

جمهوری اسلامی ایران
سازمان برنامه و بودجه کشور

دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری غلظت فلزات گرانبها (طلا، نقره و گروه پلاتین)


ضابطه شماره ۷۰۴

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

www.mimt.gov.ir

سازمان برنامه و بودجه کشور
معاونت فنی، امور زیربنایی و تولیدی
امور نظام فنی و اجرایی

nezamfanni.ir

شماره: ۹۶/۱۷۴۰۱۵۹	بخشنامه به دستگاه‌های اجرایی، مهندسان مشاور و پیمانکاران
تاریخ: ۱۳۹۶/۱۲/۱۵	
موضوع: دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری غلظت فلزات گرانبها (طلا، نقره و گروه پلاتین)	
<p>در چارچوب نظام فنی و اجرایی یکپارچه کشور موضوع ماده (۳۴) قانون احکام دائمی برنامه‌های توسعه کشور و ماده (۲۳) قانون برنامه و بودجه و مواد (۶) و (۷) آیین‌نامه استانداردهای اجرایی طرح‌های عمرانی - مصوب سال ۱۳۵۲، به پیوست ضابطه شماره ۷۰۴ امور نظام فنی و اجرایی، با عنوان «دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری غلظت فلزات گرانبها (طلا، نقره و گروه پلاتین)» 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>	
<p>محمد باقر نوبخت</p> 	

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.

فلزات گرانبها شامل طلا، نقره و عناصر گروه پلاتین هستند که معمولا در مقادیر بسیار کم در سنگ‌ها (ppb) و کانسنگ‌ها (ppm) حضور دارند. با توجه به غلظت کم این عناصر و اهمیت اقتصادی آن‌ها باید از روش‌هایی استفاده شود که دقت و صحت لازم را داشته باشند. علاوه بر آن برداشت نمونه معرف و آماده‌سازی مناسب به دلیل احتمال بروز اثر نقطه‌ای (Nugget effect) باید بر اساس دستورالعمل مناسب انجام گیرد.

این ضابطه با عنوان "دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری غلظت فلزات گرانبها (طلا، نقره و گروه پلاتین)"، در چارچوب برنامه تهیه ضوابط و معیارهای معدن تهیه شده است و روش‌های متداول تعیین غلظت فلزات گرانبها را ارائه می‌کند. علاوه بر این روش‌های آماده‌سازی، تجزیه شیمیایی، محاسبات، حدود غلظت اندازه‌گیری به همراه مزایا و محدودیت‌های هر روش نیز 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

بهمن 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 آقارمضانعلی	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

علی اصغرزاده	کارشناس ارشد مهندسی معدن - سازمان توسعه و نوسازی معادن و صنایع معدنی ایران
بهروز برنا	کارشناس مهندسی معدن - سازمان زمین شناسی و اکتشافات معدنی کشور
محمد پریزادی	کارشناس ارشد مهندسی معدن - سازمان برنامه و بودجه کشور
نعمت... رشیدنژاد عمران	دکترای پترولوژی - دانشگاه تربیت مدرس
بهزاد مهربابی	دکترای زمین شناسی اقتصادی - دانشگاه خوارزمی

اعضای کارگروه تنظیم و تدوین به ترتیب حروف الفبا

مهدی ایران نژاد	دکترای مهندسی فرآوری مواد معدنی - دانشگاه صنعتی امیرکبیر
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 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

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

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱	فصل اول - تعاریف و مفاهیم
۳	۱-۱- تعاریف و مفاهیم.....
۵	فصل دوم - دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت طلا
۷	۱-۲- آشنایی.....
۷	۲-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت طلا به روش انحلال در تیزاب سلطانی و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES.....
۷	۱-۲-۲- تجهیزات آزمایشگاهی.....
۷	۲-۲-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز.....
۷	۳-۲-۲- تجهیزات دستگاهی.....
۷	۴-۲-۲- ویژگی‌های نمونه.....
۸	۵-۲-۲- آماده‌سازی نمونه.....
۸	۶-۲-۲- روش کار با دستگاه ICP-OES.....
۸	۷-۲-۲- محاسبات.....
۹	۸-۲-۲- مزایا و محدودیت‌ها.....
۹	۳-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری عنصر طلا به روش آماده‌سازی با کربن فعال و با دستگاه جذب اتمی.....
۹	۱-۳-۲- تجهیزات آزمایشگاهی.....
۹	۲-۳-۲- مواد شیمیایی.....
۱۰	۳-۳-۲- تجهیزات دستگاهی.....
۱۰	۴-۳-۲- ویژگی‌های نمونه.....
۱۰	۵-۳-۲- آماده‌سازی نمونه.....
۱۰	۶-۳-۲- روش کار با دستگاه جذب اتمی.....
۱۱	۷-۳-۲- محاسبات.....
۱۱	۸-۳-۲- مزایا و محدودیت‌ها.....
۱۱	۴-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت طلا به روش آماده‌سازی قال‌گذاری و تجزیه با دستگاه جذب اتمی.....
۱۱	۱-۴-۲- تجهیزات آزمایشگاهی.....
۱۱	۲-۴-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز.....
۱۲	۳-۴-۲- تجهیزات دستگاهی.....
۱۲	۴-۴-۲- ویژگی‌های نمونه.....
۱۲	۵-۴-۲- آماده‌سازی نمونه.....
۱۲	۶-۴-۲- روش کار با دستگاه جذب اتمی.....
۱۳	۷-۴-۲- محاسبات.....
۱۳	۸-۴-۲- مزایا و محدودیت‌ها.....
۱۳	۵-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری عنصر طلا به روش آماده‌سازی قال‌گذاری و اندازه‌گیری با روش گراویمتری (وزن‌سنجی)

۱۳تجهیزات آزمایشگاهی	۱-۵-۲
۱۴معرف‌ها و مواد مورد نیاز	۲-۵-۲
۱۴تجهیزات دستگاهی	۳-۵-۲
۱۴ویژگی‌های نمونه	۴-۵-۲
۱۴آماده‌سازی نمونه	۵-۵-۲
۱۵محاسبات	۶-۵-۲
۱۵مزایا و محدودیت‌ها	۷-۵-۲

۱۷ فصل سوم- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت نقره

۱۹آشنایی	۱-۳
۱۹دستورالعمل اندازه‌گیری عنصر نقره به روش انحلال مستقیم با چهار اسید و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES	۲-۳
۱۹تجهیزات آزمایشگاهی	۱-۲-۳
۱۹مواد شیمیایی مورد نیاز	۲-۲-۳
۱۹تجهیزات دستگاهی	۳-۲-۳
۱۹ویژگی‌های نمونه	۴-۲-۳
۲۰آماده‌سازی نمونه	۵-۲-۳
۲۰روش کار با دستگاه ICP-OES	۶-۲-۳
۲۰محاسبات	۷-۲-۳
۲۱مزایا و محدودیت‌ها	۸-۲-۳
۲۱دستورالعمل اندازه‌گیری عنصر نقره به روش قال‌گذاری و اندازه‌گیری با دستگاه جذب اتمی	۳-۳
۲۱تجهیزات آزمایشگاهی	۱-۳-۳
۲۱مواد شیمیایی مورد نیاز	۲-۳-۳
۲۲تجهیزات دستگاهی	۳-۳-۳
۲۲ویژگی‌های نمونه	۴-۳-۳
۲۲آماده‌سازی نمونه	۵-۳-۳
۲۲روش کار با دستگاه جذب اتمی	۶-۳-۳
۲۳محاسبات	۷-۳-۳
۲۳مزایا و محدودیت‌ها	۸-۳-۳
۲۳دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت نقره به روش انحلال مستقیم با تیزاب و با دستگاه ICP-OES	۴-۳
۲۳تجهیزات آزمایشگاهی	۱-۴-۳
۲۳مواد شیمیایی مورد نیاز	۲-۴-۳
۲۳تجهیزات دستگاهی	۳-۴-۳
۲۳ویژگی‌های نمونه	۴-۴-۳
۲۴آماده‌سازی نمونه	۵-۴-۳
۲۴روش کار با دستگاه ICP-OES	۶-۴-۳

۲۴ محاسبات، ۷-۴-۳
۲۵ مزایا و محدودیت‌ها، ۸-۴-۳
۲۷	فصل چهارم- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت پلاتین و پالادیم
۲۹ ۱-۴-۱- آشنایی
۲۹ ۲-۴-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر پلاتین و پالادیم به روش انحلال مستقیم با چهار اسید و با دستگاه ICP-OES..
۲۹ ۴-۲-۱- تجهیزات آزمایشگاهی
۲۹ ۴-۲-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز
۲۹ ۴-۲-۳- تجهیزات دستگاهی
۲۹ ۴-۲-۴- ویژگی‌های نمونه
۳۰ ۴-۲-۵- آماده‌سازی نمونه
۳۰ ۴-۲-۶- روش کار با ICP-OES
۳۰ ۴-۲-۷- محاسبات
۳۱ ۴-۲-۸- مزایا و محدودیت‌ها
۳۱ ۴-۳-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر پلاتین و پالادیم به روش قال گذاری و اندازه‌گیری با دستگاه جذب اتمی.....
۳۱ ۴-۳-۱- تجهیزات آزمایشگاهی
۳۱ ۴-۳-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز
۳۲ ۴-۳-۳- تجهیزات دستگاهی
۳۲ ۴-۳-۴- ویژگی‌های نمونه
۳۲ ۴-۳-۵- آماده‌سازی نمونه
۳۲ ۴-۳-۶- روش کار با دستگاه جذب اتمی
۳۳ ۴-۳-۷- محاسبات
۳۳ ۴-۳-۸- مزایا و محدودیت‌ها
۳۵	فصل پنجم- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت عناصر گروه پلاتین
۳۷ ۱-۵-۱- آشنایی
 ۵-۲-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر روتینیم، رودیم، ایریدیم، اسمیم به روش انحلال مستقیم با چهار اسید و با دستگاه
۳۷ ICP-OES
۳۷ ۵-۲-۱- تجهیزات آزمایشگاهی
۳۷ ۵-۲-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز
۳۷ ۵-۲-۳- تجهیزات دستگاهی
۳۷ ۵-۲-۴- ویژگی‌های نمونه
۳۸ ۵-۲-۵- آماده‌سازی نمونه
۳۸ ۵-۲-۶- روش کار با ICP-OES
۳۸ ۵-۲-۷- محاسبات
۳۹ ۵-۲-۸- مزایا و محدودیت‌ها
 ۵-۳-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر رودیم، ایریدیم و روتینیم به روش انحلال مستقیم با چهار اسید و اندازه‌گیری با
۳۹ دستگاه ICP-MS
۳۹ ۵-۳-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

