



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۰۰۹۶

چاپ اول

**ISIRI**

**10096**

**1st. Edition**

کانه های آهن – اندازه گیری کلرید محلول  
در آب – روش الکتروود انتخابگر یون

**Iron ores –  
Measurement of water-soluble chloride –  
Ion-selective electrode method**

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران  
تهران - خیابان ولیعصر، ضلع جنوبی میدان ونک، پلاک ۱۲۹۴، صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹  
تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱  
دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳  
کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۱۶۳-۳۱۵۸۵  
تلفن: ۸-۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶۱)  
دورنگار: ۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶۱)  
پیام نگار: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)  
وبگاه: [www.isiri.org](http://www.isiri.org)  
بخش فروش، تلفن: ۲۸۱۸۹۸۹ (۰۲۶۱)، دورنگار: ۲۸۱۸۷۸۷ (۰۲۶۱)  
بها: ۱۷۵۰ ریال

Institute of Standards and Industrial Research of IRAN  
Central Office: No.1294 Valiaser Ave. Vanak corner, Tehran, Iran  
P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran  
Tel: +98 (21) 88879461-5  
Fax: +98 (21) 88887080, 88887103  
Headquarters: Standard Square, Karaj, Iran  
P.O. Box: 31585-163  
Tel: +98 (261) 2806031-8  
Fax: +98 (261) 2808114  
Email: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)  
Website: [www.isiri.org](http://www.isiri.org)  
Sales Dep.: Tel: +98(261) 2818989, Fax.: +98(261) 2818787  
Price:1750 Rls.

## به نام خدا

### آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه\* 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 پیشنهادهای 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

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

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. مؤسسه 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 سا زمانها 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، مؤسسه استاندارد 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 آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

\* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

- 1- International organization for Standardization
- 2 - International Electro technical Commission
- 3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)
- 4 - Contact point
- 5 - Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« کانه های آهن – اندازه گیری کلرید محلول در آب – روش الکتروود انتخابگر یون »

### رئیس:

امجدی ، محمد

( دکترای شیمی تجزیه )

سمت و/ یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشکده شیمی

دانشگاه تبریز

### دبیر:

ابراهیم فر ، رضا

( لیسانس شیمی کاربردی )

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی

آذربایجانشرقی

### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اخیری ، شهاب

( فوق لیسانس شیمی فیزیک )

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی

آذربایجانشرقی

حضرتی ، راحله

( فوق لیسانس شیمی آلی )

کارشناس آزمایشگاه طرح تولید

آلومینا از نفلین سلیسیت

رستمی ، شهرام

( فوق لیسانس شیمی معدنی )

رئیس آزمایشگاه طرح تولید آلومینا از

نفلین سلیسیت

سالک زمانی ، مریم

( فوق لیسانس علوم تغذیه )

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی

آذربایجانشرقی

سلماسی ، فاطمه

( لیسانس شیمی )

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی

آذربایجانشرقی

## فهرست مندرجات

صفحه

عنوان

---

ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۲	۴ واکنشگرها
۴	۵ وسایل لازم
۵	۶ نمونه برداری و نمونه ها
۵	۷ روش آزمون
۸	۸ روش محاسبه و بیان نتایج
۱۱	۹ گزارش آزمون
۱۲	۱۰ پیوست الف (الزامی) - نمودار گردشی روش پذیرش مقادیر تجزیه ای مربوط به آزمایش
۱۳	۱۱ پیوست ب (الزامی) - استخراج معادلات مربوط به تکرار پذیری و رواداری های مجاز
۱۴	۱۲ پیوست پ (الزامی) - نمایش نموداری داده های مربوط به دقت بدست آمده از آزمایش های تجزیه ای بین المللی

## پیش‌گفتار

استاندارد " کانه های آهن – اندازه گیری کلرید محلول در آب – روش الکتروود انتخابگر یون " پیش‌نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در پانصد و بیست و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۶/۱۲/۲۵ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک به استناد بند یک ماده 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.

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

ISO 9517: 2007, Iron ores - Determination of water-soluble chloride –  
Ion-selective electrode method

## کانه های آهن – اندازه گیری کلرید محلول در آب – روش الکتروکود انتخابگر یون<sup>۱</sup>

هشدار – در این استاندارد، مواد، عملیات و تجهیزات خطرناکی به کار گرفته شده است که نکات ایمنی مربوط به آنها توضیح داده نشده است. مسئولیت رعایت نکات ایمنی و تعیین کاربرد محدودیت های مقرراتی پیش از آزمون بر عهده کاربر می باشد.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش الکتروکود انتخاب گر یون برای اندازه گیری کسر جرمی کلرید محلول در آب کانه های آهن است. این روش در گستره کسر جرمی ۰/۰۰۷ تا ۰/۱ درصد کلرید محلول در آب کانه های آهن طبیعی، کنسانتره ها<sup>۲</sup> و یا همجوش<sup>۳</sup> شامل فرآورده های کلوخه ای<sup>۴</sup> کاربرد دارد.

