



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of
Iran



استاندارد ملی ایران

۸۶۵۰

چاپ اول

ISIRI

8650

1st . Edition

**کیفیت آب - تعیین آلومینیوم به روش اسپکترومتری
جذب اتمی**

**Water quality - Determination of Aluminium -
Atomic Absorption spectrometric methods**

« بسمه تعالی »

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده‌دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) می‌باشد.


تدوین استاندارد در رشته‌های مختلف توسط کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت می‌گیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت‌ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن‌آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش‌نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می‌شود.


پیش‌نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می‌گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره « ۵ » تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل می‌گردد به تصویب رسیده باشد.


مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد می‌باشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی استفاده می‌نماید.


مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.


همچنین به منظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی‌کنندگان سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره‌کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می‌نماید. ترویج سیستم بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می‌باشد.

نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۱۶۳-۳۱۵۸۵ 


دفتر مرکزی : تهران - ضلع جنوبی میدان ونک، صندوق پستی ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵
 تلفن مؤسسه در کرج : ۰۲۶۱-۲۸۰۶۰۳۱-۸ 

تلفن مؤسسه در تهران : ۰۲۱-۸۸۷۹۴۶۱-۵ 

دورنگار : کرج ۰۲۶۱-۲۸۰۸۱۱۴ - تهران ۰۲۱-۸۸۸۷۱۰۳ - ۸۸۸۷۰۸۰ 

بخش فروش - تلفن : ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ - دورنگار : ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ 

پیام نگار : [Standard @ isiri.or.ir](mailto:Standard@isiri.or.ir) 

بهاء : ۱۸۷۵ ریال 

-  **Headquarters :** Institute Of Standards And Industrial Research Of Iran
- P.O.Box :** 31585-163 Karaj – IRAN
-  **Tel :** 0098 261 2806031-8
-  **Fax :** 0098 261 2808114
- Central Office :** Southern corner of Vanak square, Tehran
- P.O.Box :** 14155-6139 Tehran-IRAN
-  **Tel :** 0098 21 8879461-5
-  **Fax :** 0098 21 8887080, 8887103
-  **Email :** [Standard @ isiri.or.ir](mailto:Standard@isiri.or.ir)
-  **Price :** 1875 RLS

کمیسیون استاندارد " کیفیت آب- تعیین آلومینیوم به روش اسپکترومتری جذب اتمی-

روش آزمون "

رئیس

محبی نوذر، سیده لیلی

(کارشناس ارشد شیمی آلی)

اعضاء

اسماعیل پور، سوسن

(لیسانس شیمی)

اکبرزاده، غلامعلی

(لیسانس شیلات و محیط زیست)

رضوی، سید عبدالله

(فوق لیسانس زبان انگلیسی)

سلیمی زاده، مریم

(لیسانس خاک شناسی)

صادقی پور شیجانی ، معصومه

(فوق لیسانس محیط زیست)

مرتضوی، محمد صدیق

(دکترای شیمی تجزیه)

دبیر

آقاجری، ناصر

(لیسانس تکنولوژی آبزیان)

سمت یا نمایندگی

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

دانشگاه آزاد اسلامی بندرعباس

اداره کل محیط زیست هرمزگان

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان گیلان

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

اعضای شرکت کننده در سیمد و نود و دومین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد

شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۸۴/۱۲/۹

رئیسمیر حبیبی، افتخار السادات
(فوق لیسانس)سمت یا نمایندگی

هیئت علمی دانشگاه الزهرا

اعضاء

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

آقاجری، ناصر
(لیسانس آبیان)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

اسماعیل پور، سوسن
(لیسانس شیمی)

مرکز تحقیقات وزارت کار

بنی اعمام، مهرناز
(لیسانس شیمی)

دانشگاه تربیت معلم

قلی پور، وانیک
(دکتری)

پژوهشکده اکولوژی خلیج فارس و دریای عمان

محبی نودز، سیده لیلی
(فوق لیسانس شیمی)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مهدوی، آذر
(کمک کارشناس)دیبر

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فتحی رشتی، ام البنین
(لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	پیشگفتار
۱	۱- هدف و دامنه کاربرد
۲	۲- مراجع الزامی
۲	۳- تعیین آلومینیوم به روش اسپکترومتری جذب اتمی در شعله استیلن - نیتروز اکساید
۸	۴- تعیین آلومینیوم به روش اسپکترومتری جذب اتمی در کوره گرافیتی
۱۴	۵- دقت
۱۴	۶- گزارش آزمون
۱۵	پیوست الف- اطلاعاتی

پیشگفتار :

الف

استاندارد "کیفیت آب- تعیین آلومینیوم به روش اسپکترومتری جذب اتمی- روش آزمون" ، که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده و در سیصد و نود و دومین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی پلیمر مورخ ۱۳۸۴/۱۲/۹ 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 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 گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ارائه شود، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدید نظر آنها استفاده کرد. در تهیه و تدوین این استاندارد های سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای بین المللی و استانداردهای ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

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

ISO 12020: 1997, Water quality – Determination of Aluminium Atomic Absorption Spectrometric methods.

