



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۸۰۸

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

19808

1st.Edition

2014

اندازه‌گیری عناصر در پسماندها به روش
اسپکتروسکوپی نشر اتمی - پلاسمای جفت
شده القایی

**Determination of Elements in Waste
Streams by Inductively Coupled Plasma-
Atomic Emission Spectroscopy**

ICS: 13.030

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)^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 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) و 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) و وسایل سنجش، تعیین عبار 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

«اندازه گیری عناصر در پسماندها به روش اسپکتروسکوپی نشر اتمی - پلاسمای جفت شده

القایی»

سمت و/یا نمایندگی

رئیس:

هیئت علمی دانشگاه علوم پزشکی جندی
شاپور اهواز

بابایی، علی اکبر
(دکترای مهندسی بهداشت محیط)

دبیر:

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس بهداشت محیط معاونت بهداشت
خوزستان

احمدپور، الهام
(لیسانس بهداشت محیط)

کارشناس

تاجی، مرضیه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت گروه ملی صنعتی فولاد
ایران

خدابخش نژاد، فرزانه
(فوق لیسانس مهندسی محیط زیست)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

هیئت علمی دانشگاه علوم پزشکی جندی
شاپور اهواز

علوی بختیاروند، سید نادعلی
(دکترای مهندسی بهداشت محیط)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

گیلاسی، فهیمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پترو فناوری آسه

محمودی، اکرم
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر
بردیا

مکوندی، علی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۳	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ مزاحمت‌ها
۷	۶ وسایل
۷	۷ مواد و/یا واکنشگرها
۸	۸ کالیبراسیون و استانداردسازی
۹	۹ آماده‌سازی نمونه
۹	۱۰ روش آزمون
۱۰	۱۱ دقت و انحراف

پیش گفتار

استاندارد "اندازه گیری عناصر در پسماندها به روش اسپکتروسکوپی نشر اتمی- پلاسمای جفت شده القایی" که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در بیست و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۰۶ مورد تصویب 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 می شود. 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 :

ASTM C 1111: 2010, Standard Test Method for Determining Elements in Waste Streams by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy

اندازه‌گیری عناصر در پسماندها به روش اسپکتروسکوپی نشر اتمی - پلاسمای جفت شده القایی

هشدار- در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری عناصر با مقدار ناچیز، کم و زیاد در پسماندها به روش اسپکتروسکوپی نشر اتمی- پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES)^۱ پس از هضم اسیدی نمونه می‌باشد. این استاندارد برای آنالیز پسماندها فرایندهای تولیدی مواد هسته‌ای و غیر هسته‌ای و همچنین تعیین کل فلزات کاربرد دارد.

این استاندارد برای تعیین خصوصیات پسماندهای دریافت شده از تاسیسات تصفیه و تنظیم دستورکارهای تصفیه مناسب و همچنین برای کنترل فرایند درون تاسیسات تصفیه پسماند کاربرد دارد. در مورد پسماندهای حاوی سطوحی از مواد رادیواکتیو این استاندارد تنها در مواقعی کاربرد دارد که به حفاظت ویژه از کارکنان نیاز نباشد.

فهرستی از عناصر اندازه‌گیری شده در پسماندها و حد پایین گزارش شده مربوطه در جدول ۱ نشان داده شده است.

این استاندارد به‌طور موفقیت آمیزی برای انواع زیادی از محلول‌های پسماند و مایعات فرایندهای صنعتی کاربرد دارد. ترکیب چنین نمونه‌هایی میان انواع پسماند و درون یک نوع پسماند، بسیار متغیر است. در نتیجه این تغییرپذیری، هضم با یک نوع اسید ممکن است برای تمام بافت‌های نمونه، نتیجه قابل انتظار را نداشته باشد. برخی عناصر ممکن است بر اساس نیمه کمی بازیافت شوند، در حالی که بیشتر نتایج به‌طور قابل توجهی کمی خواهند بود.