یاد آوری – کلرید محلول در آب، قسمتی از کسر جرمی کلرید در کانه آهنی است که به وسیله خیسانیدن<sup>۵</sup> با محلول آبی تحت شرایط خنثی قابل استخراج است.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آنها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۷۳ : سال ۱۳۸۲ ، کانه آهن – آماده سازی نمونه

2-2 ISO 7764: Iron ores – preparation of predried test sample for chemical analysis

2-3 ISO Guide 35: Reference materials - General and statistical principles for certificated

### ۳ اصول آزمون

هضم آزمون<sup>۶</sup> در آب حاوی پتاسیم سولفات، انتقال سوسپانسیون به بالن حجمی و به حجم رساندن آن، صاف کردن محلول، افزودن محلول پتاسیم پرسولفات به حجم معینی از محلول صاف شده، افزودن بافر خنثی، افزودن محلول تنظیم کننده قدرت یونی و اندازه گیری پتانسیومتری غلظت کلرید با استفاده از الکتروکود انتخابگر یون و الکتروکود مرجع اتصال – دوگانه<sup>۷</sup>

1- Ion-selective electrode method

2- Concentrates

3- Agglomerates

4- Sinter products

5- leaching

6-Test portion

7- Double-junction

## ۴ واکنشگرها

در طی آزمون، فقط از واکنشگرهایی با درجه خلوص تجزیه ای و آب مقطر دو بار تقطیر یا آب معادل آن استفاده شود.

تهیه واکنشگرها و محلول های کالیبراسیون و همه عملیات مشخص شده در بندهای ۵، ۶ و ۷ باید در یک فضای کاملاً مجزا شده<sup>۱</sup> از مناطقی که در آنجا از هیدروکلریک اسید استفاده می شود، انجام پذیرد.

۱-۴ محلول پتاسیم سولفات ( $K_2SO_4$ )، با غلظت ۲ گرم بر لیتر

۱-۴ محلول پتاسیم سولفات ( $K_2SO_4$ )، با غلظت ۴ گرم بر لیتر

۳-۴ محلول پتاسیم پرسولفات ( $K_2S_2O_8$ )، با غلظت ۱/۵ گرم بر ۱۰۰ میلی لیتر

برای هر سری آزمایش به صورت تازه تهیه شوند.

۴-۴ محلول سدیم نترات ( $NaNO_3$ )، با غلظت ۵ مول بر لیتر

۴۲/۵ گرم نترات سدیم را در تقریباً ۶۰ میلی لیتر آب حل و به بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید، و به حجم رسانیده و هم بزنید.

۵-۴ محلول بافر فسفات

۲/۷۲ گرم پتاسیم دی هیدروژن فسفات ( $KH_2PO_4$ ) و ۲/۸۴ گرم دی سدیم هیدروژن فسفات ( $Na_2HPO_4$ ) را در ۴۰ میلی لیتر آب حل و آن را به بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و به حجم رسانیده و هم بزنید.

۶-۴ محلول شستشوی میله هم زن

۱۵۰ میلی لیتر سولفوریک اسید (جرم حجمی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر) و ۱۵۰ میلی لیتر فسفریک اسید (جرم حجمی ۱/۷۰ گرم بر میلی لیتر) را با دقت به ۷۰۰ میلی لیتر آب به افزایشید و هم بزنید.

۷-۴ محلول استاندارد کلرید A، ۱۰۰۰ میکروگرم کلرید در یک میلی لیتر

حدود دو گرم کلرید سدیم را در دمای ۱۰۵ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت خشک کنید و آن را در دسیکاتور سرد کنید. ۰/۸۲۴ گرم از ماده خشک شده را وزن کنید و آن را در تقریباً ۵۰ میلی لیتر آب حل و به بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و به حجم برسانید و هم بزنید.

یک میلی لیتر محلول استاندارد کلرید A، حاوی ۱۰۰۰ میکروگرم کلرید است.

۸-۴ محلول استاندارد کلرید B، ۵۰ میکروگرم کلرید در یک میلی لیتر

۲۵ میلی لیتر محلول استاندارد کلرید A را در بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری بریزید و به حجم برسانید و هم بزنید.

یک میلی لیتر از محلول استاندارد کلرید B حاوی ۵۰ میکروگرم کلرید است.

۹-۴ محلول استاندارد کلرید C، ۲۰ میکروگرم کلرید در یک میلی لیتر

۱۰/۰ میلی لیتر از محلول استاندارد کلرید A را در یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی لیتری بریزید و به حجم برسانید و هم بزنید.



یک میلی لیتر از محلول استاندارد کلرید C حاوی ۲۰ میکروگرم کلرید است. محلول های استاندارد B (طبق بند ۴-۸) و C (طبق بند ۴-۹) باید به صورت تازه تهیه شوند.

#### ۴-۱۰ محلول های کالیبراسیون

محلول های کالیبراسیون برای گستره مورد انتظار از کسر جرمی کلرید را طبق مشخصات ارائه شده در جدول یک تهیه کنید .

در صورت نامشخص بودن کسر جرمی کلرید، محلول های کالیبراسیون حاوی ۵/۰ میکروگرم، ۱۰/۰ میکروگرم و ۵۰/۰ میکروگرم کلرید در میلی لیتر را تهیه کنید. اگر کسر جرمی کلرید کمتر از ۰/۰۱۲ درصد باشد، محلول های کالیبراسیون بیشتری حاوی ۲/۰ میکروگرم و ۳/۰ میکروگرم از کلرید در هر میلی لیتر را تهیه کنید . برای کسرهای جرمی بالاتر کلرید، محلول های اضافی مورد نیاز را مطابق جدول ۱ تهیه کنید.

