



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۲۶۰

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO
19260
1st. Edition
2015

اسپکترومترهای نشر اتمی پلاسمای زوج القایی
برای اندازه گیری آلاینده های فلزی در آب

**Inductively coupled plasma atomic
emission spectrometers for the
measurement of metal pollutants in
water**

ICS:17.180.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان 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 سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۱۳۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۱۳۹۰/۷/۲۴ 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 پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در به 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 به صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاها 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 به 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
" اسپکترومترهای نشر اتمی پلاسمای زوج القایی برای اندازه گیری آلاینده های
فلزی در آب "

رئیس:
سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه شهید باهنر کرمان

مقصودی، شهاب
(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

اداره کل استاندارد استان کرمان

کیانفر ، مریم
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

اعضاء(اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اداره کل استاندارد استان کرمان

آرمان مقدم ، مهشید
(لیسانس شیمی)

سازمان زمین شناسی کرمان

احمدی ، زهرا
(فوق لیسانس شیمی)

مجتمع گل گهر

اکبری جور ، علی
(فوق لیسانس منابع طبیعی)

سازمان ملی استاندارد

اوحدی ، افشین
(لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد استان کرمان

بهزادی فر ، محسن
(فوق لیسانس شیمی)

سازمان محیط زیست کرمان

پیروزیان ، رزا
(فوق لیسانس شیمی)

مجتمع مس سرچشمه

ترابی ، معصومه
(فوق لیسانس شیمی)

سازمان صنعت، معدن، تجارت استان کرمان

ذهاب ناظوری، عصمت
(لیسانس مهندسی مکانیک)

دانشگاه شهید باهنر کرمان

عطایی، سید احمد
(دکتری مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان کرمان

علائی ، آنهیتا
(فوق لیسانس شیمی)

مرکز تحقیقات جهاد کشاورزی و منابع طبیعی

گنجه ای زاده روحانی ، فاطمه
(دکتری داروسازی صنعتی)

پیش‌گفتار

استاندارد " اسپکترومترهای نشر اتمی پلاسمای زوج القایی برای اندازه‌گیری آلاینده‌های فلزی در آب " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در دویست و چهل و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه‌شناسی ، اوزان و مقیاس‌ها مورخ ۹۳/۱۱/۱۴ مورد تایید قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان 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 گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

منبع و ماخذی که در تهیه این استاندارد به کار رفته است به شرح زیر است:

OIML R 116: 2006: Inductively coupled plasma atomic emission spectrometers for the measurement of metal pollutants in water

اسپکترومترهای نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی برای اندازه‌گیری آلاینده‌های فلزی در آب - الزامات اندازه‌شناختی

هشدار - در این استاندارد تمامی موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن، برعهده کاربر این استاندارد است. کاربر، باید با اصول اولیه آزمایشگاهی، آشنایی داشته باشد. لازم است که تمامی آزمون‌های بیان شده در این استاندارد، توسط اشخاص واجد شرایط آموزش دیده و باتجربه انجام شود.

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین الزامات مرتبط با تعریف، آزمون و تصدیق عملکرد اسپکترومترهای نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (سیستم‌های ICP¹) است. **یادآوری** - این استاندارد، محدودکننده سایر وسایل برای اندازه‌گیری آلاینده‌های فلزی در آب، نیست. از یک سیستم ICP می‌توان برای تعیین سریع تعداد زیادی از عناصر موجود در نمونه‌های آب آشامیدنی، سطحی، زیرزمینی و آب شور دریا و نیز فاضلاب‌های صنعتی و شهری، به‌خوبی استفاده کرد. **یادآوری** - در منابع ۱ تا ۳ توضیحاتی در مورد سیستم ICP و برخی کاربردهای آن، ارائه شده است. سیستم‌های ICP پوشش داده شده توسط این استاندارد شامل پلاسمای جفت شده القایی آرگون و تعیین مقدار آلاینده‌های عنصری به‌صورت هم‌زمان یا پشت سر هم برای آنالیز آب است.

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد برای سیستم‌های ICP مورد استفاده برای اندازه‌گیری آلاینده‌های فلزی و برخی آلاینده‌های های غیر فلزی آب، کاربرد دارد. این دستگاه‌ها برای پایش و ارزیابی کیفیت آبی که تحت برنامه‌های کنترل آلاینده‌های زیر نظر مقررات ملی اجرا می‌شود، کاربرد دارد. **یادآوری** - معمولاً نمونه آب را پس از اسیدی و صاف کردن، می‌توان مستقیماً توسط سیستم‌های ICP، اندازه‌گیری کرد. در حالتی که غلظت عناصر مورد نظر در نمونه، پایین‌تر از حد تشخیص سیستم‌های ICP باشد، لازم است که نمونه را قبل از اندازه‌گیری، تغلیظ کرد. به‌طور معمول لازم است که نمونه‌های فاضلاب شهری و صنعتی قبل از اندازه‌گیری، آماده‌سازی شود تا مواد محلول موجود به حالت معلق، حل شود. علاوه بر این، می‌توان لجن، رسوبات و انواع دیگر نمونه‌های جامد را پس از آماده سازی اولیه، اندازه‌گیری نمود.

۳ 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 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 اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: آب مورد استفاده در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۴ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و واژه‌های زیر، به کار می‌رود.

یادآوری - برای سایر واژه‌های اصلی و عمومی مرتبط با اندازه‌شناسی و روش‌های اسپکتروسکوپی تجزیه ای به منابع مراجعه شود.

۱-۴

پلازما

گاز حاوی مقدار زیادی اتم در حالت یونی که اتم‌های نمونه وارد شده به سیستم ICP را، برانگیخته و یونیزه می‌کند.

۲-۴

منطقه مشاهده

منطقه‌ای از پلازما که در فرایند اندازه‌گیری، پایش می‌شود.

۳-۴

مارپیچ فرکانس رادیویی

لوله پیچیده شده در اطراف سطح خارجی لوله کوارتز مشعل، که انرژی حاصل از فرکانس رادیویی از داخل آن به سمت گاز آرگون، منتقل می‌شود.

یادآوری - این مارپیچ از سه یا چهار دور لوله مسی تشکیل شده و معمولاً به وسیله آب خنک می‌شود. سطح این لوله ممکن است از طلا یا نقره پوشیده شده باشد. این مارپیچ به عنوان مارپیچ بارگذاری نیز نامیده می‌شود.

۴-۴

مه پاش^۱

وسیله مورد استفاده برای تبدیل مایع به شکل آيروسول^۲

یادآوری - مه پاش، قطره‌هایی با اندازه‌های متفاوت، ایجاد می‌کند. این قطره‌ها از داخل اتاقک اسپری عبور کرده و ضمن عبور قطره‌های درشت‌تر روی دیواره اتاقک باقی مانده و به صورت فاضلاب خارج می‌شوند.

۵-۴

جریان حامل

جریان گاز آرگون داخل مه پاش برای انتقال نمونه به شکل آيروسول از داخل محفظه تزریق به داخل پلازما

۶-۴

^۱. Nebulizer

2 -aerosol

جریان کمکی

جریانی از گاز آرگون در بین لوله‌های (محفظه تزریق) داخلی و میانی مشعل ICP که برای تنظیم موقعیت پلاسما درست در بالای مارپیچ بارگذاری، استفاده می‌شود.