۳۹مواد شیمیایی مورد نیاز.....۲-۳-۵
۴۰تجهیزات دستگاهی.....۳-۳-۵
۴۰ویژگی‌های نمونه.....۴-۳-۵
۴۰آماده‌سازی نمونه.....۵-۳-۵
۴۰روش کار با ICP-MS.....۶-۳-۵
۴۰محاسبات.....۷-۳-۵
۴۱مزایا و محدودیت‌ها.....۸-۳-۵
۴۱دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر روتیم، رودیم، ایریدیم، اسمیم به روش قال‌گذاری و با دستگاه جذب اتمی.....۴-۵
۴۱تجهیزات آزمایشگاهی.....۱-۴-۵
۴۱مواد شیمیایی مورد نیاز.....۲-۴-۵
۴۲تجهیزات دستگاهی.....۳-۴-۵
۴۲ویژگی‌های نمونه.....۴-۴-۵
۴۲آماده‌سازی نمونه.....۵-۴-۵
۴۲روش کار با دستگاه جذب اتمی.....۶-۴-۵
۴۳محاسبات.....۷-۴-۵
۴۳مزایا و محدودیت‌ها.....۸-۴-۵
۴۵	پیوست - واحدها

فصل ۱

تعاریف و مفاهیم

۱-۱- تعاریف و مفاهیم

بخشی از مفاهیم پایه روش‌های تجزیه‌ای در نشریه شماره ۶۵۲ سازمان برنامه و بودجه کشور با عنوان "دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری عناصر در کانسنگ آهن" ارایه شده است. در این فصل تعاریف و مفاهیم پایه ویژه روش‌های مورد استفاده در تجزیه شیمیایی عناصر گرانبها ارایه می‌شود.

قال‌گذاری^۱: روشی برای جداسازی طلا، نقره و عناصر گروه پلاتین از ماتریکس نمونه به کمک فرآیند ذوب در بوته‌هایی از جنس خاک نسوز و با استفاده از کمک ذوب است. طی این فرآیند از سرب یا سولفید نیکل به عنوان جذب‌کننده استفاده می‌شود. کلمه قال‌گذاری به صورت عمومی معرف استفاده از سرب به عنوان جذب‌کننده است و در صورتی که از سولفید نیکل استفاده شود باید در ادامه روش نام آن آورده شود. قال‌گذاری یکی از روش‌های کلاسیک تجزیه شیمیایی فلزات گرانبها به ویژه عنصر طلا است. از این روش برای تجزیه کمی پلاتین، پالادیم، رودیم و نقره نیز استفاده می‌شود. ایریدیم، اسمیم و روتنیم نیز جذب سرب ذوب می‌شوند اما تجزیه این عناصر با این روش نیاز به مهارت بالا و رعایت نکات تجربی دارد. در قال‌گذاری به منظور تسهیل بازیابی کمی عناصر در نمونه‌های با غلظت کم، باید مقداری نقره فلزی (در صورتی که طلا، پلاتین و پالادیم اندازه‌گیری می‌شود) یا طلا (در صورتی که نقره، رودیم یا ایریدیم اندازه‌گیری می‌شود) به نمونه اضافه کرد. باقی‌مانده فلزی بعد از کوپولاسیون می‌تواند به طور فیزیکی بازیابی شود.

دکمه^۲: فاز سرب یا سولفید نیکل جذب‌کننده فلزات گرانبها بعد از فرآیند ذوب که به صورت دکمه جامد باقی می‌ماند.

بار (شارژ)^۳: مخلوط نمونه و کمک ذوب در طی فرآیند قال‌گذاری که در بوته ریخته می‌شود.

جذب‌کننده^۴: سرب و یا سولفید نیکل موجود در بار که باعث جمع و جذب کردن فلزات گرانبهای نمونه پس از ذوب می‌شود.

کوپولاسیون: روشی در قال‌گذاری با سرب که در آن دکمه سربی حاوی فلزات گرانبها در یک بوته از جنس خاکستر پودر استخوان (کوپل) در دمای بین ۹۰۰ تا ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد و در شرایط اکسایش قرار داده می‌شود. در این شرایط سرب اکسید شده، جذب بدنه کوپل می‌شود و فلزات گرانبها به صورت یک قرص در کوپل استخوانی باقی می‌مانند.

کمک ذوب: مخلوطی از ترکیبات متفاوت که قبل از انجام عمل ذوب به نمونه اضافه می‌شود. این ترکیبات شامل کربنات سدیم، بورات سدیم (بوراکس)، مونوکسید سرب (لیتارژ) و آرد سفید یا سولفید نیکل (یا فلز نیکل به علاوه گل گوگرد) است.

سرباره^۵: ماتریکس باقی‌مانده پس از ذوب که فلزات گرانبها باید از آن جدا شده باشند.

جدایش^۶: فرآیندی که در آن قرص به جا مانده بعد از انجام قال‌گذاری برای انحلال و تجزیه شیمیایی تک تک عناصر آماده می‌شود.

-
- 1- Cupellation
 - 2- Button
 - 3- Charge
 - 4- Collector
 - 5- Slag
 - 6- Parting

قرص^۱: بخش باقی مانده در کف کوپل استخوانی بعد از انجام مراحل قال گذاری و کوپولاسیون که به صورت قرص است.

اسکوریفیکاسیون^۲: روش مورد استفاده در قال گذاری با سرب که در آن قبل از انجام عمل کوپولاسیون (که باید تنها جرمی از سرب به وزن تقریبی ۳۰ گرم باقی بماند) انجام می گیرد تا وزن نمونه برای انجام کوپولاسیون مناسب باشد. در صورتی که وزن سرب باقی مانده بیش از ۳۰ گرم باشد ابتدا آن را در اسکریفایر و دمای تقریبی ۹۵۰ درجه سانتی گراد قرار می دهند تا مقداری از سرب اکسید شود. لایه اکسید سطحی پس از آن برداشته می شود.

شات^۳: گلوله های سرب باقی مانده در فاز سیلیکاته ذوب شده که نشان دهنده انجام ناقص فرآیند ذوب و ته نشینی سرب است.

ونینگ^۴: روش ارزیابی کیفی ترکیبات موجود در نمونه برای تعیین مناسب ترین ترکیب کمک ذوب است. این روش شامل مرطوب کردن بخش کوچکی از نمونه و اضافه کردن چند قطره هیدروکلریک اسید ۵۰ درصد است. از میزان جوشش نمونه، مقدار کربنات، از بوی سولفید هیدروژن، مقدار کانی های سولفیدی و از باقی مانده آن کانی های رسی، کوارتز و کانی های تیره تخمین زده می شود.

-
- 1- Prill
 - 2- Scorification
 - 3- Shot
 - 4- Vanning

فصل ۲

دستور العمل اندازه گیری

غلظت طلا

۲-۱-۱- آشنایی

در نمونه‌های معدنی، طلا در غلظت‌های بسیار کم در حد گرم در تن و یا میلی‌گرم در تن وجود دارد. برای اندازه‌گیری غلظت طلا در نمونه باید از روش‌هایی استفاده شود که قادر به تعیین این مقدار در نمونه‌ها باشد. در این فصل روش‌های اندازه‌گیری طلا ارزیابی شده است.

۲-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت طلا به روش انحلال در تیزاب سلطانی و اندازه‌گیری با دستگاه

ICP-OES^۱

هدف، اندازه‌گیری غلظت طلای موجود در نمونه به صورت قابل حل در تیزاب سلطانی و اندازه‌گیری آن با دستگاه ICP-OES است.

۲-۲-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

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

۲-۲-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho=1,18$)
- هیدروفلوریک اسید غلیظ ۴۰ درصد ($\rho=1,15$)
- پرکلریک اسید غلیظ ۷۰ درصد ($\rho=1,67$)
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho=1,51$)

۲-۲-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه ICP-OES

۲-۲-۴- ویژگی‌های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون داشته باشد.

1- Inductively coupled plasma optical emission spectroscopy

2- ρ - جرم مخصوص نسبی

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 نیز افزایش داد. بشرهای تفلونی باید قبلا یک بار با آب معمولی و سپس با آب مقطر شسته شوند، سپس با مقدار کمی آب مقطر نمونه ها مرطوب شوند تا در هنگام افزودن تیزاب سلطانی در صورت وجود ترکیبات کربناتی، از پاشیدن نمونه به بیرون جلوگیری شود. مقدار ۱۵ میلی لیتر تیزاب سلطانی (۳ قسمت هیدروکلریک اسید و یک قسمت نیتریک اسید) به بشر اضافه و نمونه ها بر روی صفحه گرمکن در دمای تقریبی ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار داده شود تا انحلال انجام گیرد و حجم محلول نمونه به نصف کاهش یابد. بسته به انحلال نمونه این فرآیند حداقل ۲ ساعت یا بیشتر طول می کشد و برای انحلال کامل مقدار ۲ میلی لیتر هیدروکلریک اسید مجدداً به نمونه اضافه 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. به منظور 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 مورد تجزیه قرار گیرد.

۲-۲-۶- روش کار با دستگاه ICP-OES

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

- تهیه محلول های استاندارد مانند یک، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ (ppm) از عناصر مورد اندازه گیری
- انتخاب عناصر و تعیین طول موج مناسب و ثبت آن ها
- تعیین شرایط مانند تعداد دفعات تکرار و قرائت نمونه
- تعیین زمان شستشو برای رساندن محلول استاندارد یا نمونه به محیط پلاسما و شروع تجزیه آن
- تعیین محدوده واسنجی دستگاه بر اساس محلول های استاندارد ساخته شده
- قرائت نمونه های استاندارد به منظور ثبت شدت ها و رسم منحنی واسنجی
- تجزیه نمونه های مجهول (پس از اندازه گیری هر ۴ نمونه مجهول، یک استاندارد برای کنترل دستگاه باید قرائت شود).