این استاندارد برای اندازه‌گیری غلظت فلزات در تعداد زیادی از پسماندهای ناشی از فرایندهای هسته‌ای و غیرهسته‌ای گوناگون کاربرد دارد. این روش آزمون برای تعیین خصوصیات پسماند مایع و پسماندهای مایع حاوی مواد جامد حل نشده قبل از تصفیه، ذخیره‌سازی یا تثبیت کاربرد دارد. این روش آزمون قابلیت اندازه‌گیری همزمان تا حدود ۲۶ عنصر را دارد.

گستره‌های غلظتی قابل کاربرد عناصر آنالیز شده به وسیله این روش آزمون در جدول ۱ فهرست شده است.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده‌است. 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 الزامی زیر برای این استاندارد الزامی است:

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

2-2 ASTM C 1109, Test Method for Analysis of Aqueous Leachates from Nuclear Waste Materials Using Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry

2-3 ASTM C 1234, Practice for Preparation of Oils and Oily Waste Samples by High Pressure, High-Temperature Digestion for Trace Element Determinations

2-4 ASTM D 1129, Terminology Relating to Water

2-5 ASTM E 135, Terminology Relating to Analytical Chemistry for Metals, Ores, and Related Materials

2-6 ASTM E 177, Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods

2-7 US EPA Standard : Method 6010, Inductively Coupled Plasma Method, SW-846, Test Methods for Evaluating Solid Waste³

جدول ۱- طول موج‌های تجزیه‌ای و گستره‌های غلظت قابل کاربرد^a

طول موج nm	حد بالایی mg/l	حد پایینی ^b mg/l	عنصر
۲۳۷٫۰۱، ۳۰۸٫۲۲	۵۰۰	۰٫۰۲	آلومینیوم
۴۹۳٫۴۱	۱۰۰	۰٫۰۰۱	باریم
۳۱۳٫۰۴	۱۰۰	۰٫۰۰۰۳	بریلیم
۲۴۹٫۶۸	۲۰۰	۰٫۰۰۰۴	بور
۲۲۶٫۵۰	۲۰۰	۰٫۰۰۰۳	کادمیم
۳۹۳٫۳۷، ۳۱۷٫۹۳	۱۰۰۰	۰٫۰۰۰۴	کلسیم
۲۹۸٫۹۲، ۲۶۷٫۷۲	۵۰۰	۰٫۰۱	کروم
۲۲۸٫۶۲	۱۵۰	۰٫۰۰۰۵	کبالت
۳۲۴٫۷۵	۱۵۰	۰٫۰۰۰۴	مس
۲۵۹٫۹۴، ۲۷۱٫۴۴	۵۰۰	۰٫۰۰۰۴	آهن
۲۲۰٫۳۵	۲۰۰	۰٫۰۰۵	سرب
۶۷۰٫۷۸	۱۵۰	۰٫۰۰۰۴	لیتیم
۲۷۹٫۵۵، ۲۹۳٫۶۵	۵۰۰	۰٫۰۰۰۰۵	منیزیم
۲۵۷٫۶۱	۱۵۰	۰٫۰۰۰۱	منگنز
۳۴۱٫۲۳۱، ۴۸۱٫۶۰	۵۰۰	۰٫۰۱	نیکل
۱۷۸٫۲۹	۲۵۰	۰٫۰۲	فسفر
۷۶۶٫۴۹	۱۰۰۰	۰٫۰۶	پتاسیم
۳۲۸٫۰۷	۱۵۰	۰٫۰۰۰۶	نقره
۵۸۸٫۹۹، ۳۳۰٫۲۹	۲۰۰	۰٫۰۰۲	سدیم
۴۲۱٫۵۵	۱۰۰	۰٫۰۰۰۰۴	استرانسیم

جدول ۱- ادامه

توریم	۰٫۲	۲۵۰	۲۸۳٫۷۳
تیتانیوم	۰٫۰۰۳	۱۵۰	۳۳۴٫۹۴
اورانیوم	۰٫۰۳	۱۰۰۰	۴۰۹٫۰۱
وانادیوم	۰٫۰۰۵	۲۵۰	۲۹۲٫۴۰
روی	۰٫۰۰۱	۲۵۰	۲۱۳٫۸۶
زیرکونیوم	۰٫۰۰۵	۲۵۰	۳۳۹٫۲۰

^a حدود غلظت بالایی و پایینی فقط به عنوان راهنمای کلی استفاده می‌شوند. این مقادیر وابسته به دستگاه و نمونه هستند و متناسب با تغییر بافت نمونه انتظار می‌رود که این غلظت‌ها نیز تغییر کنند.