۷-۴

جریان خنک‌کننده

جریان گاز آرگون در بین لوله‌های خارجی و میانی یک مشعل ICP با سرعتی متناسب با نوع طراحی مشعل و برای نگهداری پلاسما در مرکز شعله و جلوگیری از افزایش دمای بیش از حد لوله

۸-۴

محلول آزمون شاهد

محلول آماده شده به همان روش مورد استفاده برای تهیه محلول آزمون و فاقد عنصر یا عناصر مورد اندازه گیری

۹-۴

محلول استاندارد مرجع

محلول با غلظت معلوم از عنصر (های) مورد نظر و مورد استفاده برای بررسی و کالیبره کردن دستگاه

۱۰-۴

آشکارساز

وسیله‌ای که به سیگنال‌های نوری عبوری از شکاف خروجی پلی‌کروماتور یا مونوکروماتور سیستم ICP پاسخ می‌دهد.

۱۱-۴

حد تشخیص

غلظتی از یک عنصر که سیگنال خروجی معادل سه برابر انحراف استاندارد میانگین سیگنال خروجی مربوط به یک محلول شاهد ایجاد کرده و معادل حداقل مقدار آشکارسازی شده، است. **یاد آوری** - در این استاندارد، این اصطلاح به تعیین مقدار یک عنصر در محلول مرجع فاقد عنصرهای مزاحم گفته می‌شود. **نویز** خط زمینه از اندازه‌گیری سیگنال خروجی چندین قسمت از محلول آزمون شاهد، به دست می‌آید.

۱۲-۴

تکرارپذیری

نزدیکی بین نتیجه اندازه‌گیری‌های انجام شده در شرایط یکسان و در فاصله‌های زمانی کوتاه

۱۳-۴

گستره کاری

گستره غلظتی که در آن سیگنال خروجی دستگاه، مستقیماً متناسب با غلظت عنصر مورد اندازه‌گیری، باشد.

۱۴-۴

قدرت تفکیک

میزانی از توانایی یک اسپکترومتر برای جدا کردن دو خط طیفی مجاور هم

یادآوری- قدرت تفکیک معمولاً نشان‌دهنده کم‌ترین فاصله بین دو خط طیفی مجاور است که می‌توان آن‌ها را از یکدیگر تشخیص داد.

۵ شرح دستگاه

۵-۱ کلیات

۵-۱-۱ شمایی از یک سیستم ICP در شکل ۱ نشان داده شده است. این دستگاه شامل اجزای اصلی زیر است:

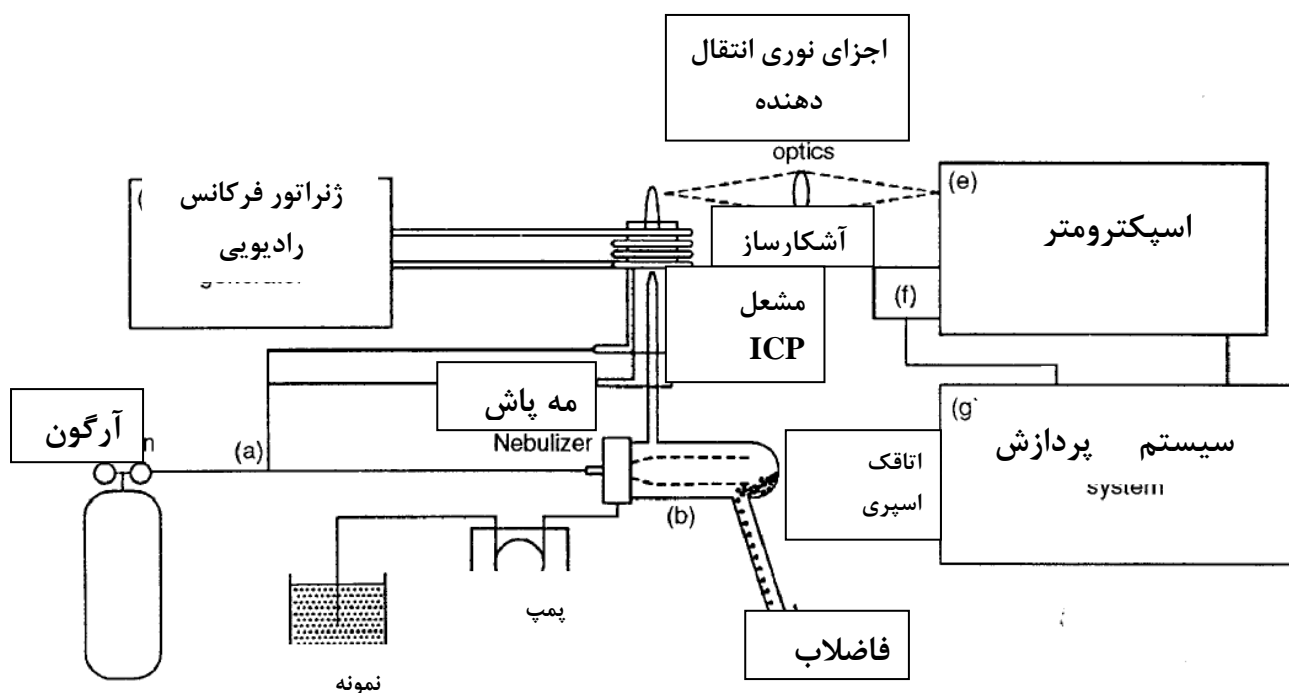
- وسیله کنترل سرعت جریان گازهای حامل، کمکی و خنک‌کننده
- وسیله‌ای برای وارد کردن نمونه به دستگاه
- مشعل
- ژنراتور فرکانس رادیویی
- سیستم نوری و اسپکترومتر
- یک یا چند آشکارساز
- سیستم پردازش داده‌ها

۵-۱-۲ فرآیند اندازه‌گیری به شرح زیر است:

محلول نمونه به داخل مه‌پاش وارد شده و بخشی از آن به آبیروسول، تبدیل می‌شود. سپس، نمونه به وسیله جریانی از گاز آرگون به پلاسمای آرگون با دمای 6000°C تا 8000°C منتقل می‌شود. پلاسمای به وسیله الکترومغناطیسی که با یک مدار فرکانس رادیویی جفت شده، ایجاد و نگهداری می‌شود و شروع آن به وسیله جرقه الکتریکی با ولتاژ بالا است. جرقه الکتریکی منجر به اتمی شدن برخی از اتم‌های آرگون می‌شود. اتم‌های فلزی موجود در نمونه در پلاسمای برانگیخته شده و یون‌هایی تبدیل می‌شوند که در زمان برگشت به حالت پایه یا حالت‌های برانگیخته پایین‌تر، طول موج‌های تابشی مشخص نشر می‌کنند. سپس، فوتون‌های نشر شده به کمک اجزای نوری انتقال‌دهنده بر روی اسپکترومتر (یک پلی‌کروماتور یا مونوکروماتور) متمرکز می‌شوند. این مونوکروماتور یا پلی‌کروماتور در حالی که می‌چرخد، نور ورودی را به طول موج‌هایش تفکیک کرده و تابش نشری را به سوی آشکارساز، هدایت می‌کند.