کیفیت آب- تعیین آلومینیوم به روش اسپکترومتری جذب اتمی - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین مقدار آلومینیوم در آب، با استفاده از دو روش اسپکترومتری جذب اتمی (ASS^۱) شعله و کوره گرافیتی است.

۱-۱ روش شعله AS

این روش برای اندازه‌گیری آلومینیوم، با غلظت‌های ۵ تا ۱۰۰ میلی‌گرم در لیتر کاربرد دارد. غلظت‌های بیشتر را می‌توان با رقیق سازی مناسب نمونه، اندازه‌گیری کرد. با تبخیر (با دقت) و اسیدی کردن (با نیتریک اسید) نمونه، تا جایی که رسوب تشکیل نشود، می‌توان محدوده اندازه‌گیری روش را به غلظت کمتر گسترش داد.

یادآوری - در صورتی که دامنه خطی دستگاه به اندازه کافی وسیع باشد از این روش می‌توان برای اندازه‌گیری غلظت‌های کمتر از ۵ میلی‌گرم در لیتر، استفاده کرد. در غیر این صورت لازم است اندازه‌گیری در کوره گرافیتی انجام شود، که در بند ۴ شرح داده شده است.

در صورتی که اندازه‌گیری آلومینیوم کل لازم باشد باید طبق بند (۳-۵-۳) نمونه را هضم کرد. اگر چه ممکن است سیلیکات‌ها و ترکیبات آلومینیوم اکساید با این روش به طور کامل هضم نشوند.

۲-۱ روش کوره گرافیتی

این روش برای اندازه‌گیری آلومینیوم، با غلظت‌های ۱۰ تا ۱۰۰ میکروگرم در لیتر، در آب‌ها و پساب‌ها، کاربرد دارد. با رقیق سازی یا به کارگیری حجم کمتری از نمونه می‌توان محدوده اندازه‌گیری را تا غلظت‌های بیشتر افزایش داد.

^۱ Atomic Absorption spectrometric

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و یا تجدید نظر، اصلاحیه و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذاً بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و / یا تجدید نظر، آخرین چاپ و / یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸: ۱۳۸۱ آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۳ تعیین آلومینیوم به روش اسپکترومتری جذب اتمی در شعله استیلن-

نیتروز اکساید

۱-۳ مزاحمت‌ها

یون‌های زیر در صورتی که غلظت آن‌ها از غلظت‌های بیان شده در جدول شماره ۱ تجاوز کند می‌توانند در این روش مزاحمت ایجاد کنند.

جدول شماره ۱- غلظت مجاز یون‌های مزاحم

غلظت (میلی گرم در لیتر)	نام یون
۱۰۰۰۰	سولفات
۱۰۰۰۰	کلراید
۱۰۰۰۰	فسفات
۱۰۰۰۰	سدیم
۱۰۰۰۰	پتاسیم
۱۰۰۰۰	منیزیم
۱۰۰۰۰	کلسیم
۱۰۰۰۰	آهن
۱۰۰۰۰	نیکل
۱۰۰۰۰	کیالت
۳۰۰۰	کادمیم
۱۰۰۰۰	سرب
۲۰۰	سیلیکات
۲۰۰۰	فلوئوروبورات
۱۰۰۰	تیتانیم
۳۰۰۰	فلوراید

یادآوری - این غلظت‌ها برای نمونه‌های با اسیدیته زیاد یا محلول‌های با pH کمتر از یک کاربرد دارد. در محلول‌های با اسیدیته کمتر، ممکن است رسوب تشکیل شود.

مقدار کل نمک در محلول مورد اندازه‌گیری نباید بیشتر از ۱۵ گرم در لیتر باشد یا هدایت الکتریکی آن نباید بیشتر از ۲۰۰۰ میلی زیمنس بر متر باشد. برای نمونه‌هایی که تاثیرات ماتریکس^۱ آنها نامعلوم است باید هدایت الکتریکی آنها را اندازه‌گیری نموده و در صورت لزوم رقیق سازی نمونه‌ها یا روش افزایش استاندارد به کار گرفته شود.