^b این حدود با استفاده از دستگاه اسپکترومتر ICP به دست آمدند.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استانداردهای ASTM D 1129، ASTM E 135 و ASTM C 1109 به کار می‌رود.

۴ اصول آزمون

عناصر به صورت متناوب یا همزمان به وسیله طیف سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (EPA MT 6010) اندازه‌گیری می‌شوند. در صورتی که نمونه محلول اسیدی شده شفاف باشد، عناصر بدون پیش تصفیه اضافی اندازه‌گیری می‌شوند. چنانچه نمونه حاوی مواد جامد حل نشده باشد، عناصر بعد از هضم نمونه کاملاً مخلوط شده با نیتریک اسید اندازه‌گیری می‌شوند.

۵ مزاحمت‌ها

۵-۱ مزاحمت‌ها در اسپکتروسکوپی نشر اتمی- پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES) اصولاً از نوع مزاحمت‌های طیفی می‌باشند که می‌توانند به روش‌های زیر تصحیح شوند:

۵-۱-۱ مزاحمت‌های بین عنصری، مزاحمت‌های بین عنصری به وسیله همپوشانی طیفی خط یک عنصر با عنصر دیگر مشخص می‌شود. این مزاحمت می‌تواند به وسیله تصحیح داده‌های خام، که به اندازه‌گیری عناصر مزاحم در طول موج مورد نظر نیاز دارد، تصحیح شود. در جدول ۲ برخی از اثرات مزاحمت برای طول موج‌های پیشنهادی ارائه شده در جدول ۱، فهرست شده است. داده‌های جدول ۲ تنها به عنوان راهنمای اولیه برای نشان دادن مزاحمت‌های طیفی احتمالی استفاده می‌شوند. سیستم‌های تجزیه‌ای گوناگون ممکن است تا حدودی سطوح مختلف مزاحمت‌ها را نشان دهند. بنابراین، اثرات مزاحمت باید برای هر سیستم خاص ارزیابی شوند.

۵-۱-۲ مزاحمت باند مولکولی، مزاحمت باند مولکولی ناشی از همپوشانی طیف‌های باند مولکولی در طول موج موردنظر را می‌توان با انتخاب دقیق طول موج حذف کرد.

۵-۱-۳ مقادیر زمینه بالا، اثرات زمینه بالا حاصل از پراکندگی نور و غیره را می‌توان با تصحیح زمینه نزدیک به خط آنالیت تصحیح کرد.

۵-۱-۴ مزاحمت‌های فیزیکی، مزاحمت‌های فیزیکی، اثرات مربوط به فرایندهای انتقال و مه‌پاشی^۱ در نمونه‌های دارای ذرات جامد زیاد یا غلظت‌های زیاد اسید است. این اثرات با رقیق کردن ده برابری نمونه و استفاده از پمپ پریستالتیک^۲ متصل به مه‌پاش^۳ ذرات جامد زیاد کاهش می‌یابد.

