

INSO
19425
1st.Edition
2015



استاندارد ملی ایران
۱۹۴۲۵
چاپ اول
۱۳۹۳

اندازه‌گیری مقادیر ناچیز فلزات در
سوخت‌های توربین گازی به روش
اسپکتروسکوپی جذب اتمی و نشر شعله‌ای

**Detemination of trace metals in gas
turbine fuels by atomic absorption
and flame emission spectroscopy**

ICS:75.160.20

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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند 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 می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی 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 می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و سایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاهای کالیبراسیون (واسنجی) و سایل 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

« اندازه‌گیری مقادیر ناچیز فلزات در سوخت‌های توربین گازی به روش اسپکتروسکوپی جذب اتمی و نشر شعله‌ای »

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

رئیس:

جواهریان، محمد
(دکتری شیمی)

دبیر:

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

ابراهیمی‌زاده، وحید
(فوق لیسانس مکانیک)

کارشناس شرکت ملی حفاری

حاتمی، امیر
(دکتری شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

سرپرست و مدیر فنی آزمایشگاه پتروشیمی
شهید تندگویان

دریابر، افسانه
(فوق لیسانس شیمی)

مدر کنترل کیفی شرکت نفت پاسارگاد

دستوری رزاز، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد شرکت ملی حفاری

دهدشتی‌زاده، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد مرکز تحقیقات دانشکده نفت

رضایی‌نژاد، رامش
(فوق لیسانس شیمی)

رییس واحد مهندسی فراورده‌های شرکت
ملی پخش فراورده‌های نفتی منطقه اهواز

ظهوری‌فر، علیرضا
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

فتحی نیا، مهندز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

محمودی، اکرم
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پتروفناوری آسه

مسلمی، علی اصغر
(لیسانس شیمی کاربردی)

رئیس آزمایشگاه پتروشیمی فجر

مکوندی، علی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گسترش

بردیا

پیش گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری مقادیر ناچیز فلزات در سوخت‌های توربین گازی به روش اسپکتروسکوپی جذب اتمی و نشر شعله‌ای " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیاپژوهش شریف تهیه و تدوین شده و در چهل و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۹۳/۱۲/۹ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه 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 موقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D 3605 : 2011, Standard Test Method for Trace Metals in Gas Turbine Fuels by Atomic Absorption and Flame Emission Spectroscopy

اندازه‌گیری مقادیر ناچیز فلزات در سوخت‌های توربین گازی به روش اسپکتروسکوپی جذب اتمی و نشر شعله‌ای

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 سدیم، سرب، کلسیم و وانادیم در سوخت‌های با درجه 1-GT و 2-GT (مطابق استاندارد ASTM D 2880) در گستره 1 mg/l تا 20 mg/l است. این استاندارد برای اندازه‌گیری فلزات محلول در روغن کاربرد دارد و برای آلوده‌کننده‌های آب پایه در محلوط‌های روغن-آب کاربرد ندارد.

اگاهی از حضور فلزات ناچیز در سوخت‌های توربین گازی کاربر را قادر می‌سازد تا عملکرد مناسب را پیش‌بینی کرده و در موارد لزوم، اقدامات مناسب برای جلوگیری از خوردگی را انجام دهد.

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.
درصورتی 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 موردنظر است.
استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی

2-2 ASTM D 2880, Specification for Gas Turbine Fuel Oils

۳ اصول آزمون

نمونه‌ها برای انطباق با الزامات روش افزایش‌های استاندارد، آماده می‌شوند. افزایش‌های استاندارد برای مرتفع کردن مشکلات پیش رو در آنالیز مستقیم سوخت‌های توربین گازی نوعی که تغییرات معنی‌داری در خواص فیزیکی نشان می‌دهند، انتخاب می‌شوند. مقادیر مختلف ولی معلومی از آنالیت به دو بخش از نمونه اضافه می‌شود. اینها به همراه نمونه تغییر نیافته، در شعله دستگاه جذب اتمی که جذب نور را به وسیله فلزات اتمی شده اندازه‌گیری می‌کند، می‌سوزند. آنالیز بخش‌های نمونه با آنالیت اضافه شده، اطلاعات کالیبراسیون لازم برای محاسبه مقدار آنالیت نمونه تغییر نیافته را تامین می‌کند.

سرب با جذب اتمی در شعله هوا-استیلن پیش محلوت و سدیم با جذب اتمی یا نشر اتمی در شعله هوا-استیلن پیش محلوت اندازه‌گیری می‌شود. کلسیم و وانادیم با جذب اتمی یا نشر اتمی در شعله نیتروز اکسید-استیلن پیش محلوت اندازه‌گیری می‌شود.