آشکارساز، شدت تابش هر طول موج مشخص را به سیگنال الکتریکی تبدیل می‌کند. بدین ترتیب غلظت هر عنصر خاص بر اساس اندازه‌گیری‌های قبلی انجام شده بر روی محلول‌های استاندارد مرجع عناصر مورد نظر، تعیین می‌شود. سیگنال‌های خروجی آشکارساز یا آشکارسازها به سیستم پردازش داده‌ها برای ثبت و تجزیه و تحلیل بعدی داده‌ها، وارد می‌شود.

۵-۱-۳ برای این که اندازه‌گیری تابش‌های نشر شده برای عناصر خاص با صحت بالا انجام شود، دستگاه باید به وسیله‌ای مجهز باشد تا با استفاده از آن شدت تابش نور نشری در طول موج مورد نظر را تصحیح و تابش نشری حاصل از عنصر(های) دیگر را بررسی کند. این تابش زمینه‌ای ممکن است ناشی از تابش پیوسته جسم سیاه حاصل از پلاسمای، ترکیب مجدد اتم‌الکترون، نشر مولکولی و یا نشر ناشی از اجزای بافت نمونه باشد.



شکل ۱- شمای یک سیستم ICP

۲-۵ اجزای اصلی دستگاه

۱-۲-۵ وسیله‌های کنترل جریان گاز برای تنظیم جریان گاز آرگون.

این وسایل، موارد زیر را کنترل می‌کنند:

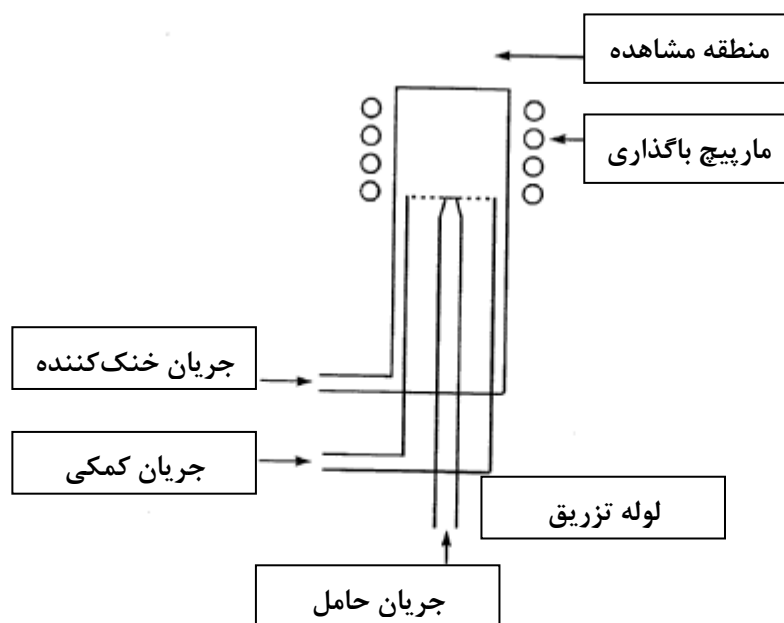
- جریان حامل برای انتقال آبروسل به داخل پلاسما
- جریان کمکی موجود بین لوله‌های میانی و مرکزی مشعل
- جریان خنک‌کننده موجود بین لوله‌های میانی و خارجی مشعل

۲-۲-۵ وسیله وارد کردن نمونه، مه‌پاش، که نمونه مایع را به آبروسل، تبدیل می‌کند.

۳-۲-۵ مشعل که از سه لوله هم‌مرکز تشکیل شده است. مشعل به‌عنوان پایه پلاسما بوده و نمونه را از

طریق لوله تزریق، به داخل پلاسما هدایت می‌کند.

شمایی از مشعل در شکل ۲، نشان داده شده است.



شکل ۲ - مشعل یک سیستم ICP

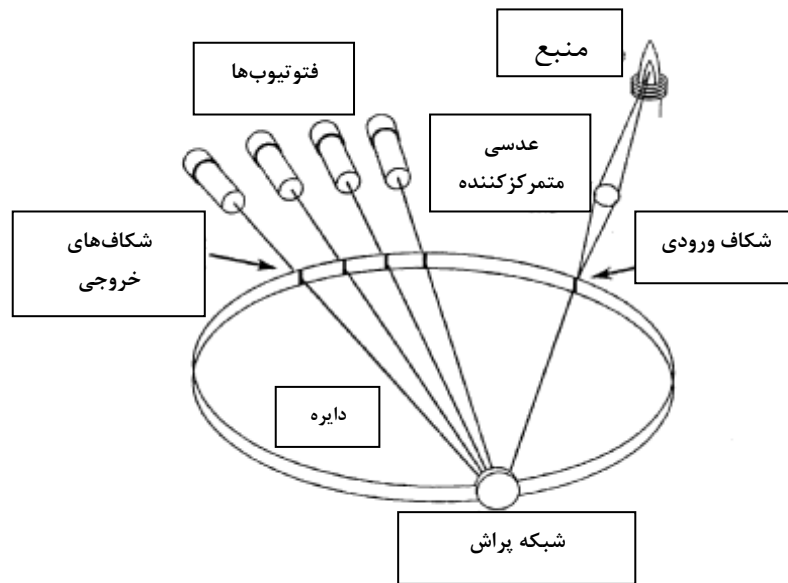
۴-۲-۵ ژنراتور فرکانس رادیویی که به عنوان منبع قدرت برای نگه داشتن پلاسما در مشعل است. این عمل از طریق اعمال انرژی این ژنراتور به یون‌های آرگون موجود در داخل مارپیچ باگذاری فرکانس رادیویی موجود در اطراف لوله خارجی مشعل، انجام می‌گیرد.

۵-۲-۵ قسمت نوری دستگاه از اجزایی از قبیل آینه‌ها و یا عدسی‌ها تشکیل می‌شود و برای جمع‌آوری نور نشری خروجی از پلاسما و سپس متمرکز کردن آن روی شکاف ورودی اسپکترومتر، به کار گرفته می‌شود.

۵-۲-۶ اسپکترومتر

۵-۲-۶-۱ نموداری از پلی‌کروماتور سیستم ICP در شکل ۳ نشان داده شده است. نور حاصل از مشعل، به وسیله قسمت‌های نوری در روی شکاف ورودی اسپکترومتر، متمرکز می‌شود. سپس، نور عبوری از این شکاف توسط یک شبکه پراش^۱ به صورت تابش منظمی به سمت شکاف‌های خروجی، هدایت می‌شود. هر شکاف خروجی به دقت و به گونه‌ای قرار گرفته که تنها یک طول موج مشخص مربوط به عنصر خاص را، عبور می‌دهد. این آشکارساز شدت تابش را به سیگنال الکتریکی، تبدیل می‌کند. سیستم ICP پلی‌کروماتور قادر به تعیین مقدار هم‌زمان تعداد زیادی عنصر است. تعداد عنصرهایی که به طور هم‌زمان قابل اندازه‌گیری هستند، به تعداد شکاف‌های خروجی و تعداد آشکارسازهای قرار گرفته در مسیر هر تابش خروجی، بستگی دارد.