جدول ۲- غلظت‌های هم‌ارز آنالیت ناشی از مزاحمت‌ها در سطح ۱۰۰۰ mg/l

مزاحمت mg/l										طول موج nm	آنالیت
وانادیوم	اورانیوم	قلع	سیلیسیم	آنتیموان	نیکل	آهن	مس	کروم	آلومینیوم		
۰/۰۱۹۹	۰/۰۰۴۴		۰/۰۰۲۰							۳۰۸/۲۲	آلومینیوم
	۰/۰۳۵۰					-۰/۰۰۸۴		-۰/۰۰۲۲		۲۷۳/۲۱	آلومینیوم
										۴۹۳/۴۱	باریم
۰/۰۰۱۳										۳۱۳/۰۴	بریلیم
						۰/۰۰۱۵				۲۴۹/۶۸	بور
					-۰/۰۰۰۴	۰/۰۰۰۲				۲۲۶/۵۰	کادمیم
	-۰/۰۰۱۸			۰/۰۰۰۲						۳۱۷/۹۳	کلسیم
										۳۹۳/۳۷	کلسیم
۰/۰۰۱۸	۰/۰۰۲۵									۲۶۷/۷۲	کروم
	۰/۰۵۶۰									۲۹۸/۹۲	کروم
	۰/۰۰۰۱							۰/۰۰۰۱		۲۲۸/۶۲	کبالت
										۳۲۴/۷۵	مس
	-۰/۰۰۰۲				-۰/۰۰۰۱				۰/۰۰۰۱	۲۵۹/۹۴	آهن
	۰/۰۲۲۰				-۰/۰۰۱۵			۰/۰۰۳۹		۲۷۱/۴۴	آهن
	۰/۰۰۱۶				۰/۰۰۰۶	۰/۰۰۰۲		-۰/۰۰۲۸	-۰/۰۰۱۲	۲۲۰/۳۵	سرب
				۰/۰۰۰۳						۶۷۰/۷۸	لیتیم
						-۰/۱۳۹۰				۲۷۹/۵۵	منیزیم
	۰/۰۳۵۰							-۰/۰۲۷۰		۲۹۳/۶۵	منیزیم
	۰/۰۰۰۲					-۰/۰۰۰۲				۲۵۷/۶۱	منگنز
	۰/۰۰۰۳		۰/۰۰۰۱	۰/۰۰۰۳						۲۳۱/۶۰	نیکل
	۰/۰۰۲۷									۳۴۱/۴۸	نیکل
	۰/۰۰۴۴			۰/۰۰۰۴	۰/۰۱۲۰	-۰/۰۰۷۹			۰/۰۰۰۲	۱۷۸/۲۹	فسفر

- 1 -Nebulization
- 2- Peristaltic Pump
- 3` Nebulizer

جدول ۲- ادامه

۰/۰۰۱۴	-۰/۰۰۰۵							۰/۰۰۱۰		۴۹ ۷۶۶	پتاسیم
	۰/۰۰۰۳									۳۲۸/۰۷	نقره
	-۰/۱۵۸۰					-۰/۰۱۴۵		-۰/۰۲۲۰	۰/۰۰۳۵	۳۳۰/۲۹	سدیم
	۰/۰۰۰۲		۰/۰۰۱۷	۰/۰۰۰۶						۵۸۸/۹۹	سدیم
										۴۲۱/۵۵	استرانسیم
	۰/۰۵۰۰				۰/۰۰۴۹	۰/۰۰۰۵		۰/۰۰۰۷		۲۸۳/۷۳	توریم
								۰/۰۰۰۳		۳۳۴/۹۴	تیتانیوم
	-۰/۰۰۱۴							-۰/۰۰۲۹		۲۹۲/۴۰	وانادیوم
					۰/۰۰۳۸	۰/۰۰۰۱	۰/۰۰۳۴			۲۱۳/۸۵	روی
	-۰/۰۰۰۵				۰/۰۰۰۲	-۰/۰۰۰۳				۳۳۹/۲۰	زیرکونیوم

۶ وسایل

۶-۱ اسپکترومتر، یک اسپکترومتر نشر اتمی- پلاسما جفت شده القایی با گذر نوار طیفی 0.5 nm یا کمتر نیاز می‌باشد. مجاز است اسپکترومتر از نوع روبش متوالی یا چند عنصری همزمان باشد. اسپکترومتر ممکن است از نوع مسیر هوا، مسیر گاز بی‌اثر یا خلا، با خطوط طیفی انتخاب شده مناسب برای استفاده با دستورکارهای ویژه باشد. سیستم‌های بازخوانی دیجیتالی یا آنالوگ ممکن است استفاده شوند.

۷ مواد و/یا واکنشگرها

در طول آزمون به جز در موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرهای با درجه خلوص شناخته شده استفاده کنید. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.

۷-۱ آب، از آب درجه ۱ مطابق الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، استفاده کنید.