اغلب تجربیات این روش آزمون با حالت جذب اتمی بوده است، هر چند نشر شعله‌ای نیز به صورت موفقیت آمیزی استفاده شده است. جزییات بندهای بعدی برای حالت جذب اتمی نوشته شده است. اگر حالت نشر شعله‌ای استفاده شود، جزییات کمی در بندهای بعدی باید برای انطباق با آین کار اسپکتروسکوپی نشر شعله‌ای تغییر کند. بیانات دقت تنها برای حالت جذب اتمی به کار می‌رود.

یادآوری-بعضی از مصرف کنندگان سوخت GT تمایل دارند علاوه بر دیگر فلزات این استاندارد، پتانسیم را نیز اندازه‌گیری کنند. پتانسیم می‌تواند به روش مشابه با روش اندازه‌گیری سدیم با استفاده از یک لامپ کاتدی توخالی پتانسیم (مگر آن که حالت نشر شعله‌ای استفاده شود)، طول موج $766\text{,}4\text{ mm}$ و یک استاندارد ارگانوپتانسیم مناسب اندازه‌گیری شود. دادهای دقت برای پتانسیم تعیین نشده‌اند.

۴ وسائل

۱-۴ اسپکتروفوتومتر جذب اتمی، قادر به اندازه‌گیری تابش در گستره طول موج nm ۲۸۰ تا ۶۰۰ دستگاه باید قادر به اندازه‌گیری سیگنال‌های سطح پایین (حدود ۱٪ جذب یا $0\text{,}004\text{ mg/l}$ واحد جذب بر وانادیم باشد). دستگاه همچنین باید به صورت زیر مجهز شود.

۱-۱-۴ مشعل، با مهپاش متغیر و منبع اکسید کننده کمکی برای کاهش جذب غیر اتمی هیدروکربن‌های نسوخته که مزاحمت ایجاد می‌کنند.

۱-۱-۱-۴ سر مشعل، قادر به حفاظت از شعله نیتروز اکسید-استیلن

۱-۱-۲-۴ سر مشعل، با شیار منفرد یا چندگانه قادر به حفاظت از شعله هوا-استیلن

۱-۲-۱-۴ سیستم تشخیص الکترونیکی، قادر به قرائت با تقریب ۰,۱٪ جذب یا $0\text{,}0004$ مقدار جذب در اینجا اندازه‌گیری سیگنال‌های جذب که یا درصد جذب است یا مقدار جذب شرح داده می‌شود. برای دستگاه‌هایی که درصد جذب را قرائت می‌کنند، سیگنال‌های جذب $0,1\%$ جذب باید قابل اندازه‌گیری باشند. برای دستگاه‌هایی که مقدار جذب را قرائت می‌کنند، سیگنال‌های مقدار جذب $0,0004$ باید قابل اندازه‌گیری باشند.

۱-۳-۱-۴ منبع نیروی لامپ کاتدی توخالی، تنظیم شده با حداقل انحراف

۱-۴ تکفامساز، قادر به تفکیک دوتایی وانادیم در طول موج nm ۳۱۸,۳۴ و ۳۱۸,۴۰ از خط وانادیم در طول موج nm ۳۱۸,۵۴

۱-۵-۴ لامپ‌های کاتدی توخالی، هریک برای کلسیم، سدیم، سرب و وانادیم

یادآوری-لامپ‌های تخلیه بدون الکترود می‌توانند یک جایگرین قابل قبول باشند، ولی دقت این روش آزمون با لامپ‌های کاتدی توخالی تعیین شده است.

۱-۶-۴ وقتی دستگاه قابلیت نشر شعله‌ای را دارد، تکنیک نشر می‌تواند برای آنالیزهای سدیم، کلسیم و وانادیم استفاده شود.

۲-۴ بالنهای حجم‌سنگی، با ظرفیت ml ۲۵

۳-۴ ویال‌های شیشه‌ای، با ظرفیت ml ۴۰ با درپوش پیچی آستردار پلی اتیلنی

۴-۴ سرنگ، با ظرفیت 1 ml ، نوع هامیلتون^۱ یا معادل

۵ مواد و/یا واکنشگرها

در تمامی آزمون‌ها به جز در موارد ذکر شده، باید از مواد شیمیایی با درجه خلوص واکنشگر استفاده شود. درجات دیگر ممکن است استفاده شوند، به شرط آنکه اول مشخص شود که خلوص واکنشگر به اندازه کافی بالا بوده و استفاده از آن موجب کاهش درستی اندازه‌گیری نمی‌شود.