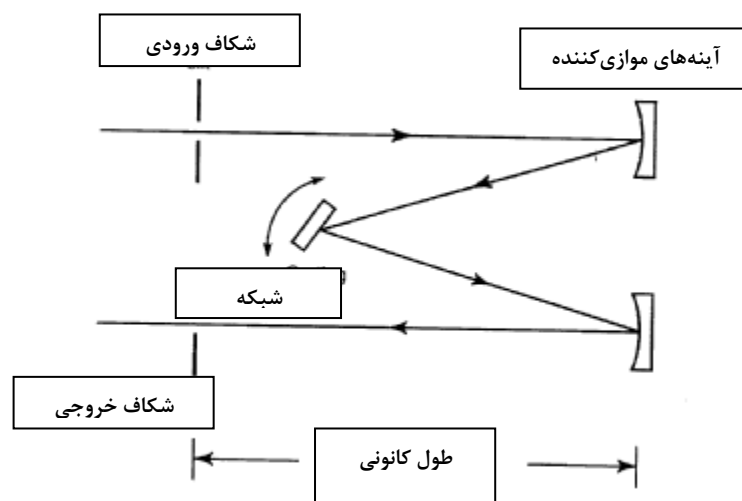
^۱ . Diffraction grating



شکل ۳- نموداری از پلی کروماتور یک سیستم ICP

۵-۲-۶-۲ نموداری از یک مونوکروماتور سیستم ICP در شکل ۴، نشان داده شده است. تابش حاصل از مشعل، پس از ورود از طریق شکاف ورودی اسپکترومتر، روی آینه مونوکروماتور، متمرکز می‌شود. سپس، تفکیک تابش به وسیله یک شبکه پراش، به طول موج‌هایش انجام می‌گیرد. پس از آن، شبکه نسبت به نور برخورد کننده به گونه‌ای می‌چرخد که طول موج مشخصی را به سمت شکاف خروجی جهت و در نهایت آشکارساز، هدایت کند. در حالت دیگر، زاویه شبکه نسبت به نور برخورد کننده ثابت است، در حالی که شکاف خروجی/آشکارساز به سمت موقعیتی خاص روی یک کمان نسبت به شبکه، به گونه‌ای حرکت می‌کند که طول موج خاصی را به سمت آشکارساز، هدایت کند.

مونوکروماتور سیستم ICP نه تنها قادر به انتخاب طول موج مورد نظر است بلکه می‌تواند تعدادی طول موج متفاوت در گستره اندازه‌گیری برای تجزیه هر نمونه را انتخاب کند.



شکل ۴- شمایی از مونوکروماتور یک سیستم ICP

۵-۲-۶-۳ در سیستم‌های پلی کروماتور و مونوکروماتور می‌توان از شبکه پراش تداخلی پرشیار یا شبکه پراش تداخلی کم‌شیار از نوع پلکانی استفاده کرد. کارایی یک شبکه پراش تداخلی معمولی با شیارهای ظریف، به میزان کمی با طول موج در تداخل اول، که به‌طور معمول استفاده می‌شود، تغییرات بسیار کمی دارد. در درجات تداخل بالاتر، (در برخی حالات تا درجه ۴) نیز می‌توان در حالتی که شبکه برای استفاده در گستره ماوراء بنفش، بهینه شده باشد با بالا بردن قدرت تفکیک برای اندازه‌گیری تابش با طول موج در ناحیه مرئی، استفاده کرد. ممکن است لازم باشد از فیلترهای دسته‌بندی‌کننده درجه پراش برای اندازه‌گیری‌های در درجات بالاتر، استفاده کرد. در سیستم‌های کوچک پلکانی که در آن‌ها دانسیته شیار پایین است، از درجات تداخل بالا و زاویه نور ورودی بیش از 45° برای دستیابی به جداسازی بالاتر استفاده می‌شود.

زمانی که تعداد زیادی درجه تداخل بالای چندگانه به‌طور هم‌زمان استفاده می‌شود لازم است از یک ابزار نوری برای مرتب کردن درجات تداخل یا یک تفرق خطی عرضی استفاده کرد.

۵-۲-۷ آشکارساز، تابش عبوری از شکاف خروجی اسپکترومتر را به سیگنال الکتریکی تبدیل می‌کند. ۵-۲-۸ سیستم پردازش داده‌ها، امکان ثبت و نمایش سیگنال خروجی از آشکارساز/ آشکارسازها و محاسبه غلظت عنصر(های) مورد تجزیه را فراهم می‌کند. علاوه بر این ممکن است برخی تنظیم‌های مرتبط با کنترل پارامترهای عملکردی دستگاه، را نیز انجام دهد.

۶ الزامات اندازه‌شناختی

۶-۱ مشخصات اندازه‌شناختی سیستم ICP در جدول ۱، بیان شده است.

۶-۲ در زمان ارزیابی نوع و تصدیق اولیه و تصدیق‌های بعدی، باید تکرارپذیری، حدتشخیص و گستره خطی سیگنال خروجی دستگاه در یک آزمایش و با استفاده از محلول‌های استاندارد مرجع و تحت شرایط زیر، آزمون شود.

- دمای اتاق بین 20°C تا 27°C و پایدار در گستره $3^\circ\text{C} \pm$ در زمان اندازه‌گیری

- رطوبت نسبی بین ۳۰% تا ۸۰%

۶-۳ سازنده دستگاه باید اطلاعات مربوط به هر یک از اجزای زیر و شرایطی را که در آن دستگاه باید آزمون شود، مشخص کند.

- چگونگی نصب مشعل و ارتفاع آن

- وسیله‌های کنترل جریان گاز و سرعت جریان‌ها

- وسیله وارد کردن نمونه به دستگاه

- ژنراتور فرکانس رادیویی

- هرگونه برنامه لازم برای آشکارسازی عنصر مورد مطالعه

۶-۴ تکرارپذیری اندازه‌گیری‌ها، باید بررسی شود. روش بررسی باید شامل اندازه‌گیری ۱۰ نمونه تکراری از یک محلول مرجع حاوی حداقل پنج عنصر باشد. غلظت محلول‌های استاندارد باید تقریباً معادل ۱۰۰ برابر

مقدار حد تشخیص عنصرهای مورد بررسی، در نظر گرفته شود. انحراف استاندارد نسبی نتیجه‌های حاصل از اندازه‌گیری هر عنصر باید مساوی و یا کم‌تر از دو درصد باشد.

یادآوری - غلظت‌های توصیه شده برای محلول ذخیره مورد استفاده برای تهیه محلول‌های استاندارد مرجع در پیوست الف، ارایه شده است.

۶-۵ حد تشخیص برای هر یک از پنج عنصر انتخابی در بند ۶-۴ باید بررسی شود. روش بررسی باید شامل اندازه‌گیری ۱۰ نمونه تکراری از یک محلول شاهد در طول موج آشکارسازی برای هر عنصر انتخابی، باشد. حد تشخیص برای هر عنصر، به صورت سه برابر انحراف استاندارد نتیجه‌های اندازه‌گیری، در نظر گرفته می‌شود. این مقدار باید برابر یا کم‌تر از مقدارهای بیان شده در جدول ۱، باشد.