۷-۲ محلول‌های ذخیره، محلول‌های ذخیره ممکن است خریداری شوند و یا از نمک‌های فلزی یا فلزات با درجه خلوص بسیار بالا تهیه شوند. به غیر از موارد ذکر شده، تمام نمک‌ها باید به مدت یک ساعت در دمای 105°C خشک شوند. بهتر است برای اطمینان از پایداری طولانی مدت در نیتریک اسید رقیق بهتر است محلول‌های ذخیره حاوی تقریباً 1000 mg/l تا 10000 mg/l از عنصر مورد نظر باشند.

۷-۳ استانداردهای کالیبراسیون کاری چند عنصری، استانداردهای کالیبراسیون کاری چند عنصری از محلول‌های ذخیره تک عنصری در سطوح غلظتی مناسب برای هر عنصر تهیه می‌شوند. قبل از آماده‌سازی محلول‌های استاندارد مخلوط، بهتر است هر محلول ذخیره به‌طور جداگانه، به منظور اندازه‌گیری مزاحمت طیفی ممکن یا حضور ناخالصی‌ها آنالیز شود. هنگام تهیه هر محلول استاندارد کالیبراسیون چند عنصری دقت کنید عناصر پایدار و سازگار باشند. مقدار مناسبی از نیتریک اسید غلیظ به کسری از محلول استاندارد ذخیره اضافه کرده و سپس با آب مقطر یون‌زدایی شده به حجم 100 ml برسانید، تا اطمینان حاصل کنید که غلظت نهایی نیتریک اسید، 10% حجمی است. هر محلول استاندارد کالیبراسیون چند عنصری را درون

یک بطری از جنس اتیلن پروپیلن فلئوئوردار شده (FEP^۱) فلئوئوروکربن یا یک بطری جدید پلی اتیلنی نگهداری کنید. از آن جا که غلظت با گذر زمان تغییر می‌کند، توصیه می‌شود محلول‌های استاندارد کالیبراسیون تازه را به میزان مورد نیاز تهیه کنید. محلول‌های استاندارد کالیبراسیون باید در ابتدا با استفاده از یک نمونه کنترل کیفیت پایداری، به صورت هفتگی تصدیق شوند. مقدار واقعی محلول‌های استاندارد کالیبراسیون مورد نیاز هم تابع سازگاری شیمیایی و هم تابع محدودیت سیستم کامپیوتری استفاده شده برای کنترل اسپکترومتر خواهند بود. در صورتی که خط نثری ثانویه با حساسیت پایین برای گسترش محدوده خطی یک یا چند عنصر استفاده شود، ممکن است به محلول‌های کالیبراسیون اضافی نیاز باشد. استفاده از طول موج‌های تجزیه‌ای ویژه فهرست شده در جدول ۱، به عنوان یک الزام مطرح نیست. برخی ترکیبات استاندارد متداول به صورت زیر تهیه می‌شوند.

۱-۳-۷ محلول استاندارد مخلوط I، آلومینیوم، باریوم، کروم، مس، آهن، پتاسیم، منیزیم، منگنز، نیکل و سدیم.

۲-۳-۷ محلول استاندارد مخلوط II، بریلیم، کلسیم، لیتیم، نقره، استرانسیم، توریم، تیتانیم، وانادیم و زیرکونیوم.

۳-۳-۷ محلول استاندارد مخلوط III، بور، کادمیم، کبالت، سرب، فسفر و روی.

۴-۳-۷ استاندارد تک عنصری، به دلیل احتمال بالای مزاحمت طیفی با عناصر دیگر، برای اورانیوم یک محلول استاندارد تک عنصری توصیه می‌شود.

۴-۷ نمونه بررسی مزاحمت، نمونه بررسی مزاحمت از محلول استاندارد ذخیره تک عنصری تهیه می‌شود تا حاوی عناصر و غلظت‌های مناسب با نوع نمونه، باشد.

۵-۷ شاهد کالیبراسیون، شاهد کالیبراسیون را با افزودن یک حجم از نیتریک اسید (وزن مخصوص ۱/۴۲) به نه حجم آب مقطر یون‌زدایی شده تهیه کنید. به منظور استفاده از شاهد استاندارد برای شستشوی سیستم بین استانداردها و نمونه‌ها، مقدار کافی از آن را تهیه کنید.