۵-۱ ۴،۳،۲،۱-تتراهیدرونفتالن، از درجه عملی، استریل آنالیت

یادآوری-استریل آنالیت ۱،۲،۳،۴-تتراهیدرونفتالن می‌تواند با استخراج یک قسمت تترالین با یک قسمت مساوی هیدروکلریک اسید در یک ویال با درپوش پیچی پوشش دار آماده شود. ویال را روی حمام بخار به مدت یک ساعت حرارت داده و به مدت یک ساعت تکان دهید. اگر ۴،۳،۲،۱-تتراهیدرونفتالن استخراج شده با اسید و ۴،۳،۲،۱-تتراهیدرونفتالن استخراج نشده با اسید برای هر یک ازانالیت‌ها، تحت شرایط تجربی بهینه، سیگنال‌های جذبی غیرقابل تمایزی بدنهند، ۴،۳،۲،۱-تتراهیدرونفتالن استخراج نشده می‌تواند در طول این روش آزمون استفاده شود.

۶-۵ استانداردهای آلی فلزی، نمک‌های محلول در روغن سدیم، سرب، کلسیم و وانادیم با غلظت‌های معلوم

۶-۵ استانداردهای مخلوط، با حل کردن مقدار مناسبی از استانداردهای آلی فلزی در ۴،۳،۲،۱-تتراهیدرونفتالن و انجام رقیق‌سازی‌های مورد نیاز، یک استاندارد مخلوط حاوی 250 mg/l سدیم، سرب، کلسیم و وانادیم آماده کنید. استانداردها را در صورت نیاز، روزانه به صورت تازه تهیه کنید.

۶ نمونه‌برداری

۱-۶ نمونه‌ها را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ به دست آورید.

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ دو بالن حجم‌سنجی 25 ml تمیز را تا خط نشانه با نمونه پر کنید. با سرنگ میکرولیتر، $1\text{ }\mu\text{l}$ استاندارد مخلوط را به یک بالن و 1 ml 100 mg/l را به بالن دیگر اضافه کنید. سوزن سرنگ را به دیواره داخلی بالن تماس دهید تا از انتقال کمی استاندارد اطمینان یابید. بالن‌ها را وارونه کرده و محتويات را مخلوط کنید (دو بالن در حال حاضر با 0.5 mg/l و 1.0 mg/l سدیم، سرب، کلسیم و وانادیم اسپایک شده‌اند). به طور جایگزین، g $25/0$ نمونه را درون هر یک از دو ویال شیشه‌ای یکبار مصرف تمیز وزن کرده و استاندارد را به روشی مشابه اضافه کنید. (دو بالن در حال حاضر با 0.5 mg/kg و 1.0 mg/kg سدیم، سرب، کلسیم و وانادیم اسپایک شده‌اند).

۷-۲ یک نمونه اسپایک شده سوم با افزایش حدود 1 ml استاندارد مخلوط به حدود 25 ml نمونه تهیه کنید. این محلول تنها به منظور کمک در ایجاد شرایط کاری رضایت‌بخش برای دستگاه جذب اتمی به کار می‌رود.

۳-۷ شرایط کاری دستگاه جذب اتمی را که توسط سازنده توصیه شده است برقرار کرده و نکات ویژه زیر را در نظر بگیرید. حالت، گازهای شعله و خطوط طیفی را از اطلاعات ارائه شده در جدول ۱ انتخاب کنید.

جدول ۱- شرایط تجربی

عنصر	حالت	طول موج nm	سوخت	اکسید کننده
سدیم	جذب	۵۸۹/۶	استیلن	هوای
سدیم	نشر	۵۸۹/۶	استیلن	هوای
سرب	جذب	۲۸۳/۳	استیلن	هوای
کلسیم	جذب	۴۲۲/۷	استیلن	نیتروزاکسید
کلسیم	نشر	۴۲۲/۷	استیلن	نیتروزاکسید
وانادیم	جذب	۳۱۸/۴۰ ۳۱۸/۳۴ نا	استیلن	نیتروزاکسید
وانادیم	نشر	۴۳۷/۹	استیلن	نیتروزاکسید

