



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۲۴۹

چاپ اول

اردیبهشت ۱۳۹۲

INSO

16249

1st. Edition

May.2013

طیف‌سنج‌های جذب اتمی برای  
اندازه‌گیری آلاینده‌های فلزی موجود در آب

Atomic absorption spectrometers for  
measuring metal pollutants in water

ICS:17.040.30

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

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

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<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 پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

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

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

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

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد  
"طیف سنج‌های جذب اتمی برای اندازه‌گیری آلاینده‌های فلزی موجود در آب"

رئیس:

مشفق ، حمیدرضا

(دکتری فیزیک)

سمت و / یا نمایندگی

استاد دانشگاه تهران

دبیران:

حاجتی مدارایی ، فرج اله

(فوق لیسانس اقتصاد صنعتی)

کارشناس استاندارد

هاشمی عراقی ، محمد رضا

(لیسانس فیزیک )

سازمان ملی استاندارد ایران

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابوتراب ، حسین

(فوق لیسانس عمران)

مدیر مطالعات و بررسی های فنی شرکت آب

و فاضلاب کشور

توکلی گلپایگانی ، علی

(دکتری مهندسی پزشکی)

استاد دانشگاه علوم پزشکی شیراز

رضوی ، رخساره

(لیسانس فیزیک)

سازمان ملی استاندارد ایران

شگفتی ، سحر

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس تصفیه خانه آب شرکت آب و

فاضلاب کشور

صائب منفرد ، احسان

(فوق لیسانس مهندسی پزشکی)

مدیر پروژه شرکت آرمان تندرست

طلوع ، علیرضا

(دکتری مهندسی پزشکی)

رئیس هیئت مدیره شرکت مشاورین کارآمد

طیب زاده ، سیدمجتبی

(فوق لیسانس مهندسی پزشکی)

سازمان ملی استاندارد ایران

علی زاده ، حمیدرضا

(فوق لیسانس فیزیک دریا)

سازمان ملی استاندارد ایران

قادر ، مسعود

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

کارشناس مسئول واکسن و سرم موسسه

تحقیقات واکسن و سرم سازی رازی

مرنندی ، وحید

(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

مدیر ارزیابی و بهبود روش‌های انستیتو

پاستور ایران

## فهرست مندرجات

صفحه		عنوان
ب		آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج		کمیسیون فنی تدوین استاندارد
د		پیش گفتار
ه		مقدمه
۱	۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	۲	مراجع الزامی
۳	۳	اصطلاحات و تعاریف
۳	۳-۱	جذب
۳	۳-۲	اتمی ساز
۳	۳-۳	محلول شاهد
۳	۳-۴	محلول استاندارد مرجع
۳	۳-۵	غلظت شاخص / جرم شاخص
۳	۳-۶	حد آشکارسازی
۴	۳-۷	گستره کاری
۴	۳-۸	مه پاش
۴	۳-۹	تکرارپذیری
۴	۳-۱۰	برنامه ریزی دمایی
۴	۴	توصیف دستگاه
۴	۴-۱	کلیات
۴	۴-۲	سامانه AAS شعله‌ای
۵	۴-۳	سامانه AAS کوره‌ای
۶	۴-۴	سایر تکنیک‌ها
۶	۴-۴-۱	سامانه AAS هیدریدی
۶	۴-۴-۲	سامانه AAS بخار سرد
۶	۵	الزامات اندازه‌شناختی
۱۰	۶	الزامات تکنیکی
۱۰	۶-۱	اتمی‌سازها
۱۱	۶-۲	منبع نور
۱۲	۶-۳	سامانه نوری
۱۲	۶-۴	آشکارساز نوری
۱۲	۶-۵	سامانه‌های قرائت
۱۲	۶-۶	علامت گذاری‌های سامانه AAS
۱۳	۷	دستورالعمل‌های کاری
۱۴	۸	کنترل‌های اندازه‌شناختی
۱۴	۸-۱	ملاحظات کلی
۱۴	۸-۲	روش‌های اجرایی کنترلی
۱۶		پیوست الف- (الزامی) آزمون عملکرد برای یک سامانه طیف سنج جذب اتمی کامل

استاندارد " طیف‌سنج‌های جذب اتمی برای اندازه‌گیری آلاینده‌های فلزی موجود در آب " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در یکصد و هشتاد و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه‌شناسی ، اوزان و مقیاس‌ها مورخ ۹۱/۰۲/۱۲ مورد تصویب قرار گرفته است. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران ، مصوب بهمن ماه ، ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های 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 تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

OIML R100 :1991, Atomic absorption spectrometers for measuring metal pollutants in water

## طیف سنج‌های جذب اتمی برای اندازه‌گیری آلاینده‌های فلزی موجود در آب

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین الزاماتی برای تعریف، آزمون و تصدیق عملکرد طیف سنج‌های جذب اتمی (سامانه‌های AAS<sup>۱</sup>) است، هنگامی که برای اندازه‌گیری‌های قانونی آلاینده‌های فلزی در آب استفاده می‌شوند.

منظور این استاندارد کنار گذاشتن سایر ابزار آنالیز معادل نیست. سامانه AAS می‌تواند بسادگی و فوریت برای تعیین انواع فلزات در آب‌های آشامیدنی، سطحی و شور همانند فاضلاب‌های شهری و صنعتی مورد استفاده قرار گیرد (به زیربندهای ۱-۲ تا ۵-۲ مراجعه شود). روش‌های اندازه‌گیری (آلاینده‌های فلزی در آب) فراتر از دامنه کاربرد این استاندارد است، از این رو، بعضی روش‌های اندازه‌گیری مناسب در بند ۲ مراجع الزامی ارائه شده است.

۲-۱ اتمی‌سازی شعله‌ای و الکتروگرمایی (کوره) از انواع اتمی‌سازهای AAS اساساً توسط این استاندارد پوشش داده می‌شود. به تکنیک‌های تولید هیدرید و بخار سرد نیز به اختصار اشاره شده است. هدف شرایط عملیات توصیف شده برای هر نوع اتمی‌ساز، پوشش دادن کاربردها در آنالیز اثر آن می‌باشد.