۶-۶ گستره کاری و گستره خطی اسمی دستگاه باید از طریق رسم یک منحنی از داده‌های حاصل از حداقل پنج غلظت مختلف از محلول استاندارد مرجع برای حداقل یک عنصر (ترجیحاً مس) منتخب در بند ۶-۴ تعیین شود. غلظت محلول‌های استاندارد مرجع باید به‌گونه‌ای انتخاب شود که در گستره کاری نشان داده شده در جدول ۱ بوده و از حد پایین در حدود ۱۰۰ برابر حد تشخیص شروع و تا حد بالای مشخص شده در زمان ارزیابی و تصدیق اولیه و تصدیق‌های بعدی، باید تکرارپذیری، حد تشخیص و گستره خطی سیگنال خروجی دستگاه در یک آزمایش و با استفاده از محلول‌های استاندارد مرجع و تحت شرایط زیر، آزمون شود.

- دمای اتاق بین 20°C تا 27°C و پایدار در گستره $3^{\circ}\text{C} \pm$ در مدت اندازه‌گیری

- رطوبت نسبی بین ۳۰% تا ۸۰%

۶-۲ سازنده دستگاه باید اطلاعات مربوط به هر یک از اجزای زیر و شرایطی را که در آن دستگاه باید آزمون شود، مشخص کند.

را پوشش دهد. برای هر غلظت، باید ده اندازه‌گیری پشت سر هم انجام داد و مقدار میانگین و انحراف استاندارد را محاسبه کرد. یک منحنی خطی نسبت به مقدار میانگین‌های محاسبه شده برای پنج سطح غلظتی متفاوت، باید رسم کرد.

ضریب همبستگی، r ، خط رسم شده باید محاسبه شده و مقدار r^2 باید بزرگ‌تر یا مساوی ۰٫۹۵ باشد. این روش باید حد بالای غلظتی را نیز تایید کند.

جدول ۱- مشخصه های اندازه‌شناسی سیستم ICP

حد بالای غلظتی میلی گرم بر لیتر	حد تشخیص میکروگرم بر لیتر	طول موج نانومتر	عنصر
۱۰۰	۲۰	۳۰۸,۲۱۵	آلومینیم
۱۰۰	۵۰	۲۰۶,۸۳۳	انتیموان
۱۰۰	۵۰	۱۹۳,۶۹۶	ارسنیک
۵۰	۰/۵	۴۵۵,۴۰۳	باریم
۱۰	۰/۵	۳۱۳,۰۴۲	بریلیم
۵۰	۵	۲۴۹,۷۷۳	بور
۵۰	۵	۲۲۶,۵۰۲	کادمیم
۱۰۰	۱۰	۳۱۷,۹۳۳	کلسیم
۵۰	۷	۲۶۷,۷۱۶	کروم
۵۰	۶	۲۲۸,۶۱۶	کبالت
۵۰	۳	۳۲۴,۷۵۴	مس
۱۰۰	۳	۲۵۹,۹۴۰	آهن
۱۰۰	۵۰	۲۲۰,۳۵۳	سرب
۱۰۰	۳	۶۷۰,۷۸۴	لیتیم
۲۰	۳۰	۲۷۹,۰۷۹	منیزیم
۵۰	۲	۲۵۷,۶۱۰	منگنز
۱۰۰	۵	۲۰۲,۰۳۰	مولیبدن
۵۰	۱۰	۲۳۱,۶۰۴	نیکل
۱۰۰	۲۰۰	۷۶۶,۴۹۱	پتاسیم
۱۰۰	۱۰۰	۱۹۶,۰۲۶	سلنیم
۱۰۰	۶۰	۲۸۸,۱۵۸	سیلسیم
۵۰	۵	۳۲۸,۰۶۸	نقره
۱۰۰	۵۰	۵۸۸,۹۹۵	سدیم
۵۰	۰/۵	۴۰۷,۷۷۱	استرانسیم
۱۰۰	۵۰	۱۹۰,۸۶۴	تالیوم
۵۰	۵	۲۹۲,۴۰۲	وانادیم
۱۰۰	۳	۲۱۳,۸۵۶	روی

۷ الزامات فنی

۷-۱ دستگاه باید مجهز به وسایل تنظیم‌کننده سرعت دبی جریان گازهای حامل، کمکی و خنک‌کننده، باشد. دستورالعمل‌های کاری سازنده دستگاه، باید شدت جریان‌های اسمی مناسب برای دستیابی به عملکرد درست دستگاه و شرایط اندازه‌گیری را مشخص کند.

۷-۲ سازنده دستگاه باید نوع و درجه خلوص گاز مورد استفاده برای مشعل را مشخص کند .
یادآوری - آرگون با درجه خلوص حداقل % ۹۹٫۹۹۵ گازی است که معمولاً با توجه به ناخالصی‌ها و حدود تشخیص مورد نظر، به کار گرفته می‌شود.

۷-۳ جهت برآورده شدن الزامات بند ۶ باید یک وسیله مناسب برای وارد کردن نمونه ، به کار گرفته شود.
یادآوری - به‌طور معمول یک مه‌پاش پنوماتیک ، وسیله تزریق مورد استفاده است.
می‌توان از مه‌پاش‌های با طراحی‌های متفاوت استفاده کرد. ممکن است برای نمونه‌های با گرانیوی بالا از قبیل نمونه‌های حاوی ماده خاص یا دارای مقدار زیادی جامد حل شده، نیاز به استفاده از مه‌پاش با طراحی خاص، باشد.

می‌توان از یک پمپ پرستالتیک^۱ برای تنظیم نمونه تحویلی به مه‌پاش، استفاده کرد .

۷-۴ توان ژنراتور فرکانس رادیویی باید نیم تا دو کیلووات با پایداری $\pm 0.5\%$ درصد باشد.
این ژنراتور باید در گستره فرکانس یک تا ۶۰ مگاهرتز کار کند.

۷-۵ ارتفاع نسبی مشعل باید نسبت به شکاف ورودی اسپکترومتر، قابل تنظیم باشد.
یادآوری - در برخی دستگاه‌ها، برنامه‌هایی برای تنظیم منطقه مشاهده، پیشنهاد داده می‌شود.

۷-۶ اسپکترومتر باید گستره طول موج از ۱۹۰ nm تا ۷۷۰ nm را با قدرت تفکیک برابر یا کمتر از ۰٫۲ nm نانومتر، پوشش دهد.

۷-۷ سیستم پردازش داده‌ها، باید قادر به ایجاد سابقه قابل دسترس و صحیحی از اندازه‌گیری‌ها، باشد. علاوه بر این باید از این سیستم برای نمایش، ثبت و ذخیره سیگنال‌های خروجی سیستم ICP و پردازش داده‌ها، استفاده کرد. این سیستم ممکن است برای کنترل برخی پارامترهای دستگاهی نیز به کار برده شود.
یادآوری - معمولاً سیستم پردازش داده‌ها، امکانی برای تنظیم موقعیت مشعل، انجام تصحیحات زمینه و کنترل سایر پارامترهای مرتبط با تجزیه، فراهم می‌کند.

۷-۸ برچسب‌هایی روی تمامی اجزا اصلی سیستم ICP باید به‌صورت زیر و به‌طور مشخص، نصب شود:

- نام تولیدکننده

- مدل دستگاه، شماره سریال و تاریخ (ماه و سال) تولید

- الزامات مربوط به ولتاژ، فرکانس و شدت جریان

۷-۹ سازنده دستگاه ICP باید دستورالعملی بیان‌کننده الزامات مربوط به نصب، عملکرد و نگهداری دستگاه ارائه نماید.