¹ - Matrix

۲-۳ اساس روش

نمونه آب پس از اسیدی شدن، به درون شعله حاصل از استیلن- نیتروز اکساید یک اسپکترومتر جذب اتمی پاشیده می‌شود. جذب در طول موج $309/3$ نانومتر اندازه‌گیری و مقدار آلومینیوم محاسبه می‌شود.

۳-۳ مواد لازم

۱-۳-۳ الزامات

فقط از مواد با خلوص تجزیه‌ای^۱ و آب با ویژگی‌های ذکر شده در استاندارد بند ۲-۱ استفاده کنید. مقدار آلومینیوم موجود در آب و مواد مورد مصرف، در مقایسه با کمترین مقدار آلومینیومی که مورد سنجش قرار می‌گیرد باید، بسیار کم باشد.

۲-۳-۳ هیدروکلریک اسید با پگالی ۱/۱۹ گرم در میلی‌لیتر

۳-۳-۳ نیتریک اسید با پگالی ۱/۴۰ گرم در میلی‌لیتر

۴-۳-۳ هیدروژن پراکساید (آب اکسیژنه)، ۳۰ درصد

۵-۳-۳ مملول سزیم کلراید با غلظت ۲۰ گرم در لیتر

$25/3$ گرم سزیم کلراید را در ۱۰۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (بند ۳-۳-۲) حل کنید و با آب (بند ۳-۳-۱) به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۶-۳-۳ مملول ذفیره^۲ آلومینیوم، ۱۰۰۰ میلی‌گرم در لیتر

۱ گرم آلومینیوم با خلوص ۹۹/۹ درصد را در ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (بند ۳-۳-۲) حل کنید. سپس با آب (بند ۳-۳-۱) به حجم یک لیتر برسانید.

همچنین می‌توان محلول ذخیره را با استفاده از محلول‌های استاندارد تجارتی موجود در بازار که دارای $(1/000 \pm 0/002)$ گرم آلومینیوم هستند، تهیه کرد.

۷-۳-۳ مملول استاندارد آلومینیوم، ۱۰۰ میلی‌گرم در لیتر

به وسیله پی پت، ۱۰۰ میلی لیتر از محلول ذخیره آلومینیوم (بند ۳-۳-۶) را درون یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری بریزید و ۱۰ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۳-۳-۳) به آن افزوده و با آب (بند ۳-۳-۱) به حجم برسانید.

^۱ - Analytical grade

^۲ - Stock

۸-۳-۳ مملول‌های کالیبراسیون آلومینیوم

بر اساس غلظت آلومینیوم مورد انتظار در نمونه، از محلول استاندارد آلومینیوم (بند ۳-۳-۷) حداقل ۵ محلول کالیبراسیون، در محدوده غلظت ۵ تا ۵۰ میلی گرم در لیتر، تهیه کنید. برای مثال به شرح زیر عمل کنید:

به وسیله پی پت به ترتیب ۵، ۱۰، ۲۰، ۳۰ و ۵۰ میلی لیتر از محلول استاندارد آلومینیوم (بند ۳-۳-۷) را درون یک سری از بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید. ۲ میلی لیتر محلول سزیم کلراید (بند ۳-۳-۵) به هر یک اضافه کنید. هر یک از این محلول‌ها را با یک میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۳-۳-۳) اسیدی کنید. با آب به حجم رسانده و به هم بزنید. این محلول‌ها، به ترتیب دارای ۵، ۱۰، ۲۰، ۳۰ یا ۵۰ میلی گرم در لیتر آلومینیوم هستند. محلول‌های کالیبراسیون را در روزی که می‌خواهید استفاده کنید، تهیه کنید.

یادآوری - بهتر است از تعداد محلول‌های کالیبراسیون بیشتری در قسمت اصلی محدوده کاری استفاده کنید.

۹-۳-۳ مملول شاهد

به وسیله پی پت یک میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۳-۳-۳) را درون یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و با آب به حجم برسانید. اگر لازم است که نمونه هضم و یا تا حجم کمتر تبخیر شود، بر روی محلول شاهد نیز باید همان مراحل آماده سازی انجام شود.