۳-۱ ممکن است عملکرد یک دستگاه از حداقل معیار تعیین شده در این استاندارد برای این کاربردها بالاتر باشد. با توجه دقیق به بهینه کردن عملکرد هر یک از اجزاء دستگاه، درستی و تکرارپذیری بالاتر اندازه‌گیری‌ها می‌تواند محقق شود. همچنین موفقیت در چنین مواردی، بستگی به دانش، مهارت و تجربه آنالیزکننده دارد.

۴-۱ این استاندارد در سامانه AAS، مورد استفاده برای اندازه‌گیری آلاینده‌های فلزی در آب، در ارزیابی کیفیت آب، و بعنوان ابزار پایش اثربخشی برنامه‌های کنترل آلودگی طبق قوانین و مقررات ملی کاربرد دارد. چنین برنامه‌های کنترلی معمولاً برای پوشش هر دو آلاینده‌های سمی و غیر سمی در آب‌های آشامیدنی، سطحی، زیر زمینی، و فاضلاب‌ها طراحی می‌شوند تا پایین بودن ترازهای فلز در محدوده‌های تعیین شده، ارزیابی شوند.

۵-۱ معمولاً پس از اسیدی کردن ساده، آب عاری از ذرات ریز مواد ممکن است بطور مستقیم توسط سامانه‌های AAS آنالیز شود. از این رو، فاضلاب شهری و صنعتی نیازمند فرآیند حل کردن مواد معلق قبل

---

1- Atomic Absorption Spectrometers

2- Atomizer

از آنالیز می‌باشند. همچنین ممکن است لجن ، رسوبات و سایر انواع نمونه‌های جامد پس از عملیات آماده-سازی مناسب ، آنالیز شوند.

## 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 می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای 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 تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آنها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 Welz, Bernhard, *Atomic Absorption Spectrometry*, Second Edition, VCH Publishers, Weinheim, FRG and Deerfield Beach, FL USA (1985). ISBN-0-89573-418-4

2-2 Cattle, John Edward, Editor, *Atomic Absorption Spectrometry*, Elsevier, New York (1982). ISBN-0-444-42015-0

2-3 Standing Committee of Analysts, Department of the Environment, U.K., "Atomic Absorption Spectrophotometry, An Essay Review", Her Majesty's Stationary Office (1979).

2-4 Standing Committee of Analysts, "A General Introduction to Electrothermal Atomisation Atomic Absorption Spectrophotometry", Her Majesty's Stationary Office, London (1986).

2-5 ASTM D3919-80, Practice for "Measuring Trace Elements in Water by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry", Annual Book of Standards, Vol.11.01, ASTM, Philadelphia (1986). ISBN-0-8031-1140-1

2-6 Joint Working Group of BIPM, IEC, ISO, and OIML, *International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology*, ISO (1984).

2-7 ISO 6955:1982, *Analytical Spectroscopic Methods - Flame Emission, Atomic Absorption, and Atomic Fluorescence - Vocabulary*.

2-8 ASTM D3223-80, Test Method for "Total Mercury in Water", Annual Book of Standards, Vol. 11.01, ASTM Philadelphia (1986). ISBN-0-8031-1140-1

2-9 Standing Committee of Analysts, Department of the Environment, U.K., "A Note on the Use of Hydride Generator Kits", Her Majesty's Stationary Office, London (1987).

2-10 EIA RS-232-69, "Interface Between Data Terminal Equipment and Data Communication Equipment Employing Serial Binary Data Interchange" (Including Bulletin no 9, Application Notes; R 1981) Electronic Industries Association, Washington, D.C. EIA-232-0-1986

2-11 IEEE 488-78, "Digital Interface for Programmable Instrumentation" (and Supplement 488A-80), Institute of Electrical and Electronic Engineers, New York, NY.

2-12 ISO, *Directory of Certified Reference Materials*, Latest Edition, Geneva, Switzerland.

2-13 United States National Institute of Standards and Technology (NIST), *Standard Reference Material Catalogue*, Latest Edition, Gaithersburg, MD 20899, USA.

## ۳ اصطلاحات و تعاریف

یادآوری - زیربندهای ۶-۲ و ۷-۲ تعریف هایی از اصطلاحات مرتبط با این استاندارد را ارائه می دهند.  
در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۳

### جذب

عددی است برابر با لگاریتم نسبت توان نور تابیده به توان نور عبوری که به طول مسیر و غلظت ماده جاذب وابسته است.  
یادآوری - اصل اندازه گیری جذب توسط دستگاه ، قانون بیر-لامبرت<sup>۱</sup> می باشد.

۲-۳

### اتمی ساز

وسیله ای برای تبدیل آنالیت<sup>۲</sup> به بخار اتمی .

۳-۳

### محلول شاهد

۱-۳-۳ محلول مرجع شاهد

محلولی است که برای تنظیم جذب صفر روی دستگاه طیف سنج استفاده می شود و معمولاً از حلال خالصی مانند آب یونزدایی شده تشکیل می شود.

۲-۳-۳ محلول آزمون شاهد

محلولی است حاوی کلیه مواد شیمیایی بجز عنصری که باید تعیین شود ، در همان غلظتی که برای آماده سازی یک محلول استاندارد مرجع از آن عنصر لازم است .

۴-۳

### محلول استاندارد مرجع

---

1- Beer- Lambert Law

2- Analyte



محلولی حاوی عنصر یا عناصر نمونه مورد نظر با غلظت دقیقاً معلوم که برای آزمون و کالیبراسیون دستگاه استفاده می‌شود.

۵-۳

### غلظت شاخص / جرم شاخص

غلظت یا جرم عنصری مورد تعیین که برای تولید سیگنال جذب ۰/۰۰۴۴ که معادل ۱٪ کاهش در تابش عبوری، مورد نیاز است. یادآوری - کلمه حساسیت با مرور زمان در مورد این اصطلاح استفاده شده است.

۶-۳

### حد آشکارسازی

غلظت یک عنصر که سیگنالی معادل سه برابر انحراف استاندارد نوفه خط پایه آن که بر اساس یک مبنای آماری تعیین شده است، تامین می‌کند. این کمترین مقدار اندازه‌گیری شده می‌باشد قبل از اینکه بتوان نتیجه‌گیری کرد که یک عنصر آشکارسازی شده است. یادآوری - در این استاندارد، این اصطلاح به تعیین یک عنصر در یک محلول مرجع بدون تداخل بر می‌گردد. نوفه خط پایه توسط اندازه‌گیری سیگنال خروجی از چند قسمت مساوی محلول آزمون شاهد برقرار می‌شود.