۲-۲-۷- محاسبات

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

$$W_M = (P_1 - P_0)fv/w \quad (1-2)$$

که در آن:

W_M غلظت عنصر در نمونه (ppm)

P_1 غلظت عنصر در محلول (ppm)

P_0 غلظت عنصر در نمونه پوچ (ppm)

f فاکتور رقت

v حجم محلول (میلی لیتر)

w وزن نمونه (گرم)

۲-۲-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش سرعت آماده‌سازی و اندازه‌گیری است و همچنین امکان اندازه‌گیری هم‌زمان چندین عنصر دیگر به همراه اندازه‌گیری طلا و حساسیت بسیار بالای این روش به دلیل دمای بالای پلاسما است که امکان نشر طیف عناصر را فراهم می‌سازد. از محدودیت‌های این روش وجود تداخل و همپوشانی‌های طیفی عناصر دیگر و ایجاد مزاحمت در اندازه‌گیری طلا است. محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری با این روش بین یک تا ۳۰۰ (ppm) است.

۲-۳-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری عنصر طلا به روش آماده‌سازی با کربن فعال و با دستگاه جذب اتمی

۲-۳-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

- بشر تفلونی ۱۵۰ میلی لیتری

- صفحه گرمکن آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد

- لوله آزمایش با حجم ۱۰ میلی لیتر کلاس A

- فیلتر حاوی کربن فعال

- قیف شیشه‌ای

- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

- شیشه ساعت ۱۰ سانتی‌متری

- بوته چینی ۱۰۰ میلی لیتری

۲-۳-۲- مواد شیمیایی

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho=1.18$)

- آمونیم بی‌فلورید ($\rho=1.01$)

- تهیه استاندارد عنصر پالادیم با غلظت ۱۰۰۰ میلی‌گرم در لیتر

- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho=1.51$)

۲-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

- دستگاه جذب اتمی
- کوره آزمایشگاهی ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد

۲-۳-۴- ویژگی های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون داشته باشد.

۲-۳-۵- آماده سازی نمونه

۱۰ گرم نمونه ریزتر از ۷۴ میکرون به مدت یک ساعت در دمای ۵۸۰ درجه سانتی گراد قرار داده شود (برای حذف مواد آلی و عناصر فرار). سپس نمونه به داخل بشر منتقل و ۱۰ میلی لیتر آب مقطر و ۴۵ میلی لیتر تیزاب غلیظ به آن اضافه شود. دهانه بشرها باید با شیشه ساعت پوشانده شود و روی صفحه گرمکن در دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد تا به حجم حدودا ۲۵ میلی لیتر برسد. بعد از گذشت ۲۴ ساعت درپوشها با تیزاب ۵ درصد شسته و به هر کدام ۱۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه شود و محلولهای صاف شده از فیلترهای حاوی کربن فعال عبور داده شود (برای تهیه هر فیلتر حدود ۰/۱ گرم کربن فعال استفاده می شود). پس از عبور محلول از فیلترها، رسوب بالای هر قیف سه بار با ۱۰ میلی لیتر تیزاب ۵ درصد و بعد از برداشتن قیف سه بار با ۱۰ میلی لیتر تیزاب ۵ درصد و دو بار با آمونیم بی فلورید گرم ۲ درصد (برای حذف آهن) و سپس سه بار با ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۵ درصد و در نهایت یک بار با آب مقطر شسته شود. فیلتر را داخل بوته چینی گذاشته، به آن ۵۰ میلی لیتر از استاندارد ۱۲ میلی گرم در لیتر پالادیم اضافه (به عنوان استاندارد داخلی) و به مدت حدودا یک ساعت در دمای ۶۸۰ درجه سانتی گراد قرار داده شود تا فیلتر کاملا بسوزد و خاکستر بسیار کمی باقی بماند. به خاکستر حاصل، حدود یک میلی لیتر تیزاب غلیظ اضافه و کمی حرارت داده شود تا تیزاب بیرنگ شود. دوباره به آن حدود یک میلی لیتر تیزاب غلیظ اضافه کرد و حرارت داد تا خاکستر کاملا حل شود. پس از آن نمونه به لوله آزمایش ۱۰ میلی لیتر منتقل شده و با تیزاب ۵ درصد به حجم رسانده شود.

۲-۳-۶- روش کار با دستگاه جذب اتمی

- با استفاده از محلولهای استاندارد ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر، محلولهای استاندارد از عناصر مورد نیاز برای واسنجی تهیه شود (به عنوان مثال استانداردهای ۱، ۲، ۵ و ۱۰ میلی گرم در لیتر).
- به منظور تصحیح اثر ماتریکس، مقدار اسیدی که در حین آماده سازی به نمونهها اضافه می شود به محلولهای استاندارد و به نمونه پوچ اضافه شود.
- دستگاه روشن و لامپ عنصر مورد نظر در جای مخصوص قرار داده شود.
- برنر مناسب در جای مخصوص قرار داده شود.
- تنظیمات دستگاه مطابق با دستورالعمل انجام گیرد.
- با استفاده از محلولهای استاندارد ساخته شده، منحنی واسنجی رسم شود.
- بعد از رسم منحنی واسنجی نمونههای مجهول تجزیه شود.

۲-۳-۷- 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 در محلول (ppm)

P_0 غلظت عنصر در نمونه پوچ (ppm)

f فاکتور رقت

v حجم محلول (میلی لیتر)

w وزن نمونه (گرم)

۲-۳-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش دقت و صحت مناسب و همچنین اقتصادی بودن آن نسبت به روش‌های مشابه دیگر است. از محدودیت‌های این روش، تعدد مراحل و صرف زمان نسبتاً بیشتر نسبت به روش‌های مشابه است. محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری با این روش بین ۵۰ تا ۱۰۰۰۰ میلی‌گرم در تن (ppb) است.

۲-۴- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت طلا به روش آماده‌سازی قال‌گذاری و تجزیه با دستگاه جذب

اتمی

۲-۴-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

- بوته ذوب ۳۵۰ میلی‌لیتر با تحمل دمای بالای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد
- صفحه گرمکن آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- لوله آزمایش با حجم ۱۰ میلی‌لیتر کلاس A
- کوپل استخوانی
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- بوته چدنی با حجم ۳۵۰ میلی‌لیتر
- چکش فلزی

۲-۴-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho = 1,18$)

- اکسید سرب خالص آزمایشگاهی
- اکسید بور خالص آزمایشگاهی
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($p=1/51$)
- سدیم کربنات خالص آزمایشگاهی
- نقره خالص آزمایشگاهی

۲-۴-۳- تجهیزات دستگاهی

- دستگاه جذب اتمی
- کوره آزمایشگاهی ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد

۲-۴-۴- ویژگی های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون داشته باشد.

۲-۴-۵- آماده سازی نمونه

ابتدا ۵۰ گرم نمونه با ترازوی چهار رقم اعشار توزین شده و مقدار ۱۵۰ گرم کمک ذوب (۶۰ گرم اکسید سرب، ۷۰ گرم سدیم کربنات و ۲۰ گرم اکسید بور) به آن اضافه و سپس کاملاً مخلوط شده و در بوتله های ذوب ریخته شود. بوتله را به مدت ۶۰ دقیقه در کوره با دمای ۱۰۰۰ درجه قرار داده تا ذوب انجام گیرد و طلای موجود در نمونه در سرب تغلیظ و در ته بوتله جمع آوری شود. برای اطمینان از صحت انجام فرآیند ذوب، بوتله بازدید و پس از اطمینان از ذوب کامل، مذاب به آرامی در داخل ظروف چدنی تخلیه شود. پس از سرد شدن، قالب چدنی تخلیه و با ضربه چکش دکمه سربی از سرباره آن جدا شود.

دکمه سربی همراه با ۲۰ میلی گرم سیم نقره خالص به کوپل منتقل شود و کوپل در داخل کوره با دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد. طی این فرآیند طلا و نقره موجود از سرب جدا شده و به صورت قرص در کف کوپل تشکیل می شود. در برخی از آزمایشگاه ها سیم نقره از ابتدا به شارژ اضافه می شود.

برای انحلال، مقدار ۵ میلی لیتر نیتریک اسید را در لوله آزمایش ریخته و قرص حاوی طلا و نقره به داخل آن انداخته شود. سپس یک میلی لیتر کلریک اسید اضافه شود تا نقره رسوب و محلول باقی مانده برای انحلال طلا انجام شود. محلول حاصل را در لوله آزمایش ۱۰ میلی لیتری به حجم رسانده و برای تجزیه به روش جذب اتمی آماده شود.

۲-۴-۶- 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 تهیه شود (به عنوان مثال استانداردهای ۱، ۲، ۵ و ۱۰ میلی گرم در لیتر).
- به منظور 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 عنصر مورد نظر در جای مخصوص قرار داده شود.
- برنر مناسب در جای مخصوص قرار داده شود.
- تنظیمات دستگاه مطابق با دستورالعمل انجام گیرد.
- با استفاده از محلول‌های استاندارد ساخته شده، منحنی واسنجی رسم شود.
- بعد از رسم منحنی واسنجی نمونه‌های مجهول تجزیه شود.

۲-۴-۷- 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 در محلول (ppm)

P_0 غلظت عنصر در نمونه پوچ (ppm)

f فاکتور رقت

v حجم محلول (میلی لیتر)

w وزن نمونه (گرم)

۲-۴-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش دقت و صحت بسیار بالا برای غلظت‌های در حد میلی‌گرم و میکروگرم در تن عنصر طلا است. از محدودیت‌های این روش نیز می‌توان به هزینه و زمان نسبتاً بالا در مقایسه با روش‌های دیگر اشاره کرد. محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری با این روش بین ۱۰ تا ۱۰۰۰۰ میلی‌گرم در تن (ppb) است.