۶-۷ شاهد واکنشگر، شاهد واکنشگر باید حاوی همه واکنشگرها بوده و حجم آن با حجم‌های استفاده شده در فرآوری نمونه‌ها یکسان باشد. شاهد واکنشگر باید در کل روش کار استفاده شده و حاوی غلظت‌های یکسانی از اسید در محلول نهایی به عنوان محلول نمونه استفاده شده برای آنالیز باشد.

۷-۷ نیتریک اسید غلیظ (HNO₃)، با وزن مخصوص ۱/۴۲

۸-۷ نیتریک اسید ۱۰٪ حجمی، یک حجم نیتریک اسید غلیظ (وزن مخصوص ۱/۴۲) را با ۹ حجم آب مقطر یون‌زدایی شده مخلوط کنید.

۸ کالیبراسیون و استانداردسازی

۸-۱ پس از گرم کردن نمونه به مدت حداقل ۳۰ دقیقه، اسپکترومتر را مطابق با دستورکارهای کتابچه راهنما راه اندازی کنید.

۸-۲ دستگاه را با مکش شاهد و استانداردها، کالیبره کنید. هنگامی که شاهد کالیبراسیون (HNO_3 ۱۰٪ حجمی) مکش می‌شود، بهتر است اجازه دهید زمان شستشو با جریان سریع^۱ تقریباً ۱٫۵ دقیقه تا ۲ دقیقه بین استانداردها انجام شود. کامپیوتر شیب، عرض از مبدا و آمار همبستگی را برای هر عنصر ایجاد می‌کند. طول موج‌های تجزیه‌ای پیشنهادی در جدول ۱ فهرست شده است.

۸-۳ برای به حداقل رساندن مزاحمت‌های فیزیکی ناشی از تغییرات در فرایندهای انتقال نمونه (به سبب تغییرات در ویسکوزیته و غلظت نمونه) ممکن است لازم باشد از یک پمپ پرستالتیک متصل به مه‌پاش‌های خاص استفاده شود.

۹ آماده‌سازی نمونه

۹-۱ نمونه‌های شفاف که بدون مواد جامد هستند و دارای $\text{pH} < 5$ می‌باشند، نیازی به پیش تصفیه ندارند.

۹-۲ برای نمونه‌هایی که حاوی مواد جامد حل نشده می‌باشند، به صورت زیر عمل کنید:

۹-۲-۱ مقدار ۱۰ ml از نمونه به خوبی مخلوط شده را به بشر ۱۰۰ ml انتقال دهید و ۱۰ ml از HNO_3 (وزن مخصوص ۱٫۴۲) به آن اضافه کنید.

یادآوری ۱- این روش آزمون برای آنالیز محلول‌های حاوی نیتریک اسید ۱۰٪ (حجمی/حجمی) است و می‌توان آن را به صورتی که برای اسید معدنی دیگری با غلظت متفاوت نیز استفاده شود، اصلاح کرد. آزمون‌گر باید پارامترهای عملیاتی و دقت و انحراف را تحت شرایط اصلاح شده تعیین کند.

۹-۲-۲ نمونه را تا زمانی که حجم آن کم‌تر از ۲ ml شود، روی صفحه داغ حرارت دهید.

۹-۲-۳ محتویات بشر را درحالی‌که ذرات جامد حل نشده را با کاغذ صافی سلولزی شسته شده با اسید و اندازه منفذ $2/5 \mu\text{m}$ یا نوع معادل صاف کنید، به طور کمی به بشر ۱۰۰ ml منتقل کنید. ۱۰ ml نیتریک اسید (وزن مخصوص ۱٫۴۲) را اضافه کرده و با آب مقطر یون زدایی شده رقیق کرده و به حجم برسانید.

۹-۳ روغن‌ها و نمونه‌های پسماند روغنی باید مطابق استاندارد ASTM C 1234 تهیه شوند.

۱۰ روش انجام آزمون

۱۰-۱ نمونه‌های تهیه شده مطابق بند ۹ را با استفاده از شرایط نمونه یکسان با روش کار کالیبراسیون به درون ICP-AES کالیبره شده مکش کنید.