۷-۳

### گستره کاری

گستره غلظت‌های یک عنصر مورد نظر در محلول که می‌تواند با تکرار پذیری در محدوده‌های تعیین شده، اندازه‌گیری شود. یادآوری - برای ورود عنصر مورد نظر به میان گستره کاری ممکن است، رقیق سازی، یا تغلیظ یک محلول نمونه لازم باشد. جذب صفر طیف‌سنج با استفاده از محلول مرجع شاهد تنظیم می‌شود.

۸-۳

### مه‌پاش<sup>۱</sup>

وسیله‌ای که نمونه مایع را به مخلوط گاز و هوا تبدیل می‌کند.

۹-۳

### تکرارپذیری

نزدیکی توافقی بین نتایج اندازه‌گیری‌های پی‌درپی همان کمیت اندازه‌دهنده با استفاده از همان دستگاه و تحت همان شرایط تعریف شده در طی یک دوره زمانی نسبتاً کوتاه.

## برنامه‌ریزی دمایی

ابزاری برای کنترل خودکار آهنگ و مدت افزایش دمای سامانه AAS نوع کوره‌ای.

## ۴ توصیف دستگاه

۱-۴

## کلیات

AAS مبتنی بر جذب تابش رزونانسی شاخص یک اتم در حالت پایه‌اش که توسط اتم‌های همان عنصر موجود در یک منبع نور تولید شده است. نور جذب شده توسط نمونه اتمی شده که اندازه‌گیری شده است، می‌تواند به غلظت عنصر در نمونه بستگی داشته باشد. در اتمی‌سازی شعله‌ای، معمولاً سیگنال جذب حالت پایا اندازه‌گیری می‌شود، در حالیکه در اتمی‌سازی کوره‌ای، ارتفاع یا سطح زیر قله سیگنال گذرا اندازه‌گیری انجام می‌شود. تداخل‌های فیزیکی و شیمیایی نور جذب شده توسط عنصر می‌تواند اتفاق بیفتد که غیر مرتبط با غلظت عنصر است. چندین تکنیک ممکن است استفاده شود تا چنین تداخل‌هایی را حذف یا به کمترین برساند.

۲-۴

## سامانه AAS شعله‌ای

اجزاء اصلی دستگاه در تصویر شماره ۱ نشان داده شده است. اجزاء مهم عبارتند از منبع نور (A)، که طیف خطی باریک شاخص عنصر مورد نظر را از خود ساطع می‌کند. شعله (B) که محلول نمونه در آن آنالیز می‌شود، توسط مه‌پاش (C) در آن دمیده شده است و سپس مولکول‌های آنالیت با تفکیک مولکولی گرمایی به اتم‌ها تبدیل می‌شوند، یک تکفام‌ساز<sup>۱</sup> (D) برای پراکندن نور به طول موج‌های گسسته طیفی که بتواند برای آنالیز با شکاف‌های دارای عرض متغیر انتخاب شود. یک تکثیرکننده نوری<sup>۲</sup> یا آشکار ساز مناسب دیگر (E) که فوتون‌ها را به سیگنال الکتریکی تبدیل می‌کند، و یک تقویت کننده و سامانه قرائت (F) برای نمایش یا ذخیره سیگنال خروجی و پردازش داده متعاقب آن. اصلاح زمینه خودکار ممکن است برای سامانه AAS شعله‌ای بویژه طول موج‌های زیر ۳۰۰ nm لازم باشد.

۳-۴

## سامانه AAS کوره‌ای

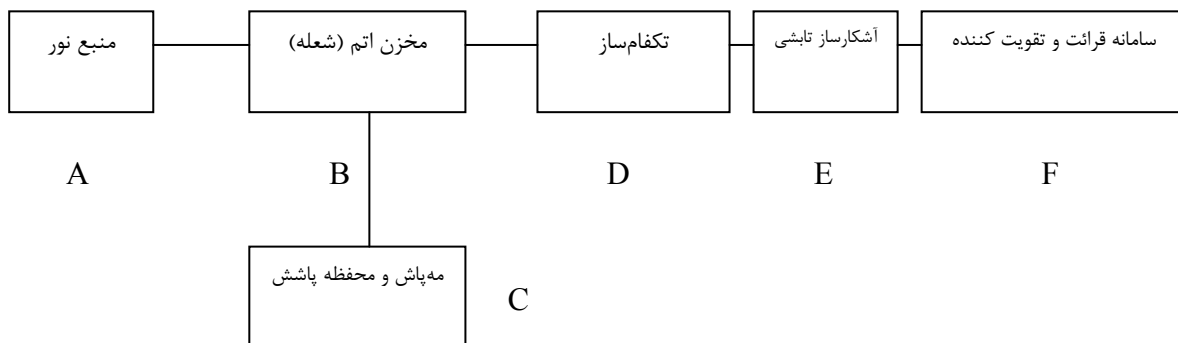
این دستگاه در واقع دارای همان اجزاء اصلی سامانه AAS شعله‌ای است، به جزء اینکه شعله با یک کوره که معمولاً یک لوله گرافیتی می‌باشد، جایگزین شده است. یک نمونه بصورت محلول در کوره قرار داده می‌شود

1- Monochromator

2- Photomultiplier

که یا بصورت مستقیم روی دیواره لوله یا روی یک سکوی گرافیتی گذاشته می‌شود. در بعضی موارد ، ممکن است یک تغییر دهنده ماتریسی لازم باشد. سپس دمای کوره بصورت برنامه‌ریزی شده بتدریج افزایش می‌یابد تا نمونه را خشک ، ماده ماتریسی را ذغال یا خاکستر و عنصر را اتمی کند. چون این فرآیند در معرض جذب ناویژه است ، تصحیح خودکار زمینه نیاز است . زمانیکه از یک وسیله ورود خودکار نمونه استفاده شود، بهترین تکرارپذیری در نتایج اندازه‌گیری شده وجود دارد.