۴-۷ آنالیز

۱-۴-۷ با دستگاه جذب اتمی در حال کار برای پایش جذب سرب و با مهپاشی ۱،۲،۳،۴-تراهیدرونفتالن، دستگاه را صفر کنید. نمونه اسپایک شده سوم شرح داده شده در بند ۲-۷ را داخل شعله، مکش کرده و سیگنال جذب سرب خالص را یادداشت کنید. با تنظیم موقعیت مشعل (نسبت به پرتو کاتدی توخالی)، سرعت جریان گازهای سوخت و اکسید کننده و سرعت مکش نمونه، شرایط تجربی را بهینه کنید تا سیگنال جذب سرب خالص، حداکثر شود. با مهپاشی ۱،۲،۳،۴-تراهیدرونفتالن، دستگاه را دوباره صفر کنید و نمونه تغییر نیافته و دو نمونه اسپایک شده را با مهپاشی ۱،۲،۳،۴-تراهیدرونفتالن بین هر نمونه، به طور متوالی در شعله وارد کنید. سیگنال جذب هر نمونه و هر شاهد بین نمونه‌ها را ثبت کنید.

۲-۴-۷ در شرایط تجربی بهینه، غلظت آنالیت که برای٪ ۱ جذب تخمین زده می‌شود، باید حدود ۱ mg/l باشد. نسبت درصد جذب به غلظت باید به منظور دست یافتن به حد تشخیص‌های پایین‌تر مورد نیاز، نزدیک به ۱ باشد. این مورد برای اندازه‌گیری‌های نشر شعله‌ای کاربرد ندارد.

۳-۴-۷ با دستگاه جذب اتمی در حال کار برای پایش جذب وانادیم و با مهپاشی ۱،۲،۳،۴-تراهیدرونفتالن، دستگاه را صفر کنید. نمونه اسپایک شده سوم شرح داده شده در بند ۲-۷ را درون شعله مکش کنید. سیگنال جذب وانادیم خالص را ثبت کنید. شرایط تجربی را مطالق بند ۱-۴-۷ بهینه کنید. با مهپاشی ۱،۲،۳،۴-تراهیدرونفتالن دستگاه را دوباره صفر کنید و نمونه تغییر نیافته و دو نمونه اسپایک شده را به طور متوالی در شعله وارد کنید. سیگنال جذب هر نمونه و هر شاهد ۱،۲،۳،۴-تراهیدرونفتالن بین نمونه‌ها را ثبت کنید.

۴-۷ با دستگاه جذب اتمی در حال کار برای پایش جذب سدیم، با مهپاشی ۱،۲،۳،۴-تراهیدرونفتالن دستگاه را دوباره صفر کنید و نمونه تغییر نیافته و دو نمونه اسپایک شده را به طور متوالی در شعله وارد کنید. سیگنال جذب هر نمونه و هر شاهد ۱،۲،۳،۴-تراهیدرونفتالن بین نمونه‌ها را ثبت کنید.

یادآوری- برای تعیین سدیم و کلسیم، به حداکثر رساندن سیگنال‌های جذب یا نشر، بحرانی نیست.

۴-۷ با دستگاه جذب اتمی در حال کار برای پایش جذب کلسیم، دستگاه را دوباره صفر کنید و نمونه تغییر نیافته و دو نمونه اسپایک شده را به طور متوالی در شعله وارد کنید. سیگنال جذب هر نمونه و هر شاهد ۱،۲،۳،۴-تراهیدرونفتالن بین نمونه‌ها را ثبت کنید.

۸ محاسبات

۱-۸ برای هر سیگنال جذب، سیگنال جذب خالص را از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$a = A - [(b_1 + b_2) / 2] \quad (1)$$

که در آن :

a سیگنال جذب خالص؛

A سیگنال جذب مشاهده شده؛

b_1 سیگنال شاهد پیش از نمونه؛

b_2 سیگنال شاهد پس از نمونه.

یادآوری- تصحیحات شاهد معمولاً کوچک هستند. در صورت مشاهده انحراف بزرگ در سیگنال‌های شاهد در طول مجموعه‌ای از اندازه‌گیری‌ها، بعضی از پارامترهای تجربی خارج از کنترل است. دلیل تغییر را باید تصحیح کرده و اندازه‌گیری‌ها را تکرار کرد.