جدول ۱- محلول های کالیبراسیون مورد نیاز برای هر گستره کسر جرمی کلرید

غلظت در محلول کالیبراسیون µg/ml	کسر جرمی از کلرید در آزمایش <sup>۱</sup> درصد
۱۰/۰، ۵/۰، ۳/۰، ۲/۰	۰/۰۲۵ تا ۰/۰۰۵
۱۰/۰، ۵/۰	۰/۰۲۵ تا ۰/۰۱۲
۵۰/۰، ۲۵/۰، ۱۰/۰	۰/۱۰ تا ۰/۰۲۵

برای آماده سازی محلول های کالیبراسیون مورد نیاز، در بالن های حجمی ۱۰۰ میلی لیتری حجم های معین از محلول های استاندارد کلرید تعیین شده در جدول ۲ را بریزید.

جدول ۲- تهیه محلول های کالیبراسیون

محلول استاندارد	محلول استاندارد- حجم های معین ml	غلظت کلرید در محلول کالیبراسیون µg/ml
C (طبق بند ۴-۹)	۱۰/۰	۲/۰
C (طبق بند ۴-۹)	۱۵/۰	۳/۰
B (طبق بند ۴-۸)	۱۰/۰	۵/۰
B (طبق بند ۴-۸)	۲۰/۰	۱۰/۰
B (طبق بند ۴-۸)	۵۰/۰	۲۵/۰
A (طبق بند ۴-۷)	۵/۰	۵۰/۰

در هر بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری حجم تعیین شده از محلول استاندارد را افزوده سپس، ۶ میلی لیتر از محلول سدیم پرسولفات (طبق بند ۴-۳)، ۳۵ میلی لیتر از محلول پتاسیم سولفات (طبق بند ۴-۲)،

۲ میلی لیتر از محلول بافر فسفات (طبق بند ۴-۵) و ۲ میلی لیتر از محلول سدیم نیترات (طبق بند ۴-۴) (تنظیم کننده قدرت یونی) اضافه کنید. به حجم برسانید و هم بزنید. محلول های کالیبراسیون حاوی ۲/۰ میکروگرم تا ۱۰/۰ میکروگرم کلرید در هر میلی لیتر باید در همان روز مصرف، تهیه شوند.

## ۵ وسایل لازم

وسایل معمول آزمایشگاهی و نیز وسایل مشروح زیر:

- ۱-۵ هم زن مغناطیسی (اختیاری، به پارگراف ۷-۶-۴ مراجعه کنید).
  - ۲-۵ هم زن مغناطیسی /صفحه داغ<sup>۱</sup>
  - ۳-۵ میله های هم زن پوشیده شده با پلی اتیلن یا پلی تترافلوئورواتیلن<sup>۲</sup>، به طول ۲۵ میلی متر تا ۳۰ میلی متر.
- قبل از استفاده، میله های هم زن باید تمیز شوند تا آلودگی ناشی از کلرید و کانه های آهن رفع شود. برای این کار آن ها را در محلول شستشو (طبق بند ۴-۶) به مدت ۳۰ دقیقه و سپس در آب به مدت ۳۰ دقیقه قرار دهید. برای جا به جا کردن میله های هم زن تمیز شده، فقط از پنس های<sup>۳</sup> تمیز استفاده کنید .
- ۴-۵ وسایل تصفیه، شیشه ای یا پلاستیک پلی کربنات، با ریز صافی های<sup>۴</sup> غشاء سلولزی به قطر ۲۵ میلی متر تا ۵۰ میلی متر و اندازه منفذ های کمتر از ۱ میکرومتر. بهتر است برای جا به جایی ریز صافی ها از پنس تمیز استفاده شود.
  - ۵-۵ الکترودمتر انتخابگر یونی یا pH متر با حساسیت بالا، یا میلی ولت متر با مقاومت ظاهری بالا، قابلیت خوانایی با حساسیت ۰/۱ میلی ولت.
  - ۶-۵ الکترودمتر انتخابگر یونی کلرید و اتصال دوگانه مجزا، با جریان آزاد<sup>۵</sup>، الکترودمتر مرجع.

هر دو الکترودمتر باید مطابق دستورالعمل های سازنده نگهداری و استفاده شود، محلول محفظه بیرونی الکترودمتر مرجع بهتر است در مواقع معین تعویض و یا در صورت لزوم دوباره پر شود. سرعت جریان در محل اتصال نیترات / محلول آزمون توصیه می شود به گونه ای باشد که سطح محلول محفظه بیرونی با سرعتی تقریباً برابر با ۴ میلی متر تا ۵ میلی متر در روز پایین آید.

چون بعضی از الکترودهای انتخابگر یون کلرید به نور حساس می باشند، نبایستی در معرض نور مستقیم خورشید یا نورهای خیلی درخشان روز مورد استفاده قرار گیرد.

یادآوری - الکترودهای ترکیبی<sup>۶</sup> که معمولاً مجهز به الکترودمتر مرجع و اتصال دوگانه نیستند مناسب نمی باشند.