یادآوری - حد آشکارسازی سامانه AAS کوره‌ای از ۱۰ تا ۱۰<sup>۲</sup> مرتبه پایین تر از سامانه AAS شعله‌ای است؛ از این رو تکرارپذیری نتایج اندازه‌گیری شده توسط سامانه AAS شعله‌ای نوعاً بهتر از سامانه AAS کوره‌ای می‌باشد. آنالیز شعله‌ای می‌تواند سریعتر از آنالیز کوره‌ای و با وابستگی کمتر به ماتریس انجام شود . عملکرد اندازه‌گیری می‌تواند با دفعات حرارت‌دهی در کوره کاهش یابد (طول عمر) . تغییر ممکن است به ماهیت لوله گرافیتی بستگی داشته باشد.



تصویر ۱- نمودار طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای

۴-۴

سایر تکنیک‌ها

#### ۱-۴-۴ سامانه AAS هیدریدی

این تکنیک شامل تولید هیدریدهای فرار عنصر مورد نظر در محلول نمونه مورد آنالیز می‌باشد. محلول نمونه، یک اسید، و یک عامل کاهنده ، در یک مرحله<sup>۱</sup> یا سامانه جریان پیوسته واکنش می‌کنند ، و هیدرید آزاد شده با یک گاز حامل بی‌اثر یا توسط ابزار دیگر به اتمی‌ساز منتقل می‌شود. مزیت این روش به AAS شعله‌ای

عبارتست از جداسازی و غنی‌سازی عنصر تعیین شده و به طور معنی‌دار با پایین‌ترین حد آشکارسازی منتج از کارایی بیشتر ورود نمونه. این روش ممکن است اثرات تداخلی بیشتری از AAS شعله‌ای داشته باشد.

#### ۴-۴-۲ سامانه AAS بخار سرد

این دستگاه فقط برای جیوه بکار می‌رود که می‌تواند بخاطر فشار بخار نسبتاً بالای آن در دمای محیط در حالت گازی باشد. یک عامل کاهنده، معمولاً کلراید قلع یا تتراهیدرو برومات سدیم، با محلول اسیدی نمونه که حاوی مقدار ناچیزی از عناصر جیوه یونی در یک مرحله یا سامانه جریان پیوسته مخلوط می‌شود و بخار اتمی جیوه آزاد شده و سپس به سلول جذب توسط هوا یا یک گاز بی‌اثر منتقل می‌شود. این تکنیک برای تعیین جیوه، خیلی حساس تر از سامانه AAS شعله‌ای است.

#### ۵ الزامات اندازه‌شناختی

۱-۵

برای عناصر مهم در آنالیز آلاینده‌های آب، مقادیر غلظت شاخص (جرم شاخص)، حد آشکارسازی، و گستره کاری در طول موج‌های مناسب برای انواع مختلف سامانه‌های AAS در جداول زیر ارائه شده است:

جدول ۱ برای شعله، جدول ۲ برای کوره، و جدول ۳ برای تکنیک‌های بخار سرد و هیدرید. یک سامانه AAS باید به این حداقل الزامات عملکرد برای عناصر تعیین شده که تحت شرایط اندازه‌گیری بهینه سازگار با طراحی و شرایط عملیاتی مجاز دستگاه برسد. بنابراین، باید اندازه‌گیری‌ها، برای تایید این مقادیر با استفاده از محلول‌های شاهد و استاندارد مرجع بدون تداخل انجام شود.

یادآوری - برای محلول‌های نمونه حاوی موادی غیر از عنصر مورد نظر، امکان ندارد به مقادیر غلظت شاخص، حد آشکارسازی، یا گستره کاری فهرست شده در جدول برسیم.

۲-۵

گستره کاری دستگاه باید گستره‌ای از جذب باشد که در آن تکرارپذیری اندازه‌گیری‌های AAS شعله‌ای مابین  $\pm 2\%$  (انحراف استاندارد نسبی) و تکرارپذیری اندازه‌گیری‌های کوره‌ای و سایر تکنیک‌های نمونه برداری مابین  $\pm 5\%$  (انحراف استاندارد نسبی) است. یادآوری - گستره جذب لازم برای اکثر کاربردها معمولاً از ۰٫۰۵ تا ۰٫۵ است.

۳-۵

طیف‌سنج باید بتواند گستره طول موج از ۱۹۰ nm تا ۷۷۰ nm را پوشش دهد.

جدول ۱- مشخصات اندازه‌شناختی سامانه AAS شعله‌ای

عنصر	طول موج بر حسب nm	نوع شعله*	غلظت شاخص** بر حسب (mg/L)	حد آشکارسازی بر حسب (mg/L)	گستره کاری بر حسب (mg/L)
آلومینیوم	۳۰۹٫۳	NA	۱٫۰	۰٫۰۵	۱۰-۱۰۰
آنتیموان	۲۱۷٫۶	AA	۰٫۴	۰٫۰۸	۴-۴۰
آرسنیک	۱۹۳٫۷	NA یا AA	۱٫۰	۰٫۲۵	۱۰-۱۰۰
باریم	۵۵۳٫۶	NA	۰٫۵	۰٫۰۲	۵-۵۰
بریلیم	۲۳۴٫۹	NA	۰٫۰۳	۰٫۰۰۲	۰٫۳-۳
کادمیم	۲۲۸٫۸	AA	۰٫۰۳	۰٫۰۰۲	۰٫۳-۳
کلسیم	۴۲۲٫۷	NA یا AA	۰٫۱	۰٫۰۰۴	۱-۱۰
کروم	۳۵۷٫۹	NA یا AA	۰٫۰۸	۰٫۰۰۵	۰٫۸-۸
کبالت	۲۴۰٫۷	AA	۰٫۱۲	۰٫۰۰۸	۱٫۲-۱۲
مس	۳۲۴٫۷	AA	۰٫۰۳	۰٫۰۰۳	۰٫۸-۸
آهن	۲۴۸٫۳	AA	۰٫۱	۰٫۰۰۶	۱٫۰-۱۰
سرب	۲۸۳٫۳	AA	۰٫۵	۰٫۰۵	۵-۵۰
لیتیم	۶۷۰٫۸	AA	۰٫۰۴	۰٫۰۰۲	۰٫۴-۴
منیزیم	۲۸۵٫۲	AA	۰٫۰۰۸	۰٫۰۰۰۵	۰٫۰۸-۰٫۸
مولیبدن	۳۱۳٫۳	NA	۰٫۷	۰٫۱	۷-۷۰
نیکل	۲۳۲٫۰	AA	۰٫۱۵	۰٫۰۲	۱٫۵-۱۵
سلنیوم	۱۹۶٫۰	NA یا AA	۰٫۶	۰٫۲	۶-۶۰
نقره	۳۲۸٫۱	AA	۰٫۰۶	۰٫۰۰۲	۰٫۶-۶
سدیم	۵۸۹٫۰	AA	۰٫۱۵	۰٫۰۰۰۸	۰٫۱۵-۱٫۵
استرانسیوم	۴۶۰٫۷	NA یا AA	۰٫۱۶	۰٫۰۱۲	۱٫۶-۱۶
وانادیوم	۳۱۸٫۴	NA	۲٫۰	۰٫۱	۲۰-۲۰۰
روی	۲۱۳٫۹	AA	۰٫۰۲	۰٫۰۰۲	۰٫۲-۲