۱۰-۲ استانداردهای بررسی دستگاه (از یکی از استانداردهای کاری)، شاهد‌ها و یک نمونه کنترل داخلی هضم شده را در تواتر ۱۰٪ یا بهتر آنالیز کنید. نتایج استانداردهای بررسی دستگاه در حدود $\pm 10\%$ و نمونه‌های کنترل داخلی در محدوده حدود انحراف ایجاد شده قرار می‌گیرند. چنانچه نتایج از این حدود تجاوز کردند، علت را بررسی کرده و روش کار را تصحیح کنید.

۱۰-۳ نمونه‌های میدانی را به‌صورت دوتایی تهیه کنید. هر دو نمونه را آنالیز کنید. نمونه‌های دوتایی را با انحلال کامل و روش کار آنالیز در تواتر ۱۰٪ یا بهتر آماده کنید. نتایج در محدوده حدود انحراف ایجاد شده قرار می‌گیرند. چنانچه نتایج از این حدود بیش‌تر شدند، علت را بررسی کرده و روش کار را تصحیح کنید. داده‌های آنالیز دوتایی، میزانی از تجدیدپذیری شامل نمونه برداری و آنالیز می‌باشند. این داده‌ها تنها در وضعیتی که اطمینان حاصل شود نمونه همگن است، کاربرد دارند.

یادآوری- تعداد بسیار زیادی از نمونه‌های پسماند همگن نخواهند بود و نمونه‌های میدانی دوتایی ممکن است در محدوده ایجاد شده قرار نگیرند. این وضعیت را در گزارش آزمون ذکر کنید.

۱۰-۴ نمونه بررسی مزاحمت را در ابتدا و انتهای هر آزمون نمونه یا حداقل دو بار در هشت ساعت شیفت کاری، برای هر کدام که بیشتر تکرار می‌شود، آنالیز کنید. این نمونه بررسی بهتر است دربرگیرنده غلظت‌های نسبی بالا از عناصری که انتظار می‌رود به میزان قابل توجهی در نمونه‌های پسماند حضور داشته باشند و گونه‌های مزاحم شناخته شده (برای مثال آلومینیم، آهن، کروم، اورانیوم، وانادیم و غیره) باشند. توصیه می‌شود به‌منظور ارزیابی کیفیت تصحیحات مزاحمت، تمام عناصر دیگر در سطوح نسبتاً پایین حضور داشته باشند.

۱۰-۵ برای محاسبه غلظت هر عنصر در نمونه جریان پسماند، از داده‌های تصحیح شده مزاحمت و زمینه استفاده کنید. کامپیوتر این محاسبات را که شامل ضریب رقیق سازی است، محاسبه می‌کند.

۱۱ دقت و انحراف

۱۱-۱ جدول ۳ نشان دهنده داده‌های متداول برای آنالیز یک نمونه پسماند شبیه سازی شده، که برای ارزیابی دقت و انحراف استفاده شد، می‌باشد. نمونه شبیه سازی شده از اسپایک^۱ HNO₃ ۱۰٪ حجمی با غلظتی از عناصر فهرست شده در جدول ۳، تهیه شد. نمونه پسماند شبیه سازی شده تهیه شد و به عنوان یک نمونه معمولی با تکرار یک نمونه در هفته، آنالیز شد.

۱۱-۲ نتایج آنالیز یک کنترل مجهول^۱ استفاده شده برای ارزیابی دقت بافت یک نمونه متداول، در جدول ۴ ارائه شده است. مجموعه‌ای از مواد پسماند برای پردازش به عنوان کنترل ذخیره شد و نمونه کنترل با تکرار یک نمونه در هفته، تهیه و آنالیز شد.