---

1-Magnetic stirrer/hotplate  
2-PTFE  
3-Tweezers  
4-Microfilters  
5-Free- flowing  
6-Combined electrode

## ۶ نمونه برداری و نمونه ها

### ۱-۶ نمونه آزمایشگاهی

برای آزمون، از یک نمونه آزمایشگاهی با اندازه ذرات به ابعاد کمتر از ۱۰۰ میکرومتر که طبق استاندارد ملی ایران به شماره ۹۷۳ برداشته و آماده شده است استفاده کنید. در حالتی که کانه های موجود، حاوی مقدار قابل توجهی آب ترکیبی یا ترکیبات قابل اکسید شدن باشند، از نمونه هایی با اندازه ذرات به ابعاد کمتر از ۱۶۰ میکرومتر استفاده کنید.

**یاد آوری** - در مورد وجود مقادیر قابل توجهی از آب ترکیبی یا ترکیبات قابل اکسید شدن راهنمایی هایی در استاندارد بند ۲-۲ ارائه شده است.

### ۲-۶ آماده سازی آزمایش های از پیش خشک شده

نمونه آزمایشگاهی را به طور کامل مخلوط کنید و با برداشتن چندین جزء از آن، آزمایش ای را که نمایانگر کل محتویات ظرف باشد به دست آورید. آزمایش را در دمای  $C^{\circ} \pm 2^{\circ}$   $C^{\circ} 10.5$  طبق استاندارد بند ۲-۲ خشک کنید.

## ۷ روش آزمون

### ۱-۷ تعداد اندازه گیری ها

هر آزمایش خشک شده دست کم دو بار به طور مستقل و مطابق با پیوست الف اندازه گیری کنید.

**یادآوری** - منظور از واژه مستقل این است که نتیجه دوم و هر نتیجه دیگر بعدی نباید تحت تاثیر نتیجه های قبلی قرار بگیرد.

در این روش خاص تجزیه ای این شرط بدین معناست که تکرار آزمایش باید یا به وسیله یک فرد در زمان های متفاوت یا توسط آزمایشگرهای مختلف انجام گیرد و در هر مورد کالیبراسیون مجدد انجام شود.

### ۲-۷ آزمون شاهد و آزمون کنترل

**یادآوری** - آزمون شاهد به دلایل فنی، برای روش های انتخابگر یون نمی تواند انجام شود. برای این مورد به بند ۴-۷-۲ مراجعه شود.

در هر آزمایش، یک اندازه گیری بر روی ماده مرجع تائید شده از نوع همان کانه باید به موازات اندازه گیری نمونه کانه تحت شرایط یکسان انجام شود. آزمایش از پیش خشک شده مربوط به ماده مرجع تائید شده باید (طبق بند ۲-۶) تهیه گردد.

ماده مرجع تائید شده بایستی از نوع نمونه ای باشد که اندازه گیری شده است و مشخصات هر دو ماده بایستی به اندازه کافی مشابه باشد، تا این اطمینان حاصل شود که در هر مورد به تغییرات قابل توجهی در روش تجزیه ای نیاز نخواهد بود.

زمانی که اندازه گیری به طور همزمان روی چندین نمونه از یک نوع کانه انجام گیرد، می توان از مقدار تجزیه ای یک ماده مرجع تائید شده استفاده کرد.

### ۳-۷ تنظیم دما

#### ۱-۳-۷ هم زن مغناطیس / صفحه داغ

تنظیم دمای صفحه داغ را به گونه ای انجام دهید که دمای حدوداً ۳۵ میلی لیتر آب را بین  $90^{\circ}\text{C}$  تا  $95^{\circ}\text{C}$  نگه دارد.

#### ۲-۳-۷ صفحه داغ آزمایشگاهی

صفحه داغ را از قبل گرم کنید تا به گونه ای تنظیم شود که ظرف مدت ۲۵ دقیقه دمای ۵۰ میلی لیتر آب را (بدون جوشیدن) به  $90^{\circ}\text{C}$  برساند.

#### ۴-۷ آزمون های مقدماتی

#### ۱-۴-۷ آزمون کنترل سیستم الکتروود

قبل از استفاده از الکتروودها برای هر سری از آزمون ها، آزمون کنترل در خصوص عملکرد الکتروودها را به شرح زیر انجام دهید.

۱۰ میلی لیتر آب، یک میله هم زن (طبق بند ۳-۵) و ۲ میلی لیتر محلول سدیم نیترات (طبق بند ۴-۴) را به داخل بشر ۱۵۰ میلی لیتری یا ۲۵۰ میلی لیتری اضافه کنید. الکتروودها را در داخل محلول قرار دهید و به مدت ۵ دقیقه هم بزنید و پتانسیل الکتروود را برحسب میلی ولت ( $E_1$ ) ثبت کنید.

با سرعتی هم بزنید که تمامی حباب های هوا از سطح الکتروود جدا شود، اما گردابی ایجاد نشود.

یک میلی لیتر از محلول استاندارد کلرید A (طبق بند ۴-۷) را اضافه کنید، برای مدت زمان ۵ دقیقه هم بزنید و اجازه دهید عدد ثابتی به دست آید و پتانسیل الکتروود ( $E_2$ ) را ثبت کنید. ۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد کلرید A (طبق بند ۴-۷) را اضافه کنید و به مدت ۵ دقیقه هم بزنید و دوباره پتانسیل الکتروود ( $E_3$ ) را ثبت کنید.

کارکرد الکتروودها هنگامی رضایت بخش در نظر گرفته می شود، که تفاوت بین  $E_2$  و  $E_3$  در گستره دمایی  $20^{\circ}\text{C}$  تا  $25^{\circ}\text{C}$  برای محلول های آزمون  $(2 \pm 57)$  میلی ولت، باشد.