\*- نمادهای AA و NA به ترتیب نمایانگر شعله‌های هوا- استیلن (air-acetylene) و نیترواکسید- استیلن (nitrous oxide-acetylene)

\*\*- این اصطلاح به مرور زمان حساسیت نام گرفته است.

## جدول ۲ - مشخصات اندازه‌شناختی سامانه AAS کوره‌ای

عنصر	طول موج بر حسب nm	جرم شاخص بر حسب pg	غلظت شاخص بر حسب (μg/L) *	حد آشکارسازی* بر حسب (μg/L)	گستره کاری بر حسب (μg/L)
آلمینیوم	۳۰۹٫۳	۸	۰٫۴	۰٫۲	۴-۴۰
آنتیونی	۲۱۷٫۶	۲۲	۱٫۱	۰٫۸	۱۱-۱۱۰
آرسنیک	۱۹۳٫۷	۲۰	۱	۱	۱۰-۱۰۰
باریم	۵۵۳٫۶	۸	۰٫۴	۰٫۲	۴-۴۰
بریلیوم	۲۳۴٫۹	۲	۰٫۱	۰٫۰۳	۱-۱۰
کادمیوم	۲۲۸٫۸	۰٫۴	۰٫۰۲	۰٫۰۳	۰٫۲-۲
کرومیوم	۵۵۷٫۹	۸	۰٫۴	۰٫۱	۴-۴۰
کیالت	۲۴۰٫۷	۱۶	۰٫۸	۰٫۲	۸-۸۰
مس	۳۲۴٫۷	۸	۰٫۴	۰٫۲	۴-۴۰
آهن	۲۴۸٫۳	۶	۰٫۳	۰٫۲	۳-۳۰
سرب	۲۸۳٫۳	۲۴	۱٫۲	۰٫۳	۱۲-۱۲۰
منیزیم	۲۸۵٫۲	۰٫۲	۰٫۰۱	۰٫۰۰۴	۰٫۱-۱٫۰
مولیبدنوم	۳۱۳٫۳	۲۴	۱٫۲	۰٫۴۵	۱۲-۱۲۰
نیکل	۲۳۲٫۰	۴۰	۲	۱	۲۰-۲۰۰
سلنیوم	۱۹۶٫۰	۱۶	۰٫۸	۲٫۵	۸-۸۰
نقره	۳۲۸٫۱	۱	۰٫۰۵	۰٫۰۵	۰٫۵-۵
وانادیوم	۳۱۸٫۴	۸۰	۴	۴	۴۰-۴۰۰
روی	۲۱۳٫۹	۰٫۶	۰٫۰۳	۰٫۰۳	۰٫۳-۳

\* - یک محلول نمونه نوعی از ۱۰ μL تا ۲۰ μL است. مقادیر در این جدول مبتنی است بر غلظت و جرم مطلق برای محلول نمونه ۲۰ μL. بنابراین ، برای سایر حجم‌ها از محلول نمونه، مقادیر باید بر طبق آن تنظیم شوند.

جدول ۳ - مشخصات اندازه‌شناختی سامانه AAS که از تکنیک‌های هیدرید و بخار سرد\* استفاده می‌کند.

عنصر	طول موج بر حسب nm	غلظت شاخص بر حسب (µg/L)	حد آشکارسازی بر حسب (µg/L)	گستره کاری بر حسب (µg/L)**
آرسنیک	۱۹۳٫۷	۰٫۰۴	۰٫۱۵	۰٫۴-۴
آنتیموان	۲۱۷٫۶	۰٫۰۸	۰٫۲۴	۰٫۸-۸
جیوه	۲۵۳٫۷	۰٫۸	۰٫۲	۸-۸۰
سلنیوم	۱۹۶٫۰	۰٫۰۶	۰٫۲۴	۰٫۶-۶
قلع	۲۸۶٫۳	۰٫۴	۱٫۰	۴-۴۰

\* - جیوه باید با تکنیک بخار سرد تعیین شود، (به زیربند ۸-۲ مراجعه شود). سایر عناصر لیست شده باید با تکنیک هیدرید تعیین شوند. این جدول برای تعیین عناصر در محلول نمونه که از روش مرحله‌ای استفاده می‌کند، بکار می‌رود؛ از این رو، دستگاه‌هایی که در حالت جریان پیوسته عمل می‌کنند، ممکن است مشخصات اندازه‌شناختی متفاوتی از آنهایی که ارائه شده است، داشته باشند.

\*\* - مقادیر این جدول بر اندازه نمونه ۵۰ mL مبتنی است و برای تعیین عناصر تحت شرایط بهینه، بدلیل حساسیت بالای تکنیک هیدرید، یک محلول نمونه ۵۰ mL بندرت لازم است؛ محلول‌های نمونه با حجم ۱ mL یا کمتر عموماً کافی هستند که در گستره کاری اجازه آنالیز بدهند. (به زیر بند ۱-۲ مراجعه شود)

## ۶ الزامات تکنیکی

۱-۶

### اتمی‌سازها

۱-۱-۶ اتمی‌ساز شعله‌ای باید از نوع پیش مخلوط یا مه‌پاش باشد، که در آن نمونه مایع به یک محفظه مخلوط کننده اسپری می‌شود. جایی که مخلوط گاز و هوا و نمونه و اکسنده با سوخت مخلوط می‌شوند. آنالیزها باید با استفاده از شعله‌های استیلن- هوا (برای دماهای تا و خود C ۲۳۰۰°) یا نیترواکسید- استیلن (برای دماهای تا و خود C ۲۹۰۰°) انجام شوند. جدول ۱ بعضی از استانداردها را برای تعیین عناصر مختلف



ارائه می‌دهد. هوای فشرده، استیلن و نیترواکسید باید در فشار و خلوص کافی در دسترس باشد. هوای فشرده خشک باید استفاده شود؛ هوای تنفسی، یا مخلوطی از نیتروژن و اکسیژن نباید استفاده شود و لوله و اتصالات مسی نباید در خطوط استیلن بکار روند.