یادآوری - سازنده دستگاه علاوه بر این باید دستورالعمل تعمیر و هم‌چنین روش‌های تجزیه‌ای را نیز ارائه کند.

۸ دستورالعمل‌های کاری

۸-۱ سیستم‌های ICP در استفاده‌های عادی، به ولتاژهای بالا نیاز داشته و دماهای بالا و گازهای سمی و یا خورنده، ایجاد می‌کند. هنگام نصب و کار با دستگاه باید به این موارد به خصوص ایجاد حرارت و گازهای سمی و یا خورنده، توجه کرد. برچسب‌های اخطار مشخصی باید روی دستگاه نصب شود تا به کاربر آن هشدارهای لازم در ارتباط با این خطرات بالقوه بدهد. این برچسب‌ها باید با مطابق مقررات ملی، باشد.

۹ کنترل‌های اندازه‌شناسی

۹-۱ ارزیابی

۹-۱-۱ سازنده دستگاه باید یک نهاد مسئول ملی برای سیستم ICP مشخص کرده و دستورالعمل کاری برای آن، تعیین کند. دستورالعمل کاری دستگاه، می‌تواند الکترونیکی باشد اما باید برنامه‌ای را که بتوان از دستورالعمل بهره‌برداری کرد، مشخص نمود. علاوه بر این سازنده ممکن است اطلاعات دیگری را که تعیین-کننده برآورده شدن این الزامات توسط سیستم است، ارائه نماید.

۹-۱-۲ دستورالعمل کاری، باید از نظر کامل و روشن بودن مطالب، بررسی شود.

۹-۱-۳ مرجع ذی‌صلاح باید دستگاه را چشمی، بازدید کرده و علاوه بر این دستورالعمل کار با دستگاه را بررسی کند تا از بیان الزامات زیر در آن اطمینان، حاصل کند.

- وسایل کنترل جریان گاز آرگون (بند ۷-۱)
- مشخص کردن درجه خلوص گاز (بند ۷-۲)
- وسیله وارد کردن نمونه به دستگاه (بند ۷-۳)
- ژنراتور فرکانس رادیویی (بند ۷-۴)
- ارتفاع قابل تنظیم مشعل (بند ۷-۵)
- گستره طول موج و قدرت تفکیک (بند ۷-۶)
- سیستم داده‌ها (بند ۷-۷)
- نشانه‌گذاری (بند ۷-۸)

۹-۱-۴ مرجع ذی‌صلاح باید آزمون‌های زیر را انجام دهد یا می‌تواند داده‌های حاصل از آزمون سازنده را قبول کند تا با استفاده از آن‌ها عملکرد قابل قبول الزامات عملکردی زیر را تایید نماید :

- تکرارپذیری (بندهای ۶-۴ و ب-۳)
- حدتشخیص (جدول ۱ بند ۶-۵ و بند ب-۴)
- گستره کاری (جدول ۱ بند ۶-۶ و بند ب-۵)

۹-۱-۵ مطابق آن‌چه در پیوست ب بیان شده باید یک سیستم ICP را تحت آزمون قرار داد .

۹-۱-۶ گزارش آزمون‌های انجام شده بر روی سیستم ICP که در زمان ارزیابی انجام می‌گیرد باید حاوی حداقل موارد اطلاعاتی مطابق با فرم مشخص شده در پیوست پ باشد. می‌توان مطابق با مقررات ملی، یک فرم گزارش مشخص، طراحی کرد. سازنده دستگاه باید با ارائه اطلاعات یا توضیح خاص، هر گونه نقص دستگاه را بیان کند.

۹-۲ تصدیق‌های اولیه و بعدی

۹-۲-۱ جهت اطمینان از تطابق دستورالعمل‌های دستگاه با الزامات بند ۹-۱ باید آن‌ها را، بررسی کرد.

۹-۲-۲ آزمون‌ها باید تحت شرایط مرجع بند ۶-۳، انجام شوند.

۹-۲-۳ تمامی آزمون‌های مشخص شده برای سیستم ICP در بند ۹-۱-۴ که برای کاربرد خاص ضروری است، باید انجام شود.

۹-۲-۴ مرجع ذی‌صلاح باید مدت زمان اعتبار تصدیق را تعیین کند.

۹-۲-۵ پس از هر بار تعمیر و یا تعویض اجزای اصلی دستگاه یا پس از سپری شدن زمان مشخص شده توسط مرجع ذی‌صلاح برای اعتبار تصدیق، باید دستگاه را دوباره، تصدیق کرد.

۹-۳ آزمون‌های روتین توسط کاربر

۹-۳-۱ مرجع ذی‌صلاح باید روش‌های کاربرد سیستم ICP برای اندازه‌گیری آلاینده‌های خاص را مشخص کند. ممکن است برخی روش‌های اندازه‌گیری برای بررسی عملکرد سیستم ICP مناسب باشد.

۹-۳-۲ کاربر سیستم ICP باید قبل از هر سری اندازه‌گیری، در آزمایشگاه با استفاده از یک محلول مرجع، آزمونی انجام دهد. نتیجه این آزمون‌ها باید در محدوده مشخص شده توسط مرجع ذی‌صلاح، باشد.

۹-۳-۳ علاوه بر الزامات بند ۹-۳-۲ کاربر باید قبل از هر بار استفاده از دستگاه، تمامی قسمت‌های آن را بررسی کند.

۹-۳-۴ سابقه اقدام‌های انجام شده باید به ترتیب زمان برای هر سیستم ICP نگهداری شده و حاوی حداقل اطلاعات زیر باشد:

- نتیجه تمامی آزمون‌های روتین
- نتیجه کالیبراسیون
- مشخصه‌های هر قطعه اصلی تعویض شده
- جزئیات و تاریخ مربوط به نگهداری و تعمیر دستگاه

پیوست الف
(الزامی)
محلول‌های استاندارد مرجع

الف- ۱- تهیه محلول‌های استاندارد مرجع

الف-۱- محلول‌های استاندارد ذخیره برای هر عنصر تحت بررسی را باید با استفاده از منابع تجاری موجود یا با استفاده از عناصر با خلوص بالا یا نمک‌های آن‌ها، تهیه کرد.

این محلول‌ها باید با استفاده از هیدروکلریک اسید یا نیتریک اسید با خلوص بالا، به تناسب، تهیه شود. غلظت اسید در این محلول‌ها باید به اندازه‌ای باشد که یک محلول پایدار از عنصر مورد نظر، به دست آید. آب مورد استفاده برای تهیه محلول‌های استاندارد ذخیره و رقیق‌سازی‌های بعدی باید دارای هدایت الکتریکی کم‌تر از ۰/۱ میلی‌زیمنس بر متر در دمای 25°C (آب درجه ۲ مطابق استاندارد بند ۳-۱) باشد.

یادآوری ۱- به‌طور معمول غلظت عنصر (های) تحت بررسی در محلول‌های استاندارد ذخیره، 10000 mg/l یا 1000 mg/l است.

یادآوری ۲- محلول استاندارد ذخیره باید با روش‌های مناسب و مستند، تهیه شود.

یادآوری ۳- تمامی مواد اولیه مورد استفاده، به جز کربنات‌ها، باید به مدت یک ساعت در دمای 105°C درجه سلسیوس، خشک شوند. کربنات‌ها در دمای 140°C درجه سلسیوس خشک می‌شوند.