#### ۲-۴-۷ آزمون کنترل آلودگی

برای حصول اطمینان از عدم آلودگی دستگاه ها و واکنشگرها به کلرید (طبق بند ۷-۶)، بدون اضافه کردن آزمون عمل کنید. عدد خوانده شده برای پتانسیل الکتروود بهتر است در محدوده ۲۰ میلی ولت عدد خوانده شده برای  $E_1$  (طبق بند ۴-۷) باشد. در غیر این صورت، توصیه می شود مراحل تمیز کردن تکرار شود. و اگر پتانسیل خوانده شده از  $E_1$  بازهم، در فاصله ۲۰ میلی ولت  $E_1$  نباشد، از منبع دیگر پتاسیم سولفات استفاده کنید و سپس در صورت لزوم، از پتاسیم پرسولفات یا واکنشگرهای بافر دیگر استفاده کنید.

#### ۵-۷ آزمون

تقریباً ۲ گرم از آزمایش از پیش خشک شده (طبق بند ۶-۲) را با دقت  $0.001$  گرم وزن کنید.

#### ۶-۷ اندازه گیری

### ۷-۶-۱ استخراج کلرید محلول در آب

آزمونه (طبق بند ۷-۵) را با استفاده از پنس به یک بشر ۱۵۰ میلی لیتری منتقل کنید، و یک میله هم زن با روکش پلاستیکی تمیز شده (طبق بند ۵-۳) درون آن قرار دهید، ۳۵ میلی لیتر از محلول پتاسیم سولفات (طبق بند ۴-۱) اضافه کنید. روی هم زن مغناطیسی / صفحه داغ از پیش گرم شده (طبق بند ۷-۳-۱) قرار دهید و دمای مورد نیاز را تنظیم کنید، روی آن را بپوشانید و به مدت یک ساعت هم بزنید. از روی صفحه داغ بردارید و در حمام آب، سرد کنید. محلول و مواد جامد معلق را به داخل یک بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و به حجم برسانید. برای مدت ۱۰ دقیقه صبر کنید تا ته نشین شود.

### ۷-۶-۲ صاف کردن

دستگاه ریزصافی (طبق بند ۵-۴) را با استفاده از پنس روی یک بالن صافی ۲۵۰ میلی لیتر خشک سوار کنید، و با استفاده از پنس غشاء ریزصافی (طبق بند ۵-۴) را در آن قرار دهید. بدون شستشو هر مقدار از محلول و مواد جامد معلق را که ممکن باشد، به صافی منتقل کنید و بدون شستشو، صاف کردن را تمام کنید.

### ۷-۶-۳ عملیات مربوط به محلول آزمایش

حجمی برابر ۴۵/۰ میلی لیتر (۲۰/۰ میلی لیتر + ۲۵/۰ میلی لیتر) از محلول صاف شده را درون بشر ۱۰۰ میلی لیتری بلند<sup>۲</sup> بریزید و ۳ میلی لیتر از محلول پتاسیم پرسولفات (طبق بند ۴-۳) و ۱/۰ میلی لیتر از محلول بافر فسفات (طبق بند ۴-۵) را به آن اضافه کنید. محلول را روی صفحه داغ از پیش گرم شده (طبق بند ۷-۳-۲) قرار دهید و به مدت ۳۰ دقیقه حرارت دهید. در حمام آب، سرد کنید و به داخل بالن حجمی ۵۰/۰ میلی لیتری که در بند ۷-۶-۱ در آزمون های جاری استفاده نشده است، منتقل کنید. یک میلی لیتر از محلول سدیم نترات (طبق بند ۴-۴) را به داخل بشر اضافه کنید، و در حال آبکشی به بالن حجمی منتقل کنید. به حجم برسانید و هم بزنید.

### ۷-۶-۴ اندازه گیری پتانسیل الکتروود

محلول های مناسب کالیبراسیون (طبق بند ۴-۱۰) را تهیه کنید و آن ها را همراه با محلول آزمون در یک حمام آب هم دما با دمای محیط نگهدارید. وقتی که تعادل برقرار شد، همه محلول ها را از حمام آب خارج کنید. محلول آزمون را به داخل بشر ۱۰۰ میلی لیتری باقی مانده منتقل و با استفاده از پنس، میله هم زن دارای پوشش پلاستیکی (طبق بند ۵-۳) را درون آن قرار دهید. اجازه دهید به مدت ۱۵ دقیقه بماند تا با دمای محیط به تعادل برسد. سیستم الکتروود را داخل بشر قرار دهید و پس از هم زدن مغناطیسی روی هم زن بدون صفحه داغ (طبق بند ۵-۱) به مدت ۵ دقیقه در دمای محیط، اجازه دهید تا عدد ثابت بدست آید، پتانسیل الکتروود را ثبت کنید.

اگر هم زن مغناطیسی بدون صفحه داغ در دسترس نیست، مطمئن شوید که هم زن / صفحه داغ هم دمای محیط باشد. در هر دو مورد، یک تکه از مقوا را بین بشر و هم زن قرار دهید تا از اثرات حرارتی هم زن جلوگیری شود.

1- Leaching

2- 100 ml tall-form beaker

هم زدن بایستی به گونه ای انجام شود که تمامی حباب های هوا از سطح الکتروود جدا شوند، اما گردابی ایجاد نشود .