۶-۱-۲ یک سامانه AAS کوره‌ای باید ابزاری برای رسیدن به دماهای لازم برای اتمی‌کردن عنصر مورد نظر در یک نمونه را داشته باشد. برای خشک کردن نمونه، برطرف کردن ماده ماتریسی از طریق پیرولیز<sup>۱</sup> یا خاکسترسازی، و اتمی‌کردن عنصر مورد نظر باید برنامه‌دهی متنوع دمایی کوره امکان پذیر باشد. به منظور افزایش دما با یک آهنگ متغییر پیوسته و در یک حالت پله‌ای باید برنامه ریزی دمای کوره امکان پذیر باشد. یک ابزار برای تصحیح خود کار زمینه در طی مدت آنالیزها باید در دسترس باشد.

۶-۱-۳ در تکنیک هیدرید، باید امکاناتی برای اتمی‌کردن هیدریدها به یکی از سه طریق زیر در دسترس باشد:

الف- ورود مستقیم به شعله سرد (برای مثال، آرگون-هیدروژن)

ب- انتقال توسط آرگون به لوله سیلیکونی با مسیر نوری طولانی<sup>۲</sup> که با شعله هوا-استیلن گرم شده یا

ج- انتقال توسط آرگون به لوله سیلیکونی با مسیر نوری طولانی که بطور الکتریکی گرم شده است. (به زیربند ۹-۲ مراجعه شود)

۶-۱-۴ در تکنیک بخار سرد برای جیوه، اتم‌های تولید شده باید به سل جذب توسط یکی از تکنیک‌های زیر منتقل شود:

الف- مدار بسته‌ای که در آن هوا پیوسته میان ظرف واکنش و سل جذب دمیده می‌شود.

ب- یک روش اجرایی مستقیم حباب‌سازی هوا یا یک گاز بی اثر از ظرف واکنش به سل جذب،

ج- یک سامانه جریان پیوسته که در آن یک گاز بی اثر حامل، بخار جیوه را پس از تفکیک از محصولات گازی از مایع واکنش توسط یک جداساز گاز - مایع به سل جذب انتقال می‌دهد. (به بند ۸ مراجعه شود)

---

1- Pyrolysis  
2- long -optical-path

یادآوری - در مدار بسته و سامانه شار پیوسته، سیگنال خروجی بالا می‌رود و در وضع ثابت باقی می‌ماند؛ در حالیکه در روش اجرایی مستقیم، سیگنال خروجی تا یک قله بالا می‌رود و سپس به خط پایه باز می‌گردد.

۲-۶

#### منبع‌های نور

۱-۲-۶ لامپی که برای تعیین یک عنصر در یک نمونه استفاده می‌شود، باید یکی از موارد زیر باشد: کاتد تو خالی، تخلیه تقویت شده، یا تخلیه بدون الکتروود. ممکن است، لامپ‌های یک یا چند عنصری استفاده شوند.

۲-۲-۶ نور ساطع شده توسط منبع، قبل از برهم‌کنش با اتم‌ها در اتمی‌ساز باید بطور الکتریکی یا مکانیکی مدوله شود. آشکارساز باید با فرکانس مدولاسیون میزان شود.

۳-۶

#### سامانه نوری

۱-۳-۶ سامانه نوری استفاده شده ممکن است از نوع تک پرتوی یا دو پرتوی باشد. ۲-۳-۶ تکفام ساز باید مجهز به شکاف‌هایی باشد که می‌توانند پیش انتخاب یا تنظیم شده باشند تا پهنای باند مطلوب برای طول موج عنصری که تعیین می‌شود را انتخاب کرده تا الزامات زیربند ۵-۱ تحقق یابد.

۴-۶

آشکارساز نوری مورد استفاده باید به گونه‌ای انتخاب شود که پاسخ طیفی‌اش مطابق گستره طول موج عناصر مورد بررسی باشد.

۵-۶

## سامانه‌های قرائت

۶-۵-۱ قرائت آنالوگ یا دیجیتال جذب توسط عنصر مورد تعیین و زمان‌های متغییر انتگرال‌گیری باید در دسترس باشد. جبران برای رابطه غیرخطی بین جذب و غلظت باید فراهم باشد. یادآوری - ممکن است، از یک نمایشگر لوله اشعه کاتدی قرائت نیز استفاده شود.

۶-۵-۲ برای اتصال به سامانه‌های کامپیوتر بیرونی، باید خروج داده‌ها بر روی یک ناقل ارتباطات استاندارد مانند EIA RS-232 C(9) یا IEEE-488(10) امکان پذیر باشد. یک سامانه داده کامپیوتری باید برای ذخیره-سازی و نمایش خروجی‌های سیگنال AAS، جابجایی داده و آنالیز و کنترل دستگاه استفاده شود.

## ۶-۶

علامت‌گذاری‌ها به ترتیب زیر باید به کلیه اجزاء اصلی سامانه AAS بطور واضح الصاق شود:

- نام سازنده
  - مدل دستگاه، شماره سریال، و تاریخ (ماه و سال) ساخت
  - الزامات ولتاژ، فرکانس و جریان.
- یادآوری - بر چسب‌ها یا توصیه‌هایی راجع به ایمنی کارکنان و نشر تداخلی فرکانس رادیویی باید برابر مقررات ملی تهیه گردد.

## ۷ دستورالعمل‌های کاری

### ۱-۷

طیف سنج‌های جذب اتمی در طی مدت عملکرد عادی از ولتاژها و دماهای بالا استفاده می‌کنند. برچسب-های هشدار دهنده باید بطور واضح روی دستگاه نصب شوند تا نسبت به این خطرات به کاربر هشدار دهند (به زیربند ۶-۶ مراجعه شود). نصب و راه اندازی دستگاه، به‌ویژه با توجه به شعله‌ها و گازهای متراکم، باید مطابق مقررات ملی ایمنی باشد.