۱۰-۳-۳ مملول صفر

از آب (بند ۳-۳-۱) به عنوان محلول صفر استفاده کنید. همچنین می‌توان برای صفر کردن دستگاه از محلول شاهد (بند ۳-۳-۹) استفاده کرد. به شرط آنکه مقدار آلومینیوم آن بسیار ناچیز و قابل صرف نظر کردن باشد. محلول صفر نباید در بطریهای از جنس پلی اولفین نگهداری شود (به بند ۳-۵-۱ مراجعه کنید)

وسایل لازم ۳-۴

۳-۴-۱ اسپکترومتر جذب اتمی، مجهز به سیستم تصحیح زمینه و منبع تابش برای سنجش آلومینیوم

۳-۴-۲ منبع گاز استیلن و نیتروز اکساید

فشار استیلن باقیمانده در مخزن نباید هیچگاه کمتر از ۵۰۰ کیلوپاسکال باشد. مقدار نیتروزاکساید - استیلن باید زیاد و برای انجام آزمون کافی باشد.

۳-۴-۳ بالان‌های مجمی با گنجایش ۱۰، ۱۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتر

۳-۴-۴ پی‌پت‌های مجمی ۵، ۱۰، ۲۰، ۳۰ و ۵۰ میلی لیتری

۳-۴-۵ پی‌پت میکرولیتر یا رقیق کننده

۳-۴-۶ بشر ۲۵۰ میلی لیتری

۳-۴-۷ وسایل گرمازا، مثل اجاق برقی

۳-۴-۸ صافی غشایی^۱، با منافذ ۰/۴۵ میکرومتری

۳-۵ آماده‌سازی نمونه

۳-۵-۱ الزامات عمومی

قبل از انجام کار، ظروف شیشه‌ای را با نیتریک اسید گرم و رقیق (۰/۲ مول در لیتر) تمیز کنید سپس با آب (بند ۳-۳-۱) به طور کامل شستشو دهید. نوک پی‌پت‌ها را از نظر احتمال آلودگی آلومینیوم بررسی کنید. نمونه‌ها را درون بطری‌های ساخته شده از مواد پلاستیکی مناسب، جمع آوری کنید. بطری‌های پلی اولفینی نباید استفاده شوند، چون ممکن است دارای مقدار جزئی آلومینیوم باشند. ظروف نمونه را مانند ابزار شیشه‌ای تمیز کنید.

۳-۵-۲ آماده سازی برای تعیین آلومینیوم مملول

به محض جمع آوری نمونه آب آن را به وسیله صافی غشایی با منافذ ۰/۴۵ میکرومتر صاف کنید.

برای پایدار کردن نمونه، به ازای هر ۱۰۰۰ میلی لیتر نمونه آب صاف شده، یک میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۳-۳-۳) به آن بیافزایید.

pH نمونه باید کمتر از ۲ شود. در غیر این صورت اسید بیشتری اضافه کنید.

^۱ - Membrane filter

۳-۵-۳ آماده سازی به روش هضم

بلافاصله بعد از جمع آوری نمونه، به ازای هر ۱۰۰۰ میلی لیتر از نمونه، یک میلی لیتر نیتریک اسید (۳-۳-۳) به آن اضافه کنید.

pH باید کمتر از ۲ شود، در غیر اینصورت اسید بیشتری اضافه کنید.

درون یک بشر، یک میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۳-۳-۳) و یک میلی لیتر هیدروژن پراکساید (بند ۳-۳-۴) به ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه همگن شده اضافه کنید و آن را تا رسیدن به باقیمانده مرطوب، تبخیر کنید. برای جلوگیری، از دست رفتن نمونه هیچگاه نمونه آب را تا خشک شدن کامل تبخیر نکنید.

باقیمانده مرطوب را در یک میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۳-۳-۳) و مقدار کمی آب (بند ۳-۳-۱) حل کنید و سپس به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید. نمونه شاهد را نیز به همین روش آماده کنید.

۳-۵-۴ تهیه محلول نمونه مورد آزمون

۲۰ میلی لیتر از نمونه آب را، که شرح آماده سازی آن در بند ۳-۵-۲ یا بند ۳-۵-۳ آمده است، در یک بالن حجمی ۲۵۰ میلی لیتری بریزید. ۲ میلی لیتر محلول سزیم کلراید (بند ۳-۳-۵) به آن بیافزایید، خوب به هم بزنید و با آب (بند ۳-۳-۱) به حجم برسانید.

برای محلول شاهد و محلول های کالیبراسیون، نیز دقیقاً به همین روش عمل کنید.

۳-۶ روش اجرای آزمون

قبل از اندازه گیری، اسپکترومتر جذب اتمی را طبق دستور العمل سازنده دستگاه تنظیم کنید.

محلول صفر (بند ۳-۳-۱۰) را به درون شعله وارد کرده و دستگاه را صفر کنید. محلول های کالیبراسیون آماده شده طبق بند (۳-۳-۸) را به ترتیب از غلظت کم به زیاد، درون شعله وارد و دستگاه را کالیبره کنید.