جدول ۳- تخمین دقت و انحراف

عنصر	n	مقدار پذیرفته شده (mg/l)	میانگین غلظت (mg/l)	انحراف استاندارد	% انحراف استاندارد نسبی	میانگین انحراف پذیرفته شده	% انحراف پذیرفته شده / انحراف × ۱۰۰
بریلیم	۳۹	۱۰/۰	۹/۷۲	۰/۶۸۲	۷/۰۲	-۰/۲۸۰	-۲/۸۰
بور	۳۵	۳۰/۰	۲۹/۲	۱/۸۵	۶/۳۳	-۰/۷۷۸	-۲/۵۹
کادمیم	۳۴	۱۰/۰	۹/۹۳	۰/۶۰۸	۶/۱۲	-۰/۰۶۶	-۰/۶۶۰
کلسیم	۳۹	۵۰/۰	۵۲/۶	۳/۲۶	۶/۲۰	۲/۶۱	۵/۲۲
کبالت	۳۵	۱۰/۰	۹/۸۳	۰/۸۶۸	۸/۸۳	-۰/۱۷۳	-۱/۷۳
سرب	۳۴	۱۰/۰	۹/۶۲	۰/۷۷۸	۸/۰۹	-۰/۳۷۶	-۳/۷۶
فسفر	۳۴	۳۰/۰	۳۰/۶	۲/۹۴	۹/۶۱	-۰/۵۹۲	۱/۹۷
نقره	۳۹	۱۰/۰	۹/۵۳	۰/۶۵۳	۶/۸۵	-۰/۴۷۳	-۴/۷۳
استرانسیم	۳۹	۱۰/۰	۹/۹۳	۰/۵۸۵	۵/۸۹	-۰/۰۶۶	-۰/۶۶۰
توریم	۳۹	۲۰/۰	۱۹/۴	۱/۳۴	۶/۹۱	-۰/۶۲۸	-۳/۱۴
تیتانیوم	۳۹	۱۰/۰	۱۰/۱	۰/۶۷۴	۶/۶۷	-۰/۰۵۸	۰/۵۸۰
وانادیم	۳۹	۱۰/۰	۹/۷۴	۰/۶۱۳	۶/۲۹	-۰/۲۶۰	-۲/۶۰
روی	۳۴	۱۰/۰	۹/۹۱	۰/۵۸۳	۵/۸۸	-۰/۰۸۶	-۰/۸۶۰
زیرکونیوم	۳۹	۱۰/۰	۱۰/۲	۰/۶۸۴	۶/۷۱	۰/۱۴۶	۱/۴۶

جدول ۴- تخمین دقت (کنترل مجهول)

عنصر	n	میانگین غلظت (mg/l)	% انحراف استاندارد نسبی
آلومینیوم	۱۹	۴۹۸٫۰	۲٫۳۰
باریم	۱۸	۱٫۵۲	۳٫۸۱
بریلیم	۱۹	۰٫۱۵۹	۷٫۰۴
بور	۱۸	<۰٫۰۴	۰۰۰
کادمیم	۱۸	۰٫۴۰۷	۶۲٫۷
کلسیم	۱۸	۱۳۹۰٫۰	۳٫۸۶
کروم	۱۹	۴٫۴۷	۷٫۶۲
کبالت	۱۷	۰٫۲۲۴	۹٫۸۶
مس	۱۹	۲۵٫۸	۶٫۴۹
آهن	۱۹	۷۶۱۰٫۰	۵٫۴۶
سرب	۱۹	۴٫۱۱	۱۵٫۱
لیتیم	۱۸	۱٫۸۱	۴٫۲۵
منیزیم	۱۸	۸۹٫۵	۳٫۰۹
منگنز	۱۸	۲۰٫۶	۳٫۶۷
نیکل	۱۸	۲۵٫۷	۴٫۴۳
فسفر	۱۷	۲۱٫۷	۱۰٫۵۰
پتاسیم	۱۹	۳۶۹٫۰	۵٫۳۲
نقره	۱۷	۰٫۱۱۷	۱۹٫۲
سدیم	۱۹	۸۰٫۹	۲٫۸۰
استرانسیم	۱۸	۰٫۸۲۱	۶٫۹۸
توریم	۱۹	<۲٫۰	۰۰۰
تیتانیوم	۱۹	۱٫۹۰	۶٫۱۹
وانادیم	۱۹	۰٫۸۷۱	۶٫۱۴
روی	۱۹	۴۹٫۸	۳٫۶۳
زیرکونیم	۱۷	۶٫۷۹	۵٫۵۵