

**رنگ‌ها و محصولات مشابه**  
**تعیین مقدار کمی سرب، کروم و کادمیوم**  
**(روش جذب اتمی)**

صفحه ۱/۴

**بدون محدودیت کاربرد****۱- موضوع و دامنه کاربرد**

هدف از روش حاضر تشریح طرز کاری است که امکان تعیین مقدار کمی سرب، کروم و کادمیوم را در رنگ‌ها: الکتروفورزهای پایانی و میانی (محصولات در وضعیت نو) فراهم می‌سازد.

این روش مربوط به غلظت‌های ۰ تا ۱٪ برای سرب و کروم و ۰ تا ۲٪ برای کادمیوم می‌شود در صورتی که محصول، حاوی مقادیری بیشتر از موارد فوق باشد کافی است برای قرار گرفتن در محدوده‌های کالیبره کردن آنرا رقیق نمود.

**۲- اصول**

پس از تبخیر حلال‌ها و کانی سازی محصول، مقادیر کمی عناصر کروم، کادمیوم و سرب با روش جذب اتمی تعیین می‌گردند.

**۳- معرف‌ها (عوامل واکنش دهنده)****۳-۱- اسید نیتریک**(برای آنالیزها)  $d=1/38$ **۳-۲- اسید کلریدریک**(برای آنالیزها)  $d=1/18$ **۳-۳- اسید پرکلریک**(برای آنالیزها)  $d=1/67$ **۳-۴- بی کرومات پتاسیم**

(برای آنالیزها)

**SOLUTIONS- MERES ۳-۵****۳-۵-۱- محلول سرب**

روی حمام شن به آرامی ۵۰۰mg سرب ۹۹/۹٪ را با ۵۰ml اسید نیتریک (au1/2) ترکیب کنید. چند قطره اسید کلریدریک را برای تسهیل واکنش اضافه نمایید. پس از حل کردن کامل، حجمی را در یک فیول مدرج ۵۰۰ میلی‌لیتری بریزید.

$1\text{ml} \rightarrow 1\text{mgpb}$

**۳-۵-۲- محلول کادمیوم**

۵۰۰mg کادمیوم ۹۹/۹۹۹٪ را به آرامی با ۳۰ml اسید کلریدریک ترکیب کنید (واکنش دهید) پس از حل کردن کامل، حجمی را در یک فیول مدرج ۵۰۰ میلی‌لیتری بریزید.

$1\text{ml} \rightarrow 1\text{mgcd}$

رنگ‌ها و محصولات مشابه - تعیین مقدار کمی اجزای تشکیل دهنده عناصر	D50 1593	2/4
--	----------	-----

### ۳-۵-۳- محلول کروم

دقیقاً ۱/۴۱۵g بی کرومات پتاسیم را در آب مقطر حل نموده و حجم را تا ۵۰۰ml برسانید.

#### ۴- تجهیزات

##### ۴-۱- ابزار متداول در آزمایشگاه

##### ۴-۲- طیف سنج جذب اتمی

#### ۵- طرز کار

##### ۵-۱- احتیاط‌های مقدماتی

قبل از هرگونه نمونه برداری، محصول مورد آزمایش باید به دقت هموژنیزه (همگن سازی) گردد. علاوه بر آن چون محلول بسیار فرار است، توزین آن باید در سریعترین زمان ممکن صورت گیرد.

##### ۵-۲- حل سازی

در یک بشر ۱۵۰ میلی لیتری به وزن ۱ ml (تقریباً به میلی گرم)، حدوداً ۱g از محصول را بریزید. در این صورت ۲m وزن جدید بشر خواهد بود (تقریباً به میلی گرم).

وزن محصول (m) برابر با  $(m_2 - m_1)g$  خواهد بود.

آنها به مدت حدوداً یک ساعت روی حمام شن  $300^{\circ}C$  تبخیر نمایید.

پس از خنک سازی، بشر وزنی معادل ۳m خواهد داشت.

که وزن محلول =  $m_2 - m_3$

و وزن عصاره خشک =  $m_3 - m_1$

آن وقت عصاره خشک را با ۱۰ml اسید نیتریک ترکیب کنید.

آنها روی حمام شن تبخیر کنید.

سپس بگذارید تا خنک گردد.