۲-۷

سازندگان سامانه AAS، باید دفترچه راهنمایی را تامین نمایند که الزامات نصب، راه اندازی، و نگهداری عادی دستگاه را شرح می دهد. دفترچه های راهنمای تعمیر بنا به درخواست باید در دسترس باشد .  
یادآوری - ممکن است سازندگان دفترچه های راهنمای روش های تحلیلی را در اختیار بگذارند.

۳-۷

پیش از نصب سامانه AAS، باید کلیه عوامل محیطی آزمایشگاه لحاظ گردد . سازندگان باید ویژگی هایی را برای مصرف برق تامین نمایند که شامل تغییرات قابل قبول از ولتاژ و فرکانس اسمی شبکه برق باشد. همچنین اطلاعاتی در خصوص اتلاف گرما و شرایط عملیاتی در دما و رطوبت محیطی، و تخلیه گاز خروجی مجاز باید تامین شود.

## ۸ کنترل های اندازه شناختی

۱-۸

### ملاحظات کلی

۱-۱-۸ طیف سنج جذب اتمی دستگاه پیچیده ای مرکب از اتمی سازها، منبع های نور، اجزاء نوری و وسایل خروجی متنوعی است. اجزاء عمده مورد استفاده، به روش مناسب برای آنالیز نمونه ویژه که توسط نهاد ملی مسئول برای کنترل آلودگی معین شده، بستگی دارد. بنابراین، ممکن است کنترل های اندازه شناختی قانونی قدیمی تصدیق اولیه و بعدی برای این دستگاهها انجام پذیر نباشند. از این رو، نهاد ملی مسئول برای کنترل آلودگی باید روش های اجرایی کنترل معین شده در زیربند ۲-۸ را ابزاری برای تضمین یکپارچگی اندازه-شناختی یک سامانه AAS بعنوان حداقل بپذیرد.

۲-۱-۸ روش های اجرایی کنترلی برای روش های تحلیلی ویژه نیز باید توسط نهاد ملی مسئول برای کنترل آلودگی استقرار یابد. زمانیکه چنین روش های اجرایی کنترلی موجود باشند، نهاد ملی باید شیوه هایی را برای

ارزیابی کلیه آزمایشگاه‌هایی که سامانه AAS را برای اندازه‌گیری آلاینده‌ها استفاده می‌کنند، لحاظ نماید. چنین شیوه‌هایی ممکن است شامل موارد زیر باشند: تایید صلاحیت آزمایشگاه کاربر، خود گواهی کردن دستگاه توسط آزمایشگاه کاربر، آزمون کفایت تخصصی از طریق مقایسه کیفیت اندازه‌گیری‌های بین آزمایشگاه‌های کاربر.

۲-۸

### روش‌های اجرایی کنترلی

۱-۲-۸ برای هر سامانه AAS باید سابقه‌ای حاوی اطلاعات زیر به ترتیب زمانی نگهداری شود:

نتایج آزمون‌های اولیه، عادی، و جامع عملکرد.

شناسایی محلول استاندارد مرجع، شرایط اتمی‌کردن، شرایط عملیاتی و اندازه‌گیری، و سامانه داده‌ی

استفاده شده برای کلیه آزمایشات،

شناسایی کاربر(ان) دستگاه در طی مدت آزمایشات.

شرح سوء عملکردها و عملیات اصلاحی انجام شده

حوزه نگهداری و تعمیرات.

۲-۲-۸ یک آزمون اولیه از یک سامانه AAS باید پس از نصب، بر طبق دستورالعمل‌های سازنده انجام شود.

نتایج این آزمون باید در چارچوب ویژگی‌هایی باشد که توسط سازنده تامین شده است.

۳-۲-۸ برای یک آزمون عادی، یک محلول استاندارد مرجع باید روزانه همراه با یک نمودار کنترل کیفیت

استفاده شود تا گستره کاری دستگاه در یک بازه زمانی طولانی را تصدیق کند.

۴-۲-۸ یک آزمون جامع از تمامی سامانه AAS باید به طور متناوب انجام شود، برای مثال یک بار در هر

دوره کاری، با استفاده از محلول‌های استاندارد مرجعی که برای روش تحلیلی عنصر یا عناصر مورد نظر

مناسب اند. پیوست الف یک آزمون عملکرد مناسب برای کل سامانه AAS را ارائه می‌دهد.

یادآوری - مواد مرجع گواهی شده و مرجع مناسب ممکن است مطابق آنچه در زیربندهای ۱۲-۲ و ۱۳-۲

آمده در دسترس باشد.

۸-۲-۵ نهاد ملی مسئول باید روش‌های اجرایی کنترلی را منتشر کند که آزمون‌های عملکردی و روش‌های اجرایی کالبراسیون را برای سامانه‌های AAS مناسب برای روش‌های تحلیلی برای آلاینده‌های خاص مشخص کند. همچنین فاصله زمانی بین آزمون‌ها به طوریکه مناسب است باید تعیین شود.

## پیوست الف

### (الزامی)

#### آزمون عملکرد برای کل یک سامانه طیف‌سنج جذب اتمی

الف-۱ این روش آزمون در برگیرنده اندازه‌گیری مقدار جزئی مس در یک محلول آب است.

الف-۲ هدف این آزمون ارائه یک آزمون عملکرد برای کل سامانه AAS است. این آزمون الزامات برای یک سامانه AAS، زمانیکه از اتمی کردن نمونه بصورت شعله‌ای زیربند الف-۳ یا کوره‌ای زیربند الف-۴ استفاده می‌کند، را پوشش می‌دهد. نتایج آزمون باید با الزامات بخش ۵ این استاندارد سازگار باشد.

#### الف-۳ روش اجرایی آزمون برای اتمی کردن شعله‌ای

الف-۳-۱ تجهیزات باید شامل موارد زیر باشد: (I) لامپ کاتدی توخالی مس، (II) محلول استاندارد مرجع مس ۲ mg/L در ۰.۱٪ HNO<sub>3</sub>، و (III) محلول آزمون شاهد ۰.۱٪ HNO<sub>3</sub>.

