با هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۴) گرم بشویید تا زمانی که دیگر رنگ زرد آهن (III) کلرید بر روی کاغذ صافی مشاهده نشود. سپس کاغذ صافی را با آب گرم بشویید تا زمانی که محلول شستشو عاری از اسید شود. محلول زیر صافی و آب شستشوها را درون یک بشر ۳۰۰ ml جمع آوری کنید. آن را با حرارت دادن تغلیظ کنید و به عنوان محلول اصلی ذخیره کنید.

۲-۱-۴-۴ باقی مانده نامحلول را همراه با کاغذ صافی به یک بوته پلاتینی منتقل کنید. پس از خشک کردن، آن را تا حد امکان در دمای پایین خاکستر کنید. سپس بوته پلاتینی را خنک کنید. باقی مانده را با ۲ ml پرکلریک اسید (بند ۴-۲-۷) مرطوب کنید. ۳ ml نیتروکلریک اسید (بند ۴-۲-۵) و حدود ۵ ml هیدروفلوئوریک-اسید (بند ۴-۲-۸) به آن اضافه کنید. محلول را به آرامی حرارت دهید تا دود سفید پرکلریک اسید متصاعد شود و سیلیکون دی اکسید، نیتروکلریک اسید و فلوئوریک اسید زدوده شوند. سپس آن را تبخیر کنید تا تقریباً خشک شود. پس از خنک کردن، ۵ ml هیدروکلریک اسید (۴-۲-۳) به آن اضافه کنید. نمکها را با حرارت دادن حل کنید. این محلول را با محلول اصلی ذخیره شده در بند ۴-۱-۴ ترکیب کنید. سپس این محلول را دوباره به وسیله حرارت دادن تبخیر کنید تا دود سفید متصاعد شود. تبخیر را تا آغاز ته نشین شدن نمکها ادامه دهید.

۲-۴-۴ حذف آهن

پس از خنک کردن نمکهای به دست آمده در بند ۴-۴-۱، آن را با ۱۵ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۲) حل کنید. سپس آن را با استفاده از شستشو با ۲۰ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۲) به یک قیف جداکننده ۳۰۰ ml منتقل کنید. ۵۰ ml MIBK (بند ۴-۲-۱۰) به قیف جداکننده اضافه کنید و آنها را به مدت ۱ دقیقه با تکان دادن شدید مخلوط کنید. بگذارید محلول ساکن بماند تا ۲ لایه جدا شوند. لایه زیرین حاوی محلول آبی را به قیف جداکننده ۳۰۰ ml دیگری منتقل کنید. سپس به MIBK در لایه بالایی، ۱۰ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۲) اضافه کنید. محلول را به وسیله تکان دادن به مدت ۱ دقیقه هم بزنید. بگذارید محلول ساکن بماند. سپس لایه زیرین حاوی محلول فاز آبی را با قیف جداکننده قبلی ترکیب کنید. ۵۰ ml MIBK (بند ۴-۲-۱۰) به آن اضافه کرده و آنها را به مدت حدود ۱ دقیقه با تکان دادن شدید مخلوط کنید. بگذارید محلول ساکن بماند تا دو لایه جدا شوند. سپس لایه زیرین حاوی محلول فاز آبی را با بشر اصلی ترکیب کنید. سپس آن را به آرامی حرارت دهید تا بیشتر MIBK آن تبخیر شود. ۵ ml نیتروکلریک اسید (بند ۴-۲-۵) اضافه کنید و پی در پی حرارت دهید تا دود سفید پرکلریک اسید متصاعد شود و محلول را تغلیظ کنید تا اینکه تقریباً خشک شود. پس از خنک کردن، ۵ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۳) به آن اضافه کنید. محلول را به آرامی حرارت دهید تا نمکها حل شوند. آن را تا دمای اتاق خنک کنید. سپس آن را به یک بالن اندازه گیری ۵۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه رقیق کنید.

۳-۴-۴ اندازه گیری

از قسمتی از محلول به دست آمده در بند ۴-۴-۲ استفاده کنید و مقدار جذب را به وسیله یک جذب اتمی مطابق با شرایط اندازه گیری آورده شده در جدول ۶ اندازه گیری کنید.

جدول ۶- شرایط اندازه‌گیری با استفاده از دستگاه جذب اتمی

| | |
|--|-------------------|
| خط تجزیه‌ای Nm | شعله مورد استفاده |
| ۲۸۳٫۳ (۲۱۷٫۰) | هوا- استیلن |
| یادآوری- طول موج آورده شده در پرانتز، مجاز است که مطابق با دستگاه استفاده شود. | |

۵-۴ تهیه منحنی کار

به یک سری بشر ۳۰۰ ml ۰٫۶۰۰g آهن وزن شده (بند ۴-۲-۹) اضافه کنید (یادآوری را ببینید). سپس به ترتیب و با دقت حجم‌های بین ۰ ml تا ۲۵ ml محلول استاندارد سرب (بند ۴-۲-۱۱) به هر کدام از آن‌ها اضافه کنید. بر روی هر یک از محلول‌ها مطابق بند ۴-۴-۱ تا ۴-۴-۳ عمل کنید و منحنی رابطه بین مقدار جذب اندازه‌گیری شده مربوط به نمونه و مقدار سرب با استفاده از منحنی کار به دست آورید.

یادآوری - وقتی که آهن مورد استفاده شامل سرب است، تصحیح در تهیه منحنی کار لازم است.

۶-۴ محاسبات

مقدار سرب باید با جاگذاری مقدار جذب به‌دست آمده در بند ۴-۴-۳ در منحنی کار تهیه شده در بند ۴-۵ به‌دست آید و مقدار سرب نمونه بر حسب درصد باید با استفاده از رابطه زیر محاسبه شود:

$$T(\%) = \frac{A}{W} \times 100 \quad (۵)$$

که در آن:

- T مقدار سرب نمونه، بر حسب درصد؛
 A مقدار سرب در محلول نمونه، بر حسب گرم؛
 W مقدار نمونه وزن شده، بر حسب گرم می‌باشد.

۷-۴ دقت تجزیه‌ای

دقت تجزیه‌ای این روش باید مانند دقت آورده شده در جدول ۷ باشد.

جدول ۷- دقت تجزیه‌ای روش

| انحراف استاندارد درون آزمایشگاهی (%) | انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی (%) | مقدار سرب (%) |
|---|--|---|
| $0.0176 \times [Pb(\%)] + 0.0002$ | $0.0086 \times [Pb(\%)] + 0.0001$ | از ۰٫۰۰۰۶ تا ۰٫۰۲۲ به جز ۰٫۰۲۲ (یادآوری) |
| یادآوری- مقادیر عددی در این جدول میانگین کمترین و بیشترین مقادیر محتوای سرب در نمونه‌ی استفاده شده برای اندازه‌گیری دقت تجزیه‌ای هستند. | | |