#### ۷-۶-۵ تهیه نمودار کالیبراسیون

محلول های کالیبراسیون (طبق بند ۴-۱۰) متناسب با غلظت کلرید با استفاده از مقادیر راهنمای پتانسیل در مقابل غلظت کلرید داده شده در جدول ۳ انتخاب کنید.

جدول ۳- پتانسیل های مربوط به غلظت کلرید

پتانسیل الکتروود mv	غلظت کلرید $\mu\text{g} / \text{ml}$
۱۹۰ تا ۲۶۰	۱ تا ۱۰
۱۵۵ تا ۱۹۵	۵۰ تا ۱۰

#### ۷-۶-۶ اندازه گیری غلظت کلرید

محلول های کالیبراسیون را (طبق بند ۷-۶-۴) آماده کنید و پتانسیل های الکتروود را به ترتیب صعودی غلظت، مشابه روش محلول های آزمون اندازه گیری کنید.

بین اندازه گیری ها الکتروودها را آبکشی کرده و با دستمال خشک کنید.

اگر پاسخ الکتروود کند باشد (کمتر از ۵ دقیقه) دستورالعمل های سازنده را برای تمیز کردن غشاء حساس الکتروود از رسوبات احتمالی دنبال کنید.

مجموعه الکتروود نباید در معرض تغییرات زیاد دمایی قرار گیرد. اگر این اتفاق افتاد، باید زمان کافی برای رسیدن به دمای تعادل بین محلول های آزمون و کالیبراسیون داده شود.

با در نظر گرفتن اولین سری از اعداد به عنوان راهنما، مقادیر خوانده شده در مورد محلول های کالیبراسیون و آزمون را می توان به ترتیب صعودی گروه بندی کرد و مجموعه قرائت ها را در یک دهه از غلظت کلرید، پیش از پرداختن به سری بعدی کامل کرد. اعداد دومین سری را به عنوان نتایج قطعی قبول کنید. با استفاده از کاغذ نمودار نیمه لگاریتمی، نمودارهای جداگانه کالیبراسیون را برای هر ده غلظت از کلرید تهیه کنید. غلظت کلرید را روی محور لگاریتمی و کاهش پتانسیل الکتروود را روی محور خطی ترسیم کنید.

یادآوری - در غلظت های کمتر از ۳ میکروگرم از کلرید در هر میلی لیتر، قدری انحناء مشاهده خواهد شد.

غلظت کلرید محلول آزمون را از نمودار کالیبراسیون بخوانید.

#### ۸ روش محاسبه و بیان نتایج

##### ۸-۱ محاسبه کسر جرمی کلرید محلول در آب

کسر جرمی کلرید محلول در آب در آزمایش، بر حسب درصد جرمی تا پنج رقم اعشاری با استفاده از معادله (۱) محاسبه می شود:

$$w_{Cl} (\%) = \frac{1.11\rho_{Cl}}{200m} \quad \text{معادله (۱)}$$

که در آن :

$\rho_{Cl}$  غلظت کلرید محلول آزمون بدست آمده از نمودار کالیبراسیون برحسب میکروگرم در میلی لیتر

$m$  جرم آزمون برحسب گرم

نسبت ۵۰/۰ بر ۴۵/۰

۲-۸ ارزیابی عمومی نتایج

۱-۲-۸ تکرار پذیری و رواداری مجاز

دقت این روش آزمون با معادلات رگرسیون زیر محاسبه می شود<sup>۱</sup>.

$$R_d = 0.0381X^{0.6045} \quad \text{معادله (۲)}$$

$$P = 0.1298X^{0.7267} \quad \text{معادله (۳)}$$

$$\sigma_d = 0.0135X^{0.6045} \quad \text{معادله (۴)}$$

$$\sigma_L = 0.0456X^{0.7410} \quad \text{معادله (۵)}$$

که در آن :

$X$  کسر جرمی کلرید محلول در آب آزمایش از پیش خشک شده است که به صورت درصد جرمی بیان شده،

به شرح زیر محاسبه می شود:

- معادلات درون آزمایشگاهی معادله های (۲) و (۴): میانگین حسابی مقادیر دوتایی<sup>۲</sup>

- معادلات بین آزمایشگاهی معادله های (۳) و (۵): میانگین حسابی نتایج نهایی (طبق بند ۸-۲-۳)

مربوط به دو آزمایشگاه

$R_d$  حد دوتایی مستقل

$P$  رواداری مجاز بین آزمایشگاهی

$\sigma_d$  انحراف استاندارد دوتایی مستقل

$\sigma_L$  انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی

۲-۲-۸ تعیین نتیجه تجزیه

نتایج دوتایی مستقل حساب شده طبق معادله (۱) را، با حد دوتایی مستقل  $R_d$ ، با استفاده از روش شرح

داده شده در پیوست الف، مقایسه کنید و نتیجه نهایی  $\mu$  را بدست آورید (بند ۸-۲-۵ را ببینید).

۳-۲-۸ دقت بین آزمایشگاهی

دقت بین آزمایشگاهی برای تعیین موافقت بین نتایج نهایی گزارش شده توسط دو آزمایشگاه مورد استفاده

قرار می گیرد. فرض می شود که هر دو آزمایشگاه از روش شرح داده شده در بند ۸-۲-۲ پیروی کرده اند.