۲-۸ برای هر عنصر به ترتیب حساسیت‌ها را با روابط ۳، ۲ و ۴ محاسبه کنید.

$$S_{0.5} = 2(a_1 - a_2) \quad (2)$$

$$S_{1.0} = (a_3 - a_2) \quad (3)$$

$$S = (S_{0.5} + S_{1.0}) / 2 \quad (4)$$

که در آن :

$S_{0.5}$ حساسیت برای نمونه اسپایک شده با $1/5\text{ mg/l}$ ؛

$S_{1.0}$ حساسیت برای نمونه اسپایک شده با $1/10\text{ mg/l}$ ؛

S حساسیت میانگین؛

a_1 سیگنال جذب خالص برای نمونه اسپایک شده با $1/5\text{ mg/l}$ ؛

a_2 سیگنال جذب خالص برای نمونه تغییر نیافته؛

a_3 سیگنال جذب خالص برای نمونه اسپایک شده با $1/10\text{ mg/l}$.

۳-۸ نسبت حساسیت‌ها، R ، را با استفاده از رابطه ۵ به دست آورید.

$$R = S_{1.0} / S_{0.5} \quad (5)$$

اگر R خارج از گستره $0.90 \leq R \leq 1.10$ قرار گیرد، داده‌ها خطی نیستند. شرایط تجربی را مجدداً تنظیم و آنالیز را تکرار کنید.

۴-۸ غلظت هر عنصر را با استفاده از روابط ۶ و ۷ به دست آورید.

$$mg / l = a_2 / S \quad (6)$$

$$mg / kg = a_2 / (S \times d) \quad (7)$$

که در آن :

d چگالی نمونه بر حسب گرم بر میلی‌لیتر است.

۹ بررسی‌های کنترل کیفیت (QA/QC)

۱-۹ چنانچه پروتکلهای QA/QC قبلاً در تسهیل آزمون برقرار شده باشند، ممکن است برای تایید قابلیت اعتبار نتایج آزمون استفاده شوند.

۲-۹ از آنجایی که مواد مرجع برای بافت‌های گوناگون در دسترس نیستند و از افزایش‌های استاندارد استفاده می‌شود، تنها بررسی کنترل کیفیت به صورت عملی، تصدیق درستی استاندارد آلی فلزی در بند ۲-۵ است. یک منبع مستقل این استاندارد باید به دست آید و یک نمونه در طول آنالیز با استفاده از استاندارد منبع دوم به عنوان افزایش معلوم، انجام شود. نتایج این روش آزمون می‌تواند با نتیجه نمونه اصلی با استفاده از مواد استاندارد اصلی برای تصدیق درستی مقایسه شود.

۱۰ دقیقت و انحراف

۱-۱۰ دقیقت این روش آزمون که از بررسی‌های آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی به دست آمده است به شرح زیر است.

۱-۱۱ تکرار پذیری، اختلاف بین نتایج آزمون متوالی که توسط آزمون‌گر یکسان، با وسایل یکسان، تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان، در طولانی مدت و عملیات معمول و صحیح روش آزمون به دست آمده است، فقط در یک مورد از بیست مورد از مقادیر زیر بیشتر نمی‌شود.

عنصر تکرار پذیری

وآنادیم $0.452^{1/2}$ (غلظت)

سرب $0.244^{1/2}$ (غلظت)

کلسیم $0.202^{1/2}$ (غلظت)

سدیم $0.232^{1/2}$ (غلظت)

۲-۱-۱۰ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل که توسط آزمون‌گرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های متفاوت، روی مواد آزمون یکسان، در طولانی مدت و عملیات معمول و صحیح روش آزمون به دست آمده است، فقط در یک مورد از بیست مورد از مقادیر زیر بیشتر می‌شود.

عنصر	تجددپذیری
وانادیم	۰,۶۱۶ ^{۱/۷} (غلظت)
سرب	۰,۹۰۰ ^{۱/۷} (غلظت)
کلسیم	۰,۴۰۲ ^{۱/۷} (غلظت)
سدیم	۰,۷۳۸ ^{۱/۷} (غلظت)

یادآوری- تکرارپذیری و تجدیدپذیری بالا بر اساس گستره غلظتی 1 mg/l تا $0,1\text{ mg/l}$ بوده و تنها برای حالت جذب اتمی به کار می‌روند.

۲-۱۰ انحراف، از آنجایی که مواد مرجع مناسب حاوی سطوح معلومی از وانادیم، سرب، کلسیم و سدیم در دسترس نیستند، اریبی این روش آزمون را نمی‌توان تعیین کرد.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۱ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۱ هر گونه جزئیات ضروری برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۳-۱۱ نتایج آزمون برای هر عنصر با تقریب 1 mg/l ؛
- ۴-۱۱ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛
- ۵-۱۱ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛
- ۶-۱۱ تاریخ انجام آزمون؛
- ۷-۱۱ نام و امضای آزمون‌گر.