الف-۱-۲- غلظت محلول‌های استاندارد مرجع باید مطابق جدول الف-۱، باشد و باید آن‌ها را با رقیق‌سازی مناسب محلول‌های استاندارد ذخیره بند الف-۱-۱، تهیه کرد. انتخاب نوع اسید و غلظت آن باید به‌گونه‌ای باشد که با تمامی محلول‌های مخلوط، سازگاری داشته باشد.

الف-۱-۳- پایداری محلول‌های استاندارد ذخیره باید به‌صورت دوره‌ای، کنترل شود.

الف- ۲- تهیه محلول‌های استاندارد مرجع مخلوط (چندعنصری)

الف-۲-۱- محلول‌های استاندارد مرجع مخلوط (چندعنصری) را، حاوی چند عنصر مورد بررسی در یک محلول، باید از ترکیب مناسب و رقیق‌سازی محلول‌های استاندارد ذخیره و با غلظت‌های توصیه شده در جدول الف-۱، تهیه کرد. قبل از تهیه محلول‌های استاندارد مرجع مخلوط باید محلول‌های استاندارد ذخیره مورد استفاده را آنالیز کرد تا هرگونه تداخل طیفی بالقوه در طول موج‌های انتخابی برای آنالیز را شناسایی نمود.

الف-۲-۲- محلول‌های استاندارد مرجع مخلوط باید حاوی عناصر سازگار با یکدیگر و پایدار در مخلوط حاصل باشند. علاوه بر این باید سازگاری آنیون‌ها با یکدیگر را در نظر گرفت.

یادآوری- اسیدی که برای تهیه مخلوط به‌کار می‌رود باید با عنصرهای موجود در آن، سازگار باشد.

الف-۲-۳- پایداری محلول‌های استاندارد مرجع را باید دوره‌ای، کنترل کرد.

جدول الف-۱- غلظت‌های توصیه شده برای محلول استاندارد مرجع

حد بالای غلظتی میلی گرم بر لیتر	عنصر
۱۰/۰	آلومینیم
۱۰/۰	انتیموان
۱۰/۰	ارسنیک
۱/۰	باریم
۱/۰	بریلیم
۱/۰	بور
۲/۰	کادمیم
۱۰/۰	کلسیم
۵/۰	کروم
۲/۰	کبالت
۱/۰	مس
۱۰/۰	آهن
۱۰/۰	سرب
۵/۰	لیتیم
۱۰/۰	منیزیم
۲/۰	منگنز
۱۰/۰	مولیبدن
۲/۰	نیکل
۱۰/۰	پتاسیم
۵/۰	سلنیم
۱۰/۰	سیلیسیم
۲/۰	نقره
۱۰/۰	سدیم
۱/۰	استرانسیم
۱۰/۰	تالیوم
۱/۰	وانادیم
۵/۰	روی

پیوست ب
(الزامی)
روش آزمون

ب-۱ هدف از این پیوست تعیین روش آزمون برای اندازه‌گیری عناصر کم‌مقدار در چندین محلول استاندارد مرجع درگستره طول موج دستگاه است.

ب-۲ از روش‌های ابتدایی زیر استفاده کنید :

ب-۲-۱ دستگاه را مطابق دستورالعمل‌های سازنده آن تنظیم کرده و تمامی تنظیمات و یا کالیبراسیون‌های لازم را انجام دهید.

ب-۲-۲ حداقل پنج عنصر از عناصر جدول ۱ شامل مس و دو عنصر دیگر در طول موج‌های حد بالای تجزیه ، به‌عنوان مثال تالیوم و پتاسیم، را انتخاب کنید. برای هریک از این عناصر، یا محلول‌های استاندارد مرجع ذخیره را جداگانه تهیه کنید و یا مخلوطی حاوی همه آن‌ها و در سطوح غلظتی توصیه شده در جدول الف-۱ پیوست الف، تهیه کنید.

ب-۲-۳ یک محلول آزمون شاهد، نیز تهیه کنید.

ب-۳ تکرارپذیری

ب-۳-۱ برای هریک از پنج محلول استاندارد مرجع حاوی عناصر انتخابی ، ۱۰ اندازه‌گیری تکراری انجام دهید. غلظت محلول‌های استاندارد مرجع باید تقریباً معادل ۱۰۰ برابر مقدار حدتشخیص عناصر مورد بررسی، مطابق جدول ۱ بوده و اندازه‌گیری‌ها باید در طول موج مشخص شده، انجام گیرد.

ب-۳-۲ مقدار میانگین و انحراف معیار نسبی نتایج حاصل از اندازه‌گیری هر محلول مرجع مطابق بند ب-۳-۱ در طول موج مناسب را از فرمول ۱، محاسبه کنید:

$$S_r = \frac{s}{\bar{x}} \cdot 100 \quad (1)$$

$$S = \left[\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \right]^{1/2}$$

که در آن:

x_i مقدار هر نتیجه

\bar{x} نتیجه میانگین برای n اندازه‌گیری تکراری

ب-۳-۳ انحراف استاندارد نسبی تمامی مقادیر میانگین تعیین شده در بند ب-۳-۱ باید الزامات بند ۴-۶، را پوشش دهد.

ب-۴ حد تشخیص

ب-۴-۱ اندازه‌گیری تکراری بر روی محلول آزمون شاهد در طول موج تمامی عناصر منتخب برای اندازه‌گیری در بند ب-۳-۱ را، انجام دهید.

ب-۴-۲ برای نتایج حاصل از بند ب-۴-۱، مقدار میانگین و انحراف استاندارد را، محاسبه کنید.

ب-۴-۳ مقادیر انحراف استاندارد به‌دست آمده در بند ب-۴-۲ را در سه ضرب کنید و حد تشخیص را به‌دست آورید. مقادیر حد تشخیص تعیین شده برای تمامی عنصرهای انتخابی باید الزامات بند ۶-۵، را پوشش دهد.

ب-۵ گستره کاری

ب-۵-۱ برای حداقل یک عنصر انتخاب شده در بند ب-۲ (ترجیحاً مس)، یک محلول استاندارد مرجع به گونه‌ای تهیه کنید که غلظت آن معادل یا کمی بیش از غلظت حد بالای مشخص شده در جدول ۱، باشد. با رقیق‌سازی محلول استاندارد مرجع، حداقل چهار محلول استاندارد مرجع دیگر با غلظت‌های متفاوت به‌گونه‌ای تهیه کنید که پایین‌ترین غلظت تقریباً ۱۰۰ برابر حد تشخیص باشد.

ب-۵-۲ برای هر غلظت محلول استاندارد مرجع تهیه شده در بند ب-۵-۱، ۱۰ اندازه‌گیری پشت سر هم انجام داده و میانگین نتایج برای هر اندازه‌گیری را محاسبه کنید.