۲-۵- دستورالعمل اندازه‌گیری عنصر طلا به روش آماده‌سازی قال‌گذاری و اندازه‌گیری با روش گراویمتری (وزن‌سنجی)

۲-۵-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

- بوته ذوب ۳۵۰ میلی‌لیتر با تحمل دمای بالای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد
- صفحه گرمکن آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بوته چینی با حجم ۱۰ میلی‌لیتر
- کوپل استخوانی
- قیف شیشه‌ای

- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- بوتله چدنی با حجم ۳۵۰ میلی لیتر
- چکش فلزی

۲-۵-۲- معرفها و مواد مورد نیاز

- اکسید سرب خالص آزمایشگاهی
- اکسید بور خالص آزمایشگاهی
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho=1,51$)
- سدیم کربنات خالص آزمایشگاهی
- نقره خالص آزمایشگاهی

۲-۵-۳- تجهیزات دستگاهی

- ترازوی با دقت پنج رقم اعشار به بالا (حتی الامکان هفت رقم اعشار)
- کوره آزمایشگاهی ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد

۲-۵-۴- ویژگی های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون داشته باشد.

۲-۵-۵- آماده سازی نمونه

ابتدا ۵۰ گرم نمونه با ترازوی چهار رقم اعشار توزین و مقدار ۱۵۰ گرم کمک ذوب (۶۰ گرم اکسید سرب، ۷۰ گرم سدیم کربنات، ۲۰ گرم اکسید بور) به آن اضافه و سپس کاملاً مخلوط شده و در بوتله های ذوب ریخته شود. بوتله به مدت ۶۰ دقیقه در کوره ذوب با دمای ۱۰۰۰ درجه قرار داده تا ذوب انجام گیرد و طلای موجود در نمونه، در سرب تغلیظ و در کف ظرف جمع آوری شود. برای اطمینان از صحت انجام فرآیند ذوب، بوتله بازدید و پس از اطمینان از ذوب کامل مذاب به آرامی در داخل ظروف چدنی تخلیه شود. پس از سرد شدن، قالب چدنی تخلیه و با ضربه چکش دکمه سربی از سرپاره آن جدا شود. دکمه سربی همراه با ۲۰ میلی گرم سیم نقره خالص را در کوپل قرار داده و داخل کوره با دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد. طی این فرآیند طلا و نقره موجود از سرب جدا شده و به صورت قرص در کف کوپل تشکیل می شود. در برخی از آزمایشگاه ها سیم نقره از ابتدا به شارژ اضافه می شود.

مقدار تقریبی ۵ میلی لیتر نیتریک اسید با نسبت یک به ۳ با آب مقطر در کوره چینی ریخته و گرم شود تا حدی که محلول نجوشد. سپس قرص حاوی طلا و نقره به داخل آن انداخته شود که در این مرحله نقره موجود در قرص به صورت نیترات نقره در فاز آبی باقی مانده و طلا به صورت جامد در کف بوتله باقی می ماند. سپس طلای حاصل بوتله با آب مقطر گرم شستشو داده شود تا کل

محلول حاوی نقره شسته شود و پس از آن طلای باقی‌مانده را با شعله مستقیم حرارت داده شود و در نهایت سرد و با ترازوی با دقت هفت رقم اعشار توزین شود.

۲-۵-۶- محاسبات

وزن به دست آمده از ترازوی با دقت هفت رقم اعشار میزان طلای موجود در مقدار نمونه توزین شده اولیه است، بنابراین با تقسیم کردن وزن به دست آمده از ترازو به وزن نمونه اولیه (۵۰ گرم) غلظت طلا به دست می‌آید.

۲-۵-۷- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش دقت و صحت بسیار بالا برای غلظت‌های در حد گرم در تن طلا است. از محدودیت‌های این روش حساسیت پایین در غلظت‌های میلی‌گرم در تن طلا و هزینه و زمان نسبتاً بالای آن در مقایسه با روش‌های دیگر است.

فصل ۳

دستور العمل اندازه گیری

غلظت نقره

۳-۱- آشنایی

در نمونه‌های معدنی، عنصر نقره در غلظت‌های بسیار کم در حد گرم در تن و یا میلی‌گرم در تن یافت می‌شود که برای اندازه‌گیری غلظت آن در نمونه باید از روش‌هایی استفاده شود که قادر به تعیین این مقدار در نمونه باشد. در این فصل روش‌های اندازه‌گیری غلظت نقره ارائه شده است.

۳-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری عنصر نقره به روش انحلال مستقیم با چهار اسید و اندازه‌گیری با

دستگاه ICP-OES

هدف، اندازه‌گیری غلظت نقره موجود در نمونه‌ها به صورت قابل حل در چهار اسید و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES است.

۳-۲-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

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

۳-۲-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho = 1,18$)
- هیدروفلوریک اسید غلیظ ۴۰ درصد ($\rho = 1,15$)
- پرکلریک اسید غلیظ ۷۰ درصد ($\rho = 1,67$)
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho = 1,51$)

۳-۲-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه ICP-OES

۳-۲-۴- ویژگی‌های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون داشته باشد.

۳-۲-۵- 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 نیز افزایش داد. بشرهای تفلونی باید قبلا یک بار با آب معمولی و سپس با آب مقطر شسته شوند. سپس ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ و ۱۰ میلی لیتر هیدروفلوریک اسید غلیظ به بشر اضافه و به مدت ۶۰ دقیقه بر روی صفحه گرمکن با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار داده شود تا فرآیند انحلال انجام گیرد. به تدریج که حجم محلول کاهش می یابد، ۱۶ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ و ۴ میلی لیتر پرکلریک اسید غلیظ اضافه و مجددا حرارت داده شود تا حجم محلول داخل بشر کاهش یابد. در ادامه باید مقدار ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ به نمونه افزود و کمی حرارت داد تا انحلال کامل شود. در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه ICP-OES تجزیه کرد. به منظور 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

تداخل طیفی بعضی از عناصر بر روی یکدیگر به دلیل چند عنصری بودن یکی از ویژگی های این دستگاه 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 ساختن محلول های استاندارد برای واسنجی دستگاه نیز این نکته باید مورد توجه قرار گیرد. برای رفع این مشکل می توان چندین طول موج را انتخاب کرد که دستگاه به کمک نرم افزار میانگین آن ها را محاسبه کند و به عنوان مبنا در نظر گرفته شود. مراحل انجام تجزیه به شرح زیر است:

- تهیه محلول های استاندارد مانند یک، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ (ppm) از عناصر مورد اندازه گیری
- انتخاب عناصر و تعیین طول موج مناسب و ثبت آن ها
- تعیین شرایط مانند تعداد دفعات تکرار و قرائت نمونه
- تعیین زمان شستشو برای رساندن محلول استاندارد یا نمونه به محیط پلازما و شروع تجزیه
- تعیین محدوده واسنجی دستگاه بر اساس محلول های استاندارد ساخته شده
- قرائت نمونه های استاندارد به منظور ثبت شدت ها و رسم منحنی واسنجی
- تجزیه نمونه های مجهول (پس از اندازه گیری هر ۴ 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 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 در محلول (ppm)

P_0 غلظت عنصر در نمونه پوچ (ppm)

f فاکتور رقت

v حجم محلول (میلی لیتر)

w وزن نمونه (گرم)

۳-۲-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش سرعت بالا و صحت قابل قبول و همچنین اقتصادی بودن آن نسبت به روش‌های مشابه دیگر است. از محدودیت‌های این روش می‌توان به تکرارپذیری در حد متوسط نسبت به روش‌های مشابه اشاره کرد. محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری با این روش بین یک تا ۳۰۰ گرم در تن (ppm) است.

۳-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری عنصر نقره به روش قال‌گذاری و اندازه‌گیری با دستگاه جذب اتمی

۳-۳-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

- بوته ذوب ۳۵۰ میلی لیتری با تحمل دمای بالای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد
- صفحه گرمکن آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- لوله آزمایش با حجم ۱۰ میلی لیتر کلاس A
- کوپل استخوانی
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- بوته چدنی با حجم ۳۵۰ میلی لیتر
- چکش فلزی

۳-۳-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho=1.18$)
- اکسید سرب خالص آزمایشگاهی
- اکسید بور خالص آزمایشگاهی
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho=1.51$)
- کربنات سدیم خالص آزمایشگاهی
- نقره خالص آزمایشگاهی

۳-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

- دستگاه جذب اتمی
- کوره آزمایشگاهی ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد

۳-۳-۴- ویژگی های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و با ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون باشد.

۳-۳-۵- آماده سازی نمونه

ابتدا ۵۰ گرم نمونه با ترازو توزین شده و مقدار ۱۵۰ گرم کمک ذوب (۶۰ گرم اکسید سرب، ۷۰ گرم کربنات سدیم و ۲۰ گرم اکسید بور) به آن اضافه و سپس کاملاً مخلوط شده و در بوته ریخته شود. بوته به مدت ۶۰ دقیقه در کوره ذوب با دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد تا عمل ذوب انجام شود و در نهایت نقره موجود در نمونه در سرب تغلیظ و در کف ظرف جمع آوری شود. برای اطمینان از صحت انجام فرآیند ذوب، باید بوته را بازدید کرد و پس از اطمینان، مذاب را به آرامی تکان داد و در داخل ظروف چدنی منتقل کرد. پس از سرد شدن قالب با ضربه چکش دکمه سربی از سرباره جدا شود. دکمه سربی به همراه ۲۰ میلی گرم نقره به کوپل منتقل و در کوره با دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد قرار داده شود. در پایان مرحله کوپولاسیون نقره موجود در نمونه به صورت قرص در ته کوپل تشکیل می شود. برای انحلال، مقدار ۵ میلی لیتر نیتریک اسید را در لوله آزمایش ریخته و قرص حاوی نقره به داخل آن انداخته شود تا انحلال به صورت کامل انجام گیرد. محلول حاصل در لوله آزمایش ۱۰ میلی لیتری به حجم رسانده شده و برای تجزیه با دستگاه جذب اتمی آماده شود.