مقدار زیر را حساب کنید:

$$\mu_{1,2} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \quad \text{معادله (۶)}$$

۱- برای آگاهی به پیوست های ب و پ مراجعه کنید.

که در آن :

$\mu_1$  نتیجه نهایی گزارش شده توسط آزمایشگاه ۱

$\mu_2$  نتیجه نهایی گزارش شده توسط آزمایشگاه ۲

$\mu_{1,2}$  میانگین نتایج نهایی

$\mu_{1,2}$  را به جای  $X$  در معادله (۳) قرار دهید و  $P$  را حساب کنید.

اگر  $P \leq |\mu_1 - \mu_2|$ ، نتایج نهایی موافقت دارند.

#### ۴-۲-۸ کنترل درستی<sup>۱</sup>

درستی روش تجزیه باید با به کار بردن آن در یک مورد ماده مرجع تایید شده (CRM)<sup>۲</sup> یا یک ماده مرجع (RM)<sup>۳</sup> کنترل شود (پاراگراف سوم بند ۷-۲ را ببینید). نتیجه آزمون ( $\mu$ ) برای CRM/RM را طبق بندهای ۸-۱ و ۸-۲ تا ۸-۳ محاسبه کنید و آن را با مقدار مرجع یا تایید شده  $A_c$  مقایسه کنید. دو احتمال وجود دارد:

الف -  $C \leq |\mu_1 - \mu_2|$  در این مورد، تفاوت بین نتیجه گزارش شده و مقدار مرجع یا مقدار تایید شده از نظر آماری بی معنا است.

ب -  $C > |\mu_c - A_c|$  در این مورد، تفاوت بین نتیجه گزارش شده و مقدار مرجع یا مقدار تایید شده از نظر آماری معنادار است.

که در آن:

$\mu_c$  نتیجه نهایی برای CRM/RM

$A_c$  مقدار تایید شده یا مرجع برای CRM/RM

$C$  یک مقدار وابسته به نوع CRM/RM مورد استفاده است.

توصیه می شود مواد مرجع تایید شده مورد استفاده برای این منظور آماده و طبق استاندارد بند ۲-۳ تایید شده باشد.

برای CRM/RM تایید شده توسط برنامه آزمون بین آزمایشگاهی:

$$C = 2\sqrt{\sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n} + V(A_c)}$$

1- Truness

2- Certified reference material

3- Reference material



که در آن:

$V(A_c)$  واریانس مقدار تایید شده یا مرجع  $A_c$  (برابر صفر برای یک CRM/RM تایید شده توسط فقط یک آزمایشگاه)؛

$n$  تعداد تکرار اندازه گیری های انجام شده روی CRM/RM است.

بهبتر است از CRM های تایید شده توسط فقط یک آزمایشگاه اجتناب کرد، مگر اینکه معلوم شود مقدار تایید شده بدون خطای یک سوپیه است.

### ۸-۲-۵ محاسبه نتیجه نهایی

نتیجه نهایی عبارت است از میانگین حسابی مقادیر آزمون قابل قبول برای آزمایش که تا ۵ رقم اعشاری محاسبه و تا سه رقم اعشاری به شرح زیر گرد می شود:

الف - وقتی که رقم چهارم اعشار کمتر از ۵ است، کنار گذاشته می شود و رقم سوم اعشاری بدون تغییر نگهداشته می شود.

ب - وقتی که رقم چهارم اعشاری ۵ است و عددی به غیر از صفر در رقم پنجم اعشاری وجود دارد یا وقتی که رقم چهارم اعشاری بزرگتر از ۵ است، رقم سوم اعشاری یک رقم افزایش می یابد.

ج - وقتی که رقم چهارم اعشاری ۵ است و رقم پنجم اعشاری صفر است، عدد ۵ کنار گذاشته می شود و رقم سوم اعشاری چنانچه صفر، ۲، ۴، ۶، ۸ باشد، بدون تغییر نگه داشته می شود و اگر ۱، ۳، ۵، ۷، ۹ باشد یک رقم افزایش می یابد.

### ۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

الف - نام و نشانی آزمایشگاه انجام دهنده آزمون

ب - تاریخ صدور گزارش آزمون

پ - ارجاع به این استاندارد ملی

ت - جزئیات لازم برای شناسایی نمونه

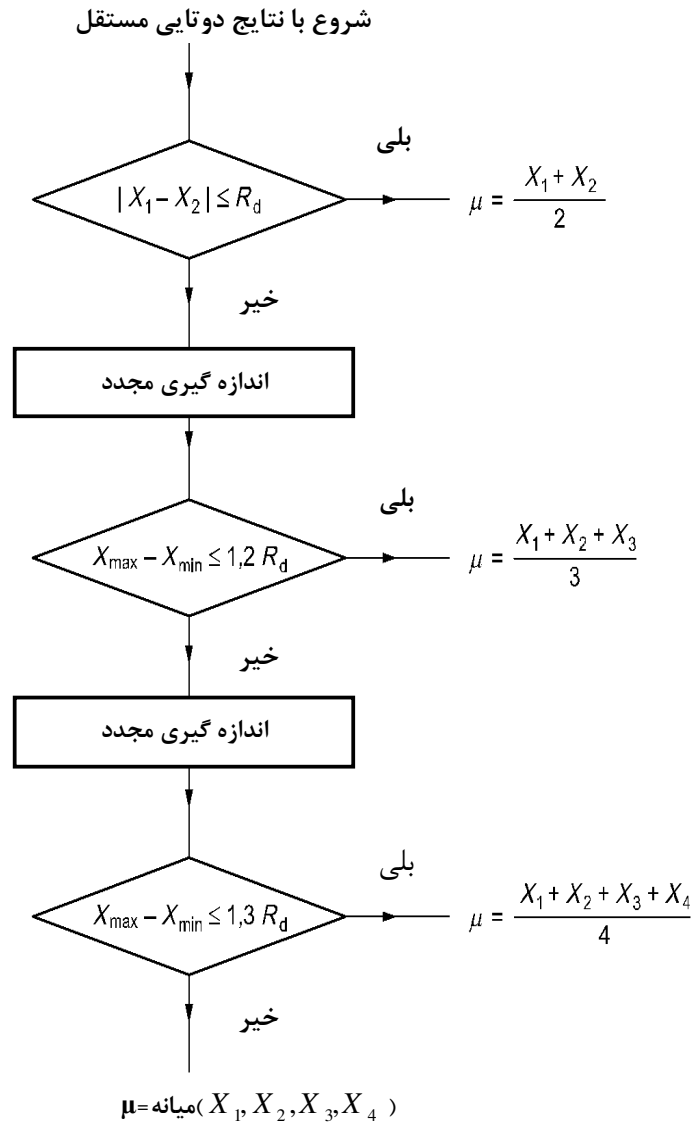
ث - نتیجه آزمون

ج - کلیه مشخصات مشاهده شده در حین اندازه گیری، و تمامی عملیاتی که در این استاندارد ملی مشخص نشده و ممکن است تأثیری روی نتیجه به دست آمده در مورد آزمایش و ماده یا / مواد مرجع تایید شده داشته باشد.

چ - نام و نام خانوادگی و امضای آزمون کننده

پیوست الف  
(الزامی)

نمودار گردش‌ی روش پذیرش مقادیر تجزیه‌ای مربوط به آزمایش



$R_d$  در بند ۸-۲-۱ تعریف شده است.

پیوست ب  
(اطلاعاتی)

استخراج معادلات مربوط به تکرارپذیری و رواداری های مجاز

معادلات رگرسیون داده شده در بند ۸-۲-۱ به وسیله ارزیابی آماری نتایج آزمون های تجزیه ای بین المللی انجام شده در سال های ۱۹۸۳ و ۱۹۸۴ روی سه نمونه از کانه (به جدول ب ۱- مراجعه کنید) در ۱۸ آزمایشگاه در ۶ کشور به دست آمده است. بررسی نموداری داده های مربوط به دقت در پیوست پ نشان داده شده است.

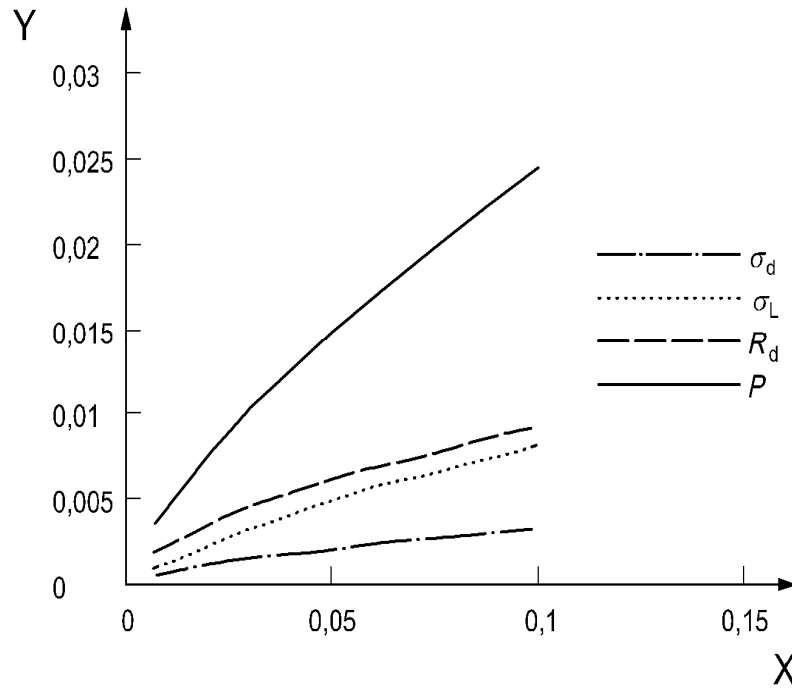
جدول ب ۱ - کسر جرمی کلرید محلول در آب در آزمایش ها

کسر جرمی کلرید محلول در آب %	نمونه
۰/۰۰۷۳	Mt Newman, fines
۰/۰۱۷۲	Usinor KDF
۰/۰۹۶۱	Malmberget(synthetic)

پیوست پ  
(اطلاعاتی)

نمایش نموداری داده های مربوط به دقت بدست آمده از آزمایش های تجزیه ای بین المللی

یادآوری - این شکل نمایش نموداری معادلات بند ۸-۲-۱ است.



X کسر جرمی کلرید محلول در آب، درصد  
Y دقت، درصد

شکل پ ۱ - کوچکترین مربعات دقت در مقابل مقدار X برای کلرید محلول در آب

---

ICS: 73.060

صفحة : ١٢

---