ب-۵-۳ از آنالیز خطی حداقل مجذورها برای ردیابی داده‌های به‌دست آمده در بند ب-۵-۲ استفاده می‌شود. نتایج را نسبت به مقدار میانگین محاسبه شده برای هر غلظت رسم کرده و یک نمودار رگرسیون خطی به‌دست آورید. با استفاده از معادله این خط مقادیر شیب، m ، عرض از مبدأ، b ، و ضریب همبستگی r را تعیین کنید.

$$y=mx+b$$

(۲)

مقدار مربع ضریب همبستگی را به صورت زیر محاسبه کنید:

$$r^2 = \frac{S_{xy}^2}{S_x S_y}$$

(۳)

که در آن:

S_{xy}^2 : مجموع مربع باقیمانده‌ها ;

S_x : انحراف استاندارد مقادیر غلظتی معلوم ;

S_y : انحراف استاندارد مقادیر سیگنال اندازه‌گیری شده ;

که در آن:

$$S_{xy} = \sum (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})$$

$$S_x = \sum (x_i - \bar{x})^2$$

$$S_y = \sum (y_i - \bar{y})^2$$

$$S_r = \frac{S}{\bar{x}} = 100\%$$

ب-۴-۵ ضریب همبستگی که در بند ب-۵-۲ محاسبه می‌شود باید به‌گونه‌ای باشد که r^2 بزرگ‌تر یا مساوی ۰/۹۵ شود.

یادآوری - ضریب همبستگی بیان‌کننده میزان خطی بودن معادله رگرسیون است. مقدار ایده‌آل برای این پارامتر $r = \pm 1$ یا r^2 برابر یک است.

پیوست پ
(الزامی)
فرم گزارش آزمون

فرم گزارش آزمون انجام شده مطابق این استاندارد باید حاوی اطلاعاتی زیر باشد:

شماره :

استاندارد ملی:

پ-۱ نام و نشانی آزمایشگاه یا آزمایشگاه‌های آزمون‌کننده

پ-۲ مکانی که آزمون‌ها انجام گرفته در صورتی که غیر از بند پ-۱ باشد

پ-۳ نام و نشانی سازنده دستگاه

پ-۴ نام و نشانی کاربر در صورتی که غیر از سازنده باشد

پ-۵ مشخصه‌های نوع دستگاه مورد آزمون
نوع دستگاه پلی کروماتور
مونوکروماتور

گستره طول موج و قدرت تفکیک (نانومتر):

حداقل :

حداکثر :

قدرت تفکیک :

نام تجاری :

شماره مدل :

شماره سریال :

تاریخ تولید :

الزامات ولتاژ: فرکانس : شدت جریان:

پ-۶ بررسی دستورالعمل کاری قابل قبول غیر قابل قبول

توضیحات :

پ-۷ خلاصه‌ای از بازرسی چشمی دستگاه و بررسی اطلاعات موجود در دستورالعمل کاری:

پ-۷-۱ مشخصات نوع گاز و درجه خلوص آن :

نوع : درجه خلوص:

توضیحات :

پ-۷-۲ وسایل تنظیم شدت جریان آرگون و دستورالعمل‌های آن

بله خیر

توضیحات :

پ-۷-۳ ژنراتور فرکانس رادیویی: گستره ولتاژ از کیلووات تا کیلووات
پایداری:

توضیحات : -----

پ-۷-۴ ارتفاع قابل تنظیم مشعل: بله خیر

توضیحات : -----

پ-۷-۵ تصحیح زمینه: بله خیر

توضیحات : -----

پ-۷-۶ نشانه گذاری قابل قبول غیر قابل قبول

توضیحات : -----

پ-۸ خلاصه‌ای از نتایج آزمون‌های انجام شده مطابق بند ۹-۱:

پ-۸-۱ شرایط آزمون :

دمای محیط :

میزان رطوبت :

نوع گاز : درجه خلوص گاز:

وسیله تنظیم جریان گاز حامل : جریان کمکی :

جریان خنک کننده :

تنظیمات فرکانس ژنراتور رادیویی : توان:

نوع مه‌پاش :

ارتفاع مشعل :

نوع اسپکترومتر :

نوع آشکارساز/ آشکارسازها:

تصحیح زمینه : دستی خودکار

سیستم پردازش داده‌ها برای نمایش داده‌های خروجی :

نقصان داده‌ها :

کنترل سایر پارامترهای دستگاهی (فهرست)

پ-۸-۲ تعیین تکرارپذیری

۵	۴	۳	۲	۱	عنصر
					طول موج ←
					غلظت ←
					شماره تکرار ↓
					۱
					۲
					۳
					۴
					۵
					۶
					۷
					۸
					۹
					۱۰
					\bar{X}
					σ_r

انحراف استاندارد نسبی :

- | | | | | |
|--------------------------|---------------|--------------------------|-----------|--------|
| <input type="checkbox"/> | غیر قابل قبول | <input type="checkbox"/> | قابل قبول | عنصر ۱ |
| <input type="checkbox"/> | غیر قابل قبول | <input type="checkbox"/> | قابل قبول | عنصر ۲ |
| <input type="checkbox"/> | غیر قابل قبول | <input type="checkbox"/> | قابل قبول | عنصر ۳ |
| <input type="checkbox"/> | غیر قابل قبول | <input type="checkbox"/> | قابل قبول | عنصر ۴ |
| <input type="checkbox"/> | غیر قابل قبول | <input type="checkbox"/> | قابل قبول | عنصر ۵ |

توضیحات :

پ-۸-۳ تعیین حد تشخیص

عناصر	۱	۲	۳	۴	۵
طول موج ←					
غلظت ←					
شماره تکرار ↓					
۱					
۲					
۳					
۴					
۵					
۶					
۷					
۸					
۹					
۱۰					
\bar{X}					
σ_r					
D.L. (حد تشخیص)					

حد تشخیص

- عنصر ۱: قابل قبول غیر قابل قبول
- عنصر ۲: قابل قبول غیر قابل قبول
- عنصر ۳: قابل قبول غیر قابل قبول
- عنصر ۴: قابل قبول غیر قابل قبول
- عنصر ۵: قابل قبول غیر قابل قبول

توضیحات :

.....

.....

.....

پ-۸-۴ تعیین گستره کاری و گستره خطی

عنصر:

طول موج :

غلظت ←	شماره تکرار ↓	۱	۲	۳	۴	۵
۱						
۲						
۳						
۴						
۵						
۶						
۷						
۸						
۹						
۱۰						
\bar{X}						
σ_r						

مقدار r^2 :

قبول غیر قابل قبول

توضیحات :-

پ-۹ خلاصه‌ای از نتیجه‌گیری در مورد تطابق یا عدم تطابق دستگاه آزمون شده با الزامات :

پ-۱۰ آزمون گر (آزمون گران) :

امضاء عنوان :-

تاریخ:

پیوست پ
(اطلاعاتی)
کتابنامه

- 1- Thompson, Michael and Walsh, J. Nicholas, A Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry. Blackie, Glasgow and London (1983), 2nd Ed. 1989 ISBN 0-412-00371-6
- 2- Boumans, P.W.J.M. ed., Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometry Part 2: Application and Fundamentals. John Wiley and Sons (1987). ISBN 0-471-85378-X
- 3- Montaser, A. and Golightly, D.W. eds., Inductively Coupled Plasma in Analytical Atomic Spectrometry, VCH Publishers, New York (1987), ISBN 089573334X
- 4- BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology. Published by ISO (1993).
- 5- ISO 6955 International Organization for Standardization, Analytical Spectroscopic Methods - Flame Emission, Atomic Absorption, and Atomic Fluorescence - Vocabulary, ISO6955, First edition 1982-07-15.