۳-۳-۶- روش کار با دستگاه جذب اتمی

- با استفاده از محلول های استاندارد ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر، محلول های استاندارد نقره برای واسنجی تهیه شود (به عنوان مثال استانداردهای یک، ۲، ۵ و ۱۰ میلی گرم در لیتر).
- به منظور تصحیح اثر ماتریکس، مقدار اسیدی که در حین آماده سازی به نمونه ها اضافه می شود به محلول های استاندارد و نمونه پوچ اضافه شود.
- دستگاه روشن و لامپ نقره در جای مخصوص قرار داده شود.
- برنر مناسب در جای مخصوص قرار داده شود.
- تنظیمات دستگاه مطابق با دستورالعمل انجام گیرد.
- با استفاده از محلول های استاندارد ساخته شده، منحنی واسنجی رسم شود.
- بعد از رسم منحنی واسنجی نمونه های مجهول تجزیه شود.

۳-۳-۷- محاسبات

با توجه به شدت ثبت شده، غلظت عنصر از رابطه ۲-۱ تعیین می‌شود. در پایان مقدار نقره اضافه شده به صورت سیم نقره در فرآیند کوپولاسیون از مقدار کل کسر و مقدار نقره موجود در نمونه محاسبه شود.

۳-۳-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش دقت و صحت بسیار بالا برای غلظت‌های در حد میلی‌گرم و میکروگرم در تن نقره است. از محدودیت‌های این روش، هزینه و زمان نسبتاً بالا در مقایسه با روش‌های دیگر است. محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری با این روش ۱۰ تا ۱۰۰۰۰ (ppb) است.

۳-۴- دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت نقره به روش انحلال مستقیم با تیزاب و با دستگاه ICP-OES

هدف، اندازه‌گیری غلظت نقره موجود در نمونه‌های قابل حل در تیزاب سلطانی و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES است.

۳-۴-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

- بشر تفلونی ۱۵۰ میلی‌لیتر
- صفحه گرمکن آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه با حجم‌های ۵۰ و ۱۰۰ میلی‌لیتری کلاس A
- پیپت‌های ۵، ۱۰، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ میلی‌لیتری کلاس A
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۳-۴-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho=1.18$)
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho=1.51$)

۳-۴-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه ICP-OES

۳-۴-۴- ویژگی‌های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و با ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون باشد.

۳-۴-۵- آماده سازی نمونه

مقدار یک گرم نمونه با ترازو توزین و به بشر تفلونی انتقال داده شود و با مقدار بسیار کم آب مقطر، نمونه مرطوب شود تا در هنگام افزودن تیزاب در صورت وجود ترکیبات کربنات از پاشیدن نمونه به بیرون جلوگیری شود. سپس ۱۵ میلی لیتر تیزاب سلطانی (به نسبت یک به ۳ از نیتریک اسید- هیدروکلریک اسید) به بشر اضافه و بر روی صفحه گرمکن با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار داده شود تا فرآیند انحلال انجام گیرد و در صورت عدم پیشرفت فرآیند انحلال مقدار کمی هیدروکلریک اسید به منظور تسریع عمل انحلال به نمونه ها اضافه تا نمونه کاملاً حل شود (حداقل ۲ ساعت). در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه ICP-OES تجزیه کرد. به منظور 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 مورد تجزیه قرار گیرد.

۳-۴-۶- 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 ساختن محلول های استاندارد برای واسنجی دستگاه نیز این نکته باید مورد توجه قرار گیرد. برای رفع این مشکل می توان چندین طول موج را انتخاب کرد که دستگاه به کمک نرم افزار میانگین آنها را محاسبه می کند که به عنوان مبنا در نظر گرفته می شود. مراحل انجام تجزیه به شرح زیر است:

- تهیه محلول های استاندارد مانند یک، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ (ppm) از عناصر مورد اندازه گیری
- انتخاب عناصر، تعیین طول موج مناسب و ثبت آنها
- تعیین شرایط نظیر تعداد دفعات تکرار و قرائت نمونه
- تعیین زمان شستشو برای رساندن محلول استاندارد یا نمونه به محیط پلاسما و شروع تجزیه
- تعیین محدوده واسنجی دستگاه بر اساس محلول های استاندارد
- قرائت نمونه های استاندارد به منظور ثبت شدت ها و رسم منحنی واسنجی
- تجزیه نمونه های مجهول (پس از اندازه گیری هر ۴ نمونه مجهول، یک استاندارد برای کنترل دستگاه باید قرائت شود).

۳-۴-۷- محاسبات

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

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

که در آن:

W_M غلظت عنصر در نمونه (ppm)

P_1 غلظت عنصر در محلول (ppm)

P_0 غلظت عنصر در نمونه پوچ (ppm)

f فاکتور رقت

v حجم محلول (میلی لیتر)

w وزن نمونه (گرم)

۳-۴-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش سرعت بالا، صحت قابل قبول و همچنین اقتصادی بودن آن نسبت به روش‌های مشابه دیگر است. از محدودیت‌های این روش تکرارپذیری در حد متوسط نسبت به روش‌های مشابه است. محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری با این روش بین یک تا ۳۰۰ گرم در تن است.

فصل ۴

دستور العمل اندازه گیری

غلظت پلاتین و پالادیم

۴-۱- آشنایی

در نمونه‌های معدنی، عناصر پلاتین و پالادیم در غلظت‌های بسیار کم در حد گرم در تن و یا میلی‌گرم در تن یافت می‌شوند که برای اندازه‌گیری غلظت آن در نمونه باید از روش‌هایی استفاده شود که قادر به تعیین مقادیر ناچیز در نمونه باشد. در این فصل روش‌های اندازه‌گیری این دو عنصر ارایه شده است.

۴-۲- دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر پلاتین و پالادیم به روش انحلال مستقیم با چهار اسید و با

دستگاه ICP-OES

هدف، اندازه‌گیری غلظت پلاتین و پالادیم موجود در نمونه‌های قابل حل در چهار اسید و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES است.

۴-۲-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

- بشر تفلونی ۱۵۰ میلی‌لیتری
- صفحه گرمکن آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه با حجم‌های ۵۰ و ۱۰۰ میلی‌لیتر کلاس A
- پیپت‌های ۵، ۱۰، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ میلی‌لیتر کلاس A
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۴-۲-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho = 1,18$)
- هیدروفلوریک اسید غلیظ ۴۰ درصد ($\rho = 1,15$)
- پرکلریک اسید غلیظ ۷۰ درصد ($\rho = 1,67$)
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho = 1,51$)

۴-۲-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه ICP-OES

۴-۲-۴- ویژگی‌های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و با ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون باشد.

۴-۲-۵- 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 نیز افزایش داد. بشرهای تفلونی باید قبلا یک بار با آب معمولی و سپس با آب مقطر شسته شده باشند. سپس ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ و ۱۰ میلی لیتر هیدروفلوریک اسید غلیظ به ظرف اضافه شود و بشر به مدت ۶۰ دقیقه بر روی صفحه گرمکن با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد تا فرآیند انحلال انجام شود. با کاهش تدریجی حجم محلول ۱۶ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ و ۴ میلی لیتر پرکلریک اسید غلیظ به محلول اضافه و حرارت داده شود تا مجددا حجم محلول داخل بشر کاهش یابد. در ادامه باید مقدار ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ به نمونه افزود و کمی حرارت داد تا انحلال کامل شود. در پایان باید نمونه را به وسیله بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به حجم رساند.

۴-۲-۶- روش کار با 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 ساختن محلول های استاندارد برای واسنجی دستگاه نیز این نکته باید مورد توجه قرار گیرد. برای رفع این مشکل می توان چندین طول موج را انتخاب کرد که دستگاه به کمک نرم افزار، میانگین آنها را محاسبه کند و به عنوان مبنا در نظر گرفته شود. مراحل انجام تجزیه به شرح زیر است:

- تهیه محلول های استاندارد مانند یک، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ (ppm) از عناصر مورد اندازه گیری
- انتخاب عناصر و تعیین طول موج مناسب و ثبت آنها
- تعیین شرایط مانند تعداد دفعات تکرار و قرائت نمونه
- تعیین زمان شستشو برای رساندن محلول استاندارد یا نمونه به محیط پلاسما و شروع تجزیه
- تعیین محدوده واسنجی دستگاه بر اساس محلول های استاندارد
- قرائت نمونه های استاندارد به منظور ثبت شدت ها و رسم منحنی واسنجی
- تجزیه نمونه های مجهول (پس از اندازه گیری هر 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 می شود.

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

که در آن:

W_M غلظت عنصر در نمونه (ppm)

P_1 غلظت عنصر در محلول (ppm)

P_0 غلظت عنصر در نمونه پوچ (ppm)

f فاکتور رقت

V حجم محلول (میلی لیتر)

W وزن نمونه (گرم)

۴-۲-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش، سرعت بالا و صحت قابل قبول و همچنین اقتصادی بودن آن نسبت به روش‌های مشابه دیگر است. از محدودیت‌های این روش تکرارپذیری در حد متوسط نسبت به روش‌های مشابه است. محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری با این روش برای عنصر پلاتین بین ۵ تا ۳۰۰ (ppm) و عنصر پالادیم بین یک تا ۳۰۰ (ppm) است.

۴-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر پلاتین و پالادیم به روش قال‌گذاری و اندازه‌گیری با دستگاه

جذب اتمی

۴-۳-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

- بوته ذوب ۳۵۰ میلی لیتری با ظرفیت تحمل دمای بالای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد
- صفحه گرمکن آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- لوله آزمایش با حجم ۱۰ میلی لیتر کلاس A
- کوپل استخوانی
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- بوته چدنی با حجم ۳۵۰ میلی لیتر
- چکش فلزی

۴-۳-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho = 1,18$)
- سولفید نیکل خالص آزمایشگاهی
- لیتیم تترابورات خالص آزمایشگاهی
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho = 1,51$)
- کربنات سدیم خالص آزمایشگاهی
- سیلیس با خلوص بالا
- آب دیونیزه
- اتانول

۴-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

- دستگاه جذب اتمی
- کوره آزمایشگاهی ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد

۴-۳-۴- ویژگی های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و با ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون باشد.