پس از وارد کردن هر محلول کالیبراسیون در شعله، صفر دستگاه را مجدداً با محلول صفر (بند ۳-۳-۱۰) تنظیم کنید.

جذب محلول شاهد (بند ۳-۳-۹) و سپس محلول های نمونه (بند ۳-۳-۴) را توسط دستگاه اندازه گیری کنید.

بعد از هر سری نمونه، اغلب بعد از ۱۰ تا ۲۰ بار اندازه گیری، با استفاده از محلول شاهد و یک محلول کالیبراسیون با غلظت متوسط، منحنی کالیبراسیون را کنترل کنید. اگر مقدار آلومینیوم محلول مورد آزمون، بیش از محدوده اعتبار منحنی کالیبراسیون باشد آن را تا حد لازم رقیق کنید.

در محاسبه و بیان نتایج باید میزان رقیق سازی در نظر گرفته شود.

۷-۳ محاسبه و بیان نتایج

با استفاده از اعداد جذب به دست آمده برای محلول‌های کالیبراسیون، منحنی کالیبراسیون را رسم کنید.

غلظت مربوط به جذب محلول نمونه و محلول شاهد را از روی منحنی فوق به دست آورید. غلظت آلومینیوم بر حسب میلی‌گرم در لیتر در نمونه آب، را از معادله (۱) محاسبه کنید.

$$P_A = \frac{(A_s - A_{s_0})V_m}{b \times V_p} \quad (1)$$

(میلی‌گرم در لیتر)

که در آن

A_s جذب محلول مورد آزمون

A_{s_0} جذب محلول شاهد

b شیب منحنی کالیبراسیون

V_p حجم، نمونه آب که برای تهیه محلول مورد آزمون استفاده شده، به میلی‌لیتر

V_m حجم محلول مورد آزمون، به میلی‌لیتر

نتایج باید با دقت یک میلی‌گرم در لیتر و حداکثر با ۲ رقم معنی‌دار بیان شوند

بطور مثال: آلومینیوم ۷ میلی‌گرم در لیتر

آلومینیوم ۳۲ میلی‌گرم در لیتر

۱۴ تعیین آلومینیوم به روش اسپکترومتری جذب اتمی در کوره

گرافیتی

۱-۱۴ مزاحمت‌ها

یون‌های آهن، مس، نیکل، کبالت، کادمیم، سرب، تترافلور و بورات و سیلیکات با غلظت کمتر از

۱۰۰ میلی‌گرم در لیتر و یون‌های سدیم، پتاسیم، کلسیم، کلراید، سولفات، فسفات و استات با

غلظت کمتر از ۱۰۰۰ میلی‌گرم در لیتر در اندازه‌گیری به این روش ایجاد مزاحمت نمی‌کنند.

فلوراید حتی در غلظت‌های پایین نیز منجر به کاهش علامت دریافتی خواهد شد. این موضوع برای فلوراید تا غلظت ۵۰ میکروگرم درلیتر، با تزریق ۱۰ میکرولیتر سولفوریک اسید (بند ۴-۳-۵) بلافاصله بعد از تزریق نمونه، قابل جبران است.

اندازه‌گیری آلومینیوم در مقادیر پایین مستعد آلودگی است زیر آلومینیوم در همه مکان‌ها و طی همه مراحل وجود دارد.

برای اندازه‌گیری نمونه‌هایی با ترکیب نامشخص روش افزایش استاندارد توصیه می‌شود. گرایش^۱ حاصل از جذب نامعلوم می‌تواند با به کارگیری تصحیح زمینه تا حدود زیادی اصلاح شود.

۲-۴ اساس روش

محلولهای مورد آزمون به داخل لوله کوره گرافیتی که در مسیر نور ناشی از اسپکترومتر جذب اتمی قرار دارد، تزریق می‌شوند و جذب آنها در طول موج ۳۰۹/۳ نانومتر اندازه‌گیری می‌شود.

۳-۴ مواد لازم

به بند ۳-۳-۱ مراجعه کنید.

۱-۳-۴ هیدروکلریک اسید، با پگالی ۱/۱۹ گرم در میلی‌لیتر

۲-۳-۴ نیتریک اسید، با پگالی ۱/۴۰ گرم در میلی‌لیتر

۳-۳-۴ هیدروژن پراکساید (آب اکسیژنه) ۳۰ درصد

۴-۳-۴ مملول اصلاح کننده ماتریکس

۵۰۰ میلی‌گرم منیزیم نیترات بدون آب