#### الف-۳-۲ واریسی غلظت شاخص

الف-۳-۲-۱ روش اجرایی. سامانه AAS را برای تعیین مس با استفاده از طول موج ۳۲۴.۷ nm، و یک شعله استیلن - هوا آماده سازید، و پارامترهای دستگاه را طبق توصیه سازنده قرار دهید. محلول آزمون شاهد را در شعله اسپری کنید و دستگاه را روی صفر قرار دهید. محلول آزمون مس را در شعله اسپری کنید.

الف-۳-۲-۲ نتایج قابل قبول. سیگنال حاصل از محلول استاندارد مرجع مس ۲ mg/L، باید حداقل یک جذب به اندازه ۰.۱ یا بیشتر برای یک سامانه مشعل پیش مخلوط با یک شارش‌شکن<sup>۱</sup> و یک جذب به اندازه ۰.۲ یا بیشتر برای یک سامانه مشعل پیش مخلوط با یک مهره تماسی<sup>۲</sup> داشته باشد.

#### الف-۳-۳ واریسی تکرارپذیری

الف-۳-۳-۱ روش اجرایی. از همان شرایط زیربند الف-۳-۲ استفاده کنید و یک زمان انتگرال‌گیری ۴ ثانیه‌ای برای سیگنال خروجی قرار دهید. چهار دسته جداگانه از محلول استاندارد مرجع مس ۲ mg/L

---

1- Flow spoiler

2- Impact bead

برداشته و هر یک از آنها را به ۱۰ قسمت مساوی تقسیم نموده و اندازه‌گیری جذبی انجام دهید. میانگین و انحراف استاندارد جذب را برای هر یک از چهار دسته داده‌ها محاسبه کنید.

**الف-۳-۳-۲** نتایج قابل قبول. انحراف استاندارد بیان شده بعنوان ضریب تغییر، برای هر دسته از داده‌ها باید کمتر از ۳/۵٪ باشد.

#### **الف-۳-۴ واری حد آشکارسازی**

##### **الف-۳-۴-۱ روش اجرایی**

از شرایط الف-۳-۲ و الف-۳-۳ برای اندازه‌گیری محلول مرجع شاهد با  $\text{HNO}_3$  ۰.۱٪، استفاده کنید. جذب را اندازه‌گیری کنید یا دستگاه را برای قرائت عدد ۲۱۰۰۰ با استفاده از محلول استاندارد مرجع مس  $2 \text{ mg/L}$  کالبیره نمایید. ۴ دسته ۱۰ تایی از قرائت‌های سیگنال خروجی برای محلول استاندارد مرجع شاهد بردارید. میانگین و انحراف استاندارد هر چهار دسته از داده‌ها را محاسبه کنید.

##### **الف-۳-۴-۲ نتایج قابل قبول**

انحراف استاندارد هر ۴ دسته از داده‌ها را در ۳ ضرب کنید. زمانیکه به سیگنال خروجی برای محلول استاندارد مرجع مس زیربند الف-۳-۴-۱ رجوع شود، هر نتیجه باید کمتر از یا برابر با  $0.003 \text{ mg/L}$  باشد.

##### **الف-۴ روش اجرایی آزمون برای اتمی کردن کوره‌ای**

**الف-۴-۱** تجهیزات باید شامل موارد زیر باشد: (I) لامپ کاتدی توخالی مس؛ (II) محلول‌های استاندارد مرجع مس  $2 \text{ } \mu\text{g/L}$  و  $10 \text{ } \mu\text{g/L}$  در  $\text{HNO}_3$  ۰.۱٪؛ (III) محلول مرجع شاهد  $\text{HNO}_3$  ۰.۱٪ و (IV) یک میکرو پیپت  $20 \text{ } \mu\text{L}$  یا وسیله نمونه برداری خودکار با قابلیت انتقال  $20 \text{ } \mu\text{L}$ .

##### **الف-۴-۲ واری جرم شاخص**

##### **الف-۴-۲-۱ روش اجرایی**

سامانه AAS را برای استفاده در طول موج  $324.7 \text{ nm}$  آماده کنید، و پارامترهای دستگاه را مطابق توصیه سازنده قرار دهید. از لوله گرافیتی با پوشش پیرولیتیک یا معادل آن در کوره استفاده کنید؛ پارامترهای عملیاتی کوره را بر طبق توصیه سازنده قرار دهید، و در صورت لزوم در حالت تصحیح زمینه قرار دهید. یک



قسمت  $20 \mu\text{L}$  از محلول استاندارد مرجع مس  $10 \mu\text{g/L}$  را با پیپت وارد کوره کنید، این نمونه را اتمی کنید، و ارتفاع قله یا سطح زیر قله سیگنال خروجی یا جذب را اندازه‌گیری نمایید. بطور مشابه، یک قسمت  $20 \mu\text{L}$  از محلول مرجع شاهد با  $\text{HNO}_3$  ۰٫۱٪ را با پیپت به کوره وارد کنید، اتمی کنید، و جذب خروجی را اندازه‌گیری نمایید.

#### الف-۴-۲ نتایج قابل قبول

تفاوت سیگنال‌های خروجی محلول استاندارد مرجع مس و محلول مرجع شاهد باید برابر جذب  $0.08$  یا بیشتر باشد.

#### الف-۴-۳ واریسی حد آشکارسازی

#### الف-۴-۳-۱ روش اجرایی

همان شرایط زیربند الف-۴-۲ را استفاده کنید. با استفاده از یک قسمت  $20 \mu\text{L}$  محلول استاندارد مرجع مس  $2 \mu\text{g/L}$ ، جذب را اندازه‌گیری نمایید یا دستگاه را برای قرائت عدد  $2000$  کالیبره کنید. ده قرائت از سیگنال خروجی حاصل از اتمی‌کردن قسمت‌های  $20 \mu\text{L}$  از محلول مرجع شاهد  $\text{HNO}_3$  ۰٫۱٪ انتخاب کنید. میانگین و انحراف استاندارد این دسته داده‌ها را تعیین کنید.

#### الف-۴-۳-۲ نتایج قابل قبول

انحراف استاندارد بدست آمده در زیربند الف-۴-۳-۱ باید در عدد سه ضرب شود. زمانی که به سیگنال خروجی محلول استاندارد مرجع مس زیربند الف-۴-۳-۱ رجوع شود، نتایج باید کمتر از یا مساوی  $\mu\text{g/L}$  با  $0.2$  برای هر قسمت  $20 \mu\text{L}$  باشد.