۴-۳-۵- آماده سازی نمونه

ابتدا ۵۰ گرم نمونه با ترازوی با دقت چهار رقم اعشار توزین شده و مقدار ۱۸۰ گرم کمک ذوب (۲۰ گرم سولفید نیکل، ۵۰ گرم کربنات سدیم، ۱۰۰ گرم لیتیم تتراپورات و ۱۰ گرم سیلیس) به آن اضافه و سپس کاملاً مخلوط شده و در بوتله های نسوز ریخته شود. بوتله به مدت ۶۰ دقیقه در کوره ذوب با دمای ۱۱۰۰ درجه قرار داده شود تا عمل ذوب انجام گیرد. در پایان پلاتینیم و پالادیم موجود در نمونه در سولفید نیکل، جذب و در کف بوتله قرار گیرد. برای اطمینان از کامل شدن فرآیند ذوب، بوتله را بازدید و پس از اطمینان آن را به آرامی تکان داد و داخل ظروف چدنی تخلیه کرد. پس از سرد شدن نمونه از قالب تخلیه و با چکش دکمه نیکلی از سرباره آن جدا شود.

دکمه سولفید نیکل را پس از پودر شدن در ۵۰۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۱۲ مولار قرار داده و به آرامی حرارت داده شود تا محلول شفاف سبز رنگ تولید شود که معرف انحلال کامل سولفید نیکل است. محلول به وسیله کاغذ واتمن ۴۲ فیلتر شود و فلزات گرانبهای باقی مانده (عناصر گروه پلاتین و طلا) روی کاغذ ابتدا با آب دیونیزه و سپس با اتانول شستشو شود. فلزات گرانبهای باقی مانده در سطح فیلتر شده در تیزاب سلطانی به صورت کامل حل و به حجم رسانده شود.

۴-۳-۶- روش کار با دستگاه جذب اتمی

- با استفاده از محلول های استاندارد ۱۰۰۰ (ppb)، محلول های استاندارد از پلاتین و پالادیم برای واسنجی تهیه شود (به عنوان مثال استانداردهای یک، ۲، ۵ و ۱۰ (ppb)).
- به منظور 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 پلاتین و پالادیم در جای مخصوص قرار داده شود.
- برنر مناسب در جای مخصوص قرار داده شود.
- تنظیمات دستگاه مطابق با دستورالعمل انجام گیرد.
- با استفاده از محلول های استاندارد ساخته شده، منحنی واسنجی رسم شود.
- بعد از رسم منحنی واسنجی نمونه های مجهول تجزیه شود.

۴-۳-۷- 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 در محلول (ppm)

P_0 غلظت عنصر در نمونه پوچ (ppm)

f فاکتور رقت

v حجم محلول (میلی‌لیتر)

w وزن نمونه (گرم)

۴-۳-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش، دقت و صحت بسیار بالا برای غلظت‌های در حد ppm و ppb عناصر پلاتین و پالادیم است. از محدودیت‌های این روش نیز می‌توان به هزینه و زمان نسبتاً بالا در مقایسه با روش‌های دیگر اشاره کرد. محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری با این روش برای عنصر پلاتین بین ۵۰ تا ۱۰۰۰۰ (ppb) و عنصر پالادیم بین ۱۰۰ تا ۱۰۰۰۰ (ppb) است.

فصل ۵

دستور العمل اندازه گیری

غلظت عناصر گروه پلاتین

۱-۵- آشنایی

عنصر پلاتین به صورت متداول با تعدادی از عناصر دیگر به صورت هم‌پارازنز دیده می‌شود که آن‌ها را عناصر گروه پلاتین می‌نامند. این گروه شامل شش عنصر روتنیم، رودیم، پالادیم، ایریدیم، اسمیم و پلاتین است. عناصر گروه پلاتین در غلظت‌های بسیار کم و در حد گرم در تن و یا میلی‌گرم در تن یافت می‌شود که برای اندازه‌گیری غلظت آن‌ها باید از روش‌هایی استفاده شود که قادر به تعیین غلظت‌های بسیار پایین در نمونه باشند. در این فصل روش‌های اندازه‌گیری عناصر گروه پلاتین ارائه شده است.

۲-۵- دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر روتنیم، رودیم، ایریدیم، اسمیم به روش انحلال مستقیم با چهار اسید و با دستگاه ICP-OES

هدف، اندازه‌گیری غلظت رودیم، ایریدیم، روتنیم و اسمیم موجود در نمونه به صورت قابل حل در چهار اسید و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-OES است.

۱-۲-۵- تجهیزات آزمایشگاهی

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

۲-۲-۵- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho=1,18$)
- هیدروفلوریک اسید غلیظ ۴۰ درصد ($\rho=1,15$)
- پرکلریک اسید غلیظ ۷۰ درصد ($\rho=1,67$)
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho=1,51$)

۳-۲-۵- تجهیزات دستگاهی

دستگاه ICP-OES

۴-۲-۵- ویژگی‌های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و با ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون باشد.

۵-۲-۵- 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 نیز افزایش داد. بشرهای تفلونی باید یکبار با آب معمولی و سپس با آب مقطر شسته شده باشند. سپس ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ و ۱۰ میلی لیتر هیدروفلوریک اسید غلیظ به ظرف اضافه و بشر به مدت ۶۰ دقیقه بر روی صفحه گرمکن با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد تا فرآیند انحلال انجام شود. با کاهش تدریجی حجم سپس ۱۶ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ و ۴ میلی لیتر پرکلریک اسید غلیظ به محلول اضافه و حرارت داده شود تا حجم محلول داخل بشر کاهش یابد. در ادامه باید ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ به نمونه افزود و کمی حرارت داد تا انحلال کامل شود. در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه ICP-OES تجزیه کرد. به منظور 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.

۵-۲-۶- روش کار با 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 ساختن محلول های استاندارد برای واسنجی دستگاه نیز این نکته باید مورد توجه قرار گیرد. برای رفع این مشکل می توان چندین طول موج را انتخاب کرد که دستگاه به کمک نرم افزار میانگین آن ها را محاسبه کند که به عنوان مبنا در نظر گرفته شود. مراحل انجام تجزیه به شرح زیر است:

- تهیه محلول های استاندارد مانند یک، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ (ppm) از عناصر مورد اندازه گیری
- انتخاب عناصر و تعیین طول موج مناسب و ثبت آن ها
- تعیین شرایط مانند تعداد دفعات تکرار و قرائت نمونه
- تعیین زمان شستشو برای رساندن محلول استاندارد یا نمونه به محیط پلازما و شروع تجزیه
- تعیین محدوده واسنجی دستگاه بر اساس محلول های استاندارد
- قرائت نمونه های استاندارد به منظور ثبت شدت ها و رسم منحنی واسنجی
- تجزیه نمونه های مجهول (پس از اندازه گیری هر ۴ نمونه مجهول، یک استاندارد برای کنترل دستگاه باید قرائت شود).

۵-۲-۷- 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 در محلول (ppm)

P_0 غلظت عنصر در نمونه پوچ (ppm)

f فاکتور رقت

v حجم محلول (میلی لیتر)

w وزن نمونه (گرم)

۵-۲-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش سرعت بالا، صحت قابل قبول و همچنین اقتصادی بودن آن نسبت به روش‌های مشابه دیگر است. از محدودیت‌های این روش می‌توان به حد تشخیص نامناسب به دلیل پایین بودن غلظت عناصر فوق در نمونه‌های معدنی و همچنین تکرارپذیری در حد متوسط نسبت به روش‌های مشابه اشاره کرد. محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری عناصر روتنیم، رودیم، ایریدیم و اسمیم با این روش بین ۱۰۰ تا ۱۰۰۰۰ (ppm) است.

۵-۳-۳- دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر رودیم، ایریدیم و روتنیم به روش انحلال مستقیم با چهار اسید و اندازه‌گیری با دستگاه ICP-MS^۱

هدف، اندازه‌گیری غلظت رودیم، ایریدیم، روتنیم و اسمیم موجود در نمونه به صورت قابل حل در چهار اسید و اندازه‌گیری غلظت آن‌ها با دستگاه ICP-MS است.

۵-۳-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

- بشر تفلونی ۱۵۰ میلی لیتری
- صفحه گرمکن آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- بالن ژوژه با حجم‌های ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری کلاس A
- پیپت‌های ۵، ۱۰، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری کلاس A
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار

۵-۳-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho=1,18$)
- هیدروفلوریک اسید غلیظ ۴۰ درصد ($\rho=1,15$)
- پرکلریک اسید غلیظ ۷۰ درصد ($\rho=1,67$)
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho=1,51$)

۵-۳-۳- تجهیزات دستگاهی

دستگاه ICP-MS

۵-۳-۴- ویژگی های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و با ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون باشد.

۵-۳-۵- آماده سازی نمونه

ابتدا مقدار ۰/۵ گرم نمونه به طور دقیق با ترازو توزین و به بشر تفلونی منتقل شود. با انجام اسکن اولیه با دستگاه و تشخیص محدوده غلظت تقریبی می توان مقدار نمونه را تا یک گرم نیز افزایش داد. بشرهای تفلونی باید یک بار با آب معمولی و سپس با آب مقطر شسته شده باشند. سپس ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ و ۱۰ میلی لیتر هیدروفلوریک اسید غلیظ به ظرف اضافه و بشر به مدت ۶۰ دقیقه بر روی صفحه گرمکن با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد تا فرآیند انحلال انجام شود. با کاهش تدریجی حجم، ۱۶ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ و ۴ میلی لیتر پرکلریک اسید غلیظ به محلول اضافه و حرارت داده شود تا حجم محلول داخل بشر کاهش یابد. در ادامه باید ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ به نمونه افزود و کمی حرارت داد تا انحلال کامل شود در پایان باید نمونه را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم رساند و با دستگاه ICP-MS مورد تجزیه قرار داد. به منظور 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 مورد تجزیه قرار گیرد.

۵-۳-۶- روش کار با ICP-MS

مهم ترین نکته در کار با دستگاه ICP-MS 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، در هنگام ساختن محلول های استاندارد برای واسنجی دستگاه این نکته باید مورد توجه قرار گیرد. مراحل انجام تجزیه به شرح زیر است:

- تهیه محلول های استاندارد نظیر یک، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ (ppb) از عناصر مورد اندازه گیری
- انتخاب عناصر و تعیین طول موج مناسب و ثبت آنها
- تعیین شرایط نظیر تعداد دفعات تکرار و قرائت نمونه
- تعیین زمان شستشو برای رساندن محلول استاندارد یا نمونه به محیط پلاسما و شروع تجزیه بعد از آن
- تعیین محدوده واسنجی دستگاه بر اساس محلول های استاندارد
- قرائت نمونه های استاندارد به منظور ثبت شدت ها و رسم منحنی واسنجی
- تجزیه نمونه های مجهول (پس از اندازه گیری هر ۴ نمونه مجهول، یک استاندارد برای کنترل دستگاه باید قرائت شود).