دوباره کمی از آب مقطر را برداشته سپس به طور متوالی ۱۰ml اسید نیتریک، ۵ml اسید کلریدریک و ۵ml اسید پرکلریدریک را اضافه کنید. به آرامی روی حمام ماسه تا اکسیداسیون پرکلریک گرم کرده سپس روی صفحه گرم کننده تا انتشار دوده‌های (بخارات) پرکلریک از ته بشر، حرارت را به شدت افزایش دهید. بعد آنها خنک سازید.

دوباره ۳۰ml آب مقطر و سپس ۲۰ml آب رگال (۲/۳ اسید کلریدریک و ۱/۳ اسید نیتریک) را برداشته سپس آنها به آرامی روی حمام شن تا انحلال کامل نمک‌ها حرارت دهید.

در آخر از صافی متخلخل متوسط به داخل یک فیول مدرج ۵۰۰ml عبور داده و با آب مقطر پر کنید.

##### ۵-۳- کالیبره کردن

در ۵ فیول مدرج ۵۰۰ میلی لیتری که از قبل حاوی ۲۰ml آب رگال و ۵ml اسید پرکلریک است، مقادیر سرب و کروم را از صفر تا ۱۰ میلی گرم و مقادیر کادمیوم را از صفر تا ۲mg اضافه کنید.

نمونه کالیبراسیون (که خاص نمی‌باشد) در زیر آورده شده است.

	Pb	Cd	Cr
A	0	2	10
B	1	1,5	5
C	3	1	3
D	5	0,5	0
E	10	0	1

##### ۵-۴- اندازه‌گیری‌ها

تعیین مقدار کمی اجزای تشکیل دهنده عناصر با جذب اتمی انجام می‌شود.

شرایط کاربری توصیه شده برای "403" PERKIN-ELMER به صورت زیر است.

دبی (l/min)	شعله	شکاف	طول موج (بر حسب nm)	عناصری که باید مقدار آنها تعیین گردد
23 - 8	هوا - استیلن	4	217	Pb
23 - 8	هوا - استیلن	3	357,8	Cr
23 - 8	هوا - استیلن	4	228,8	Cd

قبل از انجام آزمایشات، تنظیمات لازم را برای بهینه سازی محلول‌های کالیبراسیون و نمونه انجام دهید.  
پس از صاف کردن هر نمونه، با آب مقطر بشویید.

## ۶- نحوه بیان نتایج

منحنی دانسیته‌های اپتیک را با توجه به هر یک از عناصر رسم کنید.  
مقدار سرب، کروم و کادمیوم را قرائت کرده سپس درصد هر یک از آنها را با در نظر گرفتن رقیق شدگی‌های احتمالی انجام گرفته در آغاز، دقیق سازید.  
برای مثال درصد سرب از طریق فرمول زیر بدست خواهد آمد.  
$$g.100 \text{ (وزن سرب)} = \frac{\text{درصد سرب در رنگ}}{(m2-m1)}$$
  
$$g.100 \text{ (وزن سرب)} = \frac{\text{درصد سرب در عصاره خشک}}{(m3-m1)}$$
  
درصد کروم و کادمیوم نیز به همین شکل به دست خواهند آمد.

## ۷- توضیحات

۷-۱- در صورتی که طرز کار به طور دقیق رعایت گردد، این روش هیچ گونه خطری را در بر نخواهد داشت.

۷-۲- می‌توان به نحوی که در این روش آمده مقدار کمی عناصری از قبیل Fe (آهن)، Ce (کلسیم)، Sr (استرونتیم) و Mo (مولیبدن) را تعیین کرد. به همین منظور کافی است کالیبراسیون‌های مناسبی را انجام داد.

## ۸- تاریخچه و مدارک مورد اشاره

### ۸-۱- تاریخچه

#### ۸-۱-۱- تدوین

• OR: 01/10/1978 - تدوین استاندارد

#### ۸-۱-۲- موضوع تغییرات

• B: 12/02/1997 - ورود در شبکه IDEM

• C: 28/11/1997 - اصلاح و ورود در شبکه IDEM

### ۸-۲- مدارک مورد اشاره

#### ۸-۲-۱- مدارک PSA

##### ۸-۲-۱-۱- استانداردها

##### ۸-۲-۱-۲- غیره

#### ۸-۲-۲- مدارک خارجی

### ۸-۳- معادل با:

### ۸-۴- مطابق با:

### ۸-۵- کلمات کلیدی