۵-۳-۷- 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 در محلول (ppm)

P_0 غلظت عنصر در نمونه پوچ (ppm)

f فاکتور رقت

v حجم محلول (میلی لیتر)

w وزن نمونه (گرم)

۵-۳-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش سرعت بالا، صحت قابل قبول و همچنین اقتصادی بودن آن نسبت به روش‌های مشابه دیگر است. از محدودیت‌های این روش این است که کرانه بالای حد سنجش برای نمونه‌های معدنی مناسب نیست. محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری عنصر رودیم، ایریدیم و روتنیم با این روش بین ۰/۰۵ تا ۱۰ (ppm) گرم در تن است.

۵-۴- دستورالعمل اندازه‌گیری عناصر روتنیم، رودیم، ایریدیم و اسمیم به روش قال‌گذاری و با دستگاه جذب اتمی

۵-۴-۱- تجهیزات آزمایشگاهی

- بوتله ذوب نسوز ۳۵۰ میلی لیتر با تحمل حرارتی بالای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد
- صفحه گرمکن آزمایشگاهی تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد
- لوله آزمایش با حجم ۱۰ میلی لیتر کلاس A
- کوپل استخوانی
- قیف شیشه‌ای
- ترازوی با دقت چهار رقم اعشار
- بوتله چدنی با حجم ۳۵۰ میلی لیتر
- چکش فلزی

۵-۴-۲- مواد شیمیایی مورد نیاز

- هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷ درصد ($\rho=1.18$)
- سولفید نیکل خالص آزمایشگاهی
- اکسید بور خالص آزمایشگاهی
- نیتریک اسید غلیظ آزمایشگاهی ۶۵ درصد ($\rho=1.51$)

- کربنات سدیم خالص آزمایشگاهی

- نقره خالص آزمایشگاهی

۵-۴-۳- تجهیزات دستگاهی

- دستگاه جذب اتمی

- کوره آزمایشگاهی ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد

۵-۴-۴- ویژگی های نمونه

نمونه باید فاقد رطوبت بوده و همگن و با ابعاد ریزتر از ۶۰ میکرون باشد.

۵-۴-۵- آماده سازی نمونه

ابتدا ۵۰ گرم نمونه با ترازو توزین شده و مقدار ۱۸۰ گرم کمک ذوب (۲۰ گرم سولفید نیکل، ۵۰ گرم کربنات سدیم، ۱۰۰ گرم لیتیم تتراپورات و ۱۰ گرم سیلیس) به آن اضافه و سپس کاملاً مخلوط شده و در بوتله های نسوز ریخته شود. بوتله به مدت ۶۰ دقیقه در کوره ذوب با دمای ۱۱۰۰ درجه قرار داده شود تا عمل ذوب انجام گیرد. در پایان عناصر گروه پلاتین موجود در نمونه به سولفید نیکل جذب و در کف بوتله قرار گیرد. برای اطمینان از کامل شدن فرآیند ذوب، بوتله را بازدید و پس از اطمینان، آن را به آرامی تکان داده و داخل ظروف چدنی تخلیه شود. پس از سرد شدن نمونه از قالب تخلیه، با چکش دکمه نیکلی از سرپاره آن جدا شود. دکمه سولفید نیکل را پس از پودر شدن در ۵۰۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۱۲ مولار قرار داده و به آرامی حرارت داده شود تا محلول شفاف سبز رنگ تولید شود که معرف انحلال کامل سولفید نیکل است. محلول به وسیله کاغذ واتمن ۴۲ فیلتر شود و فلزات گرانبهای باقی مانده (عناصر هم پاراژنز) روی کاغذ ابتدا با آب دیونیزه و سپس با اتانول شسته شود. فلزات گرانبهای باقی مانده در سطح در تیزاب سلطانی به صورت کامل حل و به حجم رسانده شود.

۵-۴-۶- روش کار با دستگاه جذب اتمی

- با استفاده از محلول های استاندارد ۱۰۰۰ (ppb)، محلول های استاندارد از عناصر مورد نیاز برای واسنجی تهیه شود (به عنوان مثال استانداردهای یک، ۲، ۵ و ۱۰ ppb).

- به منظور 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 عنصر مورد نظر در جای مخصوص قرار داده شود.

- برنر مناسب در جای مخصوص قرار داده شود.

- تنظیمات دستگاه مطابق با دستورالعمل انجام گیرد.

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

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

۵-۴-۷- 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 در محلول (ppm)

P_0 غلظت عنصر در نمونه پوچ (ppm)

f فاکتور رقت

v حجم محلول (میلی لیتر)

w وزن نمونه (گرم)

۵-۴-۸- مزایا و محدودیت‌ها

از مزایای این روش دقت و صحت بسیار بالا برای غلظت‌های در حد میلی‌گرم و میکروگرم در تن عناصر گروه پلاتین است. از محدودیت‌های این روش نیز می‌توان به هزینه و زمان نسبتاً بالا در مقایسه با روش‌های دیگر اشاره کرد.

- محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری عناصر رودیم و ایریدیم با این روش بین ۰/۲ تا ۱۰ گرم در تن است.

- محدوده غلظت قابل اندازه‌گیری عنصر روتنیم و اسمیم با این روش بین ۰/۵ تا ۱۰ گرم در تن است.

پیوست

واحدہا

جدول پ-۱ - واحدها

UNITS
PPM = mg/L, mg/Kg, ug/mL, uL/L
PPB = ug/L, ug/Kg
1 ppb = 0,001 ppm
1 ppm = 1000 ppb
20000 ug/L = 20 mg/L
0,002 mg/Kg = 2 ug/Kg
PPM = Parts Per Million
PPB = Parts Per Billion
Milligrams per Liter = mg/L
Milligrams per Kilogram = mg/Kg
Micrograms per Liter = ug/L
Micrograms per Kilogram = ug/Kg
Micrograms per Milliliter = ug/mL
Microliters per Liter = uL/L

عناوین پروژه‌های اکتشاف برنامۀ تهیه ضوابط و معیارهای معدن

ردیف	عنوان پروژه	شماره نشریه در سازمان برنامه و بودجه کشور	شماره نشریه در سازمان نظام مهندسی معدن ایران
۱	تعاریف و مفاهیم در فعالیت‌های اکتشافی	۳۲۸	-
۲	فهرست خدمات مراحل مختلف اکتشاف زغال‌سنگ	۳۵۱	-
۳	دستورالعمل رده‌بندی ذخایر معدنی	۳۷۹	-
۴	راهنمای ملاحظات زیست‌محیطی در فعالیت‌های اکتشافی	۴۹۸	۱۳
۵	دستورالعمل تهیه نقشه‌های زمین‌شناسی - اکتشافی بزرگ مقیاس رقومی (۱:۲۵۰۰۰)	۵۳۲	۲۰
۶	فهرست خدمات مراحل چهارگانه اکتشاف سنگ آهن	۵۳۶	۱۷
۷	علائم استاندارد نقشه‌های زمین‌شناسی	۵۳۹	۲۳
۸	دستورالعمل اکتشاف ژئوشیمیایی بزرگ‌مقیاس رسوبات آبراهه‌ای (۱:۲۵۰۰۰)	۵۴۰	۲۴
۹	فهرست خدمات مراحل چهارگانه اکتشاف مس	۵۴۱	۲۵
۱۰	فهرست خدمات اکتشافی سنگ‌ها و کانی‌های صنعتی (باریت، بنتونیت، زئولیت، سلسیتین، سیلیس، فلدسپار، فلوتورین)	۵۶۶	۳۶
۱۱	واژه‌ها و اصطلاحات پایه اکتشاف، استخراج و فرآوری مواد معدنی	۵۶۷	۳۷
۱۲	فهرست خدمات مراحل چهارگانه اکتشاف مس سرب و روی	۵۸۱	۴۰
۱۳	راهنمای مطالعات ژئوفیزیکی اکتشافی به روش‌های مغناطیس‌سنجی، گرانی‌سنجی و لرزه‌نگاری در اکتشافات معدنی	۵۹۴	۲۸
۱۴	فهرست خدمات مراحل چهارگانه اکتشاف آنتیموان	۵۹۵	۳۴
۱۵	فهرست خدمات مراحل مختلف اکتشاف سنگ‌ها و کانی‌های قیمتی و نیمه‌قیمتی	۵۹۹	۴۳
۱۶	فهرست خدمات و راهنمای مطالعات دورسنجی در اکتشاف مواد معدنی	۶۱۵	۴۵
۱۷	فهرست خدمات و دستورالعمل مراحل مختلف اکتشاف مواد اولیه سیمان	۶۱۷	۴۷
۱۸	فهرست خدمات و دستورالعمل بررسی‌های چاه‌پیمایی	۶۱۸	۴۸
۱۹	فهرست خدمات مراحل مختلف اکتشاف عناصر نادر خاکی	۶۴۸	۵۱
۲۰	فهرست خدمات مراحل مختلف اکتشاف قلع	۶۴۹	۵۲
۲۱	دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری عناصر در سنگ آهن	۶۵۲	۵۴
۲۲	دستورالعمل آماده‌سازی، تهیه نمونه و مطالعات میکروسکوپی و سیالات درگیر برای نمونه‌های اکتشافی	۶۵۵	۵۵
۲۳	دستورالعمل اکتشافات ژئوشیمیایی محیط‌های سنگی در مقیاس ۱:۲۵۰۰۰	۶۷۱	۶۲
۲۴	دستورالعمل یکسان‌سازی اسامی مواد معدنی	۲۳۱	۶۵
۲۵	راهنمای مطالعات ژئوفیزیکی به روش‌های مقاومت ویژه، پلاریزاسیون القایی، الکترومغناطیسی و پتانسیل خودزا در اکتشاف مواد معدنی	۵۳۳	۶۶
۲۶	دستورالعمل تهیه گزارش پایان عملیات اکتشافی	۴۹۵	۷۰
۲۷	فهرست خدمات مراحل مختلف اکتشاف طلا	۷۰۳	۷۵
۲۸	دستورالعمل آماده‌سازی و اندازه‌گیری غلظت فلزات گرانبها (طلا، نقره و گروه پلاتین)	۷۰۴	۷۸
۲۹	فهرست خدمات مراحل مختلف اکتشاف سنگ‌ها و کانی‌های صنعتی (پرلیت، دیاتومیت و ورمیکولیت)		در دست تدوین
۳۰	دستورالعمل تهیه طرح اکتشاف مواد معدنی		در دست تدوین
۳۱	دستورالعمل اکتشاف ناحیه‌ای طلا به روش بلگ		در دست تدوین
۳۲	دستورالعمل اکتشافات ژئوشیمیایی خاک در مقیاس ۱:۲۵۰۰۰		در دست تدوین

عناوین پروژه های کمیته استخراج برنامه تهیه ضوابط و معیارهای معدن

ردیف	عنوان پروژه	شماره نشریه در سازمان برنامه و بودجه کشور	شماره نشریه در سازمان نظام مهندسی معدن ایران
۱	تعاریف و مفاهیم در فعالیت‌های استخراجی	۳۴۰	-
۲	مقررات تهیه در معادن	۳۵۰	-
۳	مقررات فنی آتشیاری در معادن	۴۱۰	-
۴	دستورالعمل تهیه نقشه‌های استخراجی معدن	۴۴۲	۸
۵	راهنمای ارزشیابی دارایی‌های معدنی	۴۴۳	۹
۶	دستورالعمل فنی روشنایی در معادن	۴۸۹	۱۰
۷	دستورالعمل امداد و نجات در معادن	۴۸۸	۱۸
۸	راهنمای تهیه گزارش‌های طراحی معدن	۴۹۶	۱۱
۹	دستورالعمل ترابری در معادن	۵۰۶	۱۴
۱۰	دستورالعمل توزیع هوای فشرده در معادن	۵۳۱	۱۹
۱۱	دستورالعمل طراحی و اجرای سیستم نگهداری تونل‌های معدنی	۵۳۷	۲۱
۱۲	دستورالعمل تحلیل پایداری و پایدارسازی شیب‌ها در معادن روباز	۵۳۸	۲۲
۱۳	راهنمای محاسبه قیمت تمام شده در فعالیت‌های معدنی	۵۴۲	۲۶
۱۴	دستورالعمل نگهداری و کنترل سقف در کارگاه‌های استخراج	۵۵۳	۲۹
۱۵	واژه‌ها و اصطلاحات پایه اکتشاف، استخراج و فرآوری مواد معدنی	۵۶۷	۳۷
۱۶	راهنمای آبکشی در معادن	۵۷۳	۳۸
۱۷	دستورالعمل طراحی هندسی بازکننده‌ها و حفاریات زیرزمینی	۵۷۹	۴۱
۱۸	راهنمای ملاحظات زیست‌محیطی در فعالیت‌های استخراجی	۶۱۱	۴۴
۱۹	راهنمای ارزیابی و کنترل پیامدهای ناشی از انفجار در معادن	۶۱۶	۴۶
۲۰	راهنمای انتخاب روش استخراج ذخایر معدنی	۶۲۳	۴۹
۲۱	دستورالعمل تعیین مرز تغییر روش استخراج از روباز به زیرزمینی	۶۲۵	۵۰
۲۲	دستورالعمل کاربرد روش‌های عددی در طراحی ژئومکانیکی معادن	۶۵۶	۵۶
۲۳	راهنمای ارزیابی ایمنی، بهداشت و محیط زیست (HSE) در معادن	۶۶۹	۶۰
۲۴	راهنمای امکان‌سنجی پروژه‌های معدنی	۵۵۸	۶۴
۲۵	دستورالعمل پر کردن کارگاه‌های استخراج معادن زیرزمینی	۲۸۳	۶۹
۲۶	راهنمای محاسبه بار و توزیع برق در معادن	۳۰۴	۷۱
۲۷	دستورالعمل گاززدایی در معادن زغال‌سنگ	۷۰۹	۷۶
۲۸	راهنمای ابزاربندی و رفتارنگاری در معادن روباز		در دست تدوین
۲۹	دستورالعمل کنترل رقیق‌شدگی در معادن		در دست تدوین
۳۰	راهنمای ارزیابی و کنترل نشست در معادن		در دست تدوین
۳۱	دستورالعمل بازرسی و تعمیر سیستم‌های نگهداری در حفاریات معدنی		در دست تدوین
۳۲	علایم استاندارد نقشه‌های استخراجی معدن		در دست تدوین
۳۳	دستورالعمل ابزاربندی و رفتارنگاری در معادن روباز		در دست تدوین
۳۴	راهنمای مکان‌یابی و جانمایی تاسیسات و تجهیزات در معادن روباز		در دست تدوین
۳۵	راهنمای طراحی و احداث شبکه‌های زیرزمینی معادن		در دست تدوین
۳۶	راهنمای متره و برآورد در فعالیت‌های استخراج معدنی		در دست تدوین

عناوین پروژه‌های فرآوری برنامه تهیه ضوابط و معیارهای معدن

ردیف	عنوان پروژه	شماره نشریه در سازمان برنامه و بودجه کشور	شماره نشریه در سازمان نظام مهندسی معدن ایران
۱	راهنمای اکتشاف، استخراج و فرآوری سنگ‌های تزئینی و نما	۳۷۸	-
۲	تعاریف و مفاهیم در فعالیت‌های کانه‌آرایی	۴۴۱	۷
۳	فهرست خدمات طراحی پایه واحدهای کانه‌آرایی و فرآوری مواد معدنی	۴۹۷	۱۲
۴	علایم استاندارد نقشه‌های کانه‌آرایی	۵۰۸	۱۵
۵	راهنمای نرم‌افزاری علایم استاندارد نقشه‌های کانه‌آرایی مواد معدنی	۵۰۸	۲۷
۶	دستورالعمل مکان‌یابی واحدهای کانه‌آرایی و فرآوری	۵۱۵	۱۶
۷	ضوابط انجام آزمایش‌های کانه‌آرایی در مقیاس آزمایشگاهی، پایه و پیشاهنگ	۵۴۴	۳۱
۸	راهنمای محاسبه تعیین ظرفیت ماشین‌آلات و تجهیزات واحدهای کانه‌آرایی	۵۴۵	۳۲
۹	راهنمای انباشت مواد باطله در واحدهای کانه‌آرایی و فرآوری	۵۵۹	۳۳
۱۰	راهنمای سنگ‌جویری مواد معدنی به روش‌های دستی یا خودکار	۵۵۴	۳۰
۱۱	راهنمای حمل و نقل مواد معدنی در مدارهای کانه‌آرایی	۵۶۴	۳۹
۱۲	شناسایی مواد معدنی و آزادسازی آن‌ها در کانه‌آرایی	۵۶۵	۳۵
۱۳	واژه‌ها و اصطلاحات پایه اکتشاف، استخراج و فرآوری مواد معدنی	۵۶۷	۳۷
۱۴	ضوابط و معیارهای انتخاب آسیای خودشکن و نیمه‌خودشکن	۵۸۰	۴۲
۱۵	دستورالعمل کنترل و خنثی‌سازی آرسنیک، سولفید و سیانید در آزمایشگاه‌های فرآوری	۶۵۱	۵۳
۱۶	دستورالعمل نمونه‌برداری در کانه‌آرایی	۶۶۰	۵۷
۱۷	راهنمای تعیین شاخص خردایش در آسیاهای مختلف	۶۶۱	۵۸
۱۸	راهنمای آزمایش‌های جدایش ثقلی در مقیاس آزمایشگاهی	۶۶۲	۵۹
۱۹	راهنمای انتخاب مدار خردایش مواد معدنی	۶۷۰	۶۱
۲۰	راهنمای افزایش مقیاس در واحدهای کانه‌آرایی	۶۷۲	۶۳
۲۱	راهنمای آزمایش‌های خشک‌کردن، تشویه و تکلیس در مقیاس آزمایشگاهی	۳۷۲	۶۷
۲۲	راهنمای پذیرش و نگهداری نمونه‌های معدنی در آزمایشگاه کانه‌آرایی	۶۸۰	۶۸
۲۳	راهنمای پوشش و تجهیزات حفاظتی کارکنان در واحدهای کانه‌آرایی	۵۱۴	۷۲
۲۴	راهنمای مخلوط‌سازی بار ورودی در کارخانه‌های فرآوری مواد معدنی	۵۷۲	۷۳
۲۵	فهرست کنترل کیفی بار ورودی، مواد در گردش و محصولات واحدهای کانه‌آرایی	۷۰۸	۷۷
۲۶	دستورالعمل دانه‌بندی مواد معدنی	۷۱۰	۷۹
۲۷	فهرست خدمات مهندسی تفصیلی واحدهای کانه‌آرایی		در دست تدوین
۲۸	راهنمای محاسبات در آزمایش‌های کانه‌آرایی		در دست تدوین
۲۹	راهنمای آماده‌سازی نمونه در آزمایشگاه کانه‌آرایی		در دست تدوین
۳۰	راهنمای فنی کنترل و پایش تجهیزات فرآوری		در دست تدوین
۳۱	راهنمای آزمایش‌های هیدرومتالورژی در مقیاس آزمایشگاهی		در دست تدوین

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 قابل دستیابی می‌باشد.

امور نظام فنی و اجرایی

Islamic Republic of Iran
Budget and Planning Organization

Instruction for Prepration and Analysis of Precious Metals (Au, Ag and Pt)

No. 704

Office of Deputy for Technical and
Infrastructure Development Affairs

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>

2018

این نشریه

روش‌های تجزیه شیمیایی کمی متداول برای تعیین غلظت فلزات گرانبها (طلا، نقره و عناصر گروه پلاتین) را ارائه می‌کند. این روش‌ها شامل دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت طلا، نقره، پلاتین، پالادیم و عناصر گروه پلاتین به همراه مراحل آماده‌سازی، تجزیه، محاسبات، مزایا و محدودیت‌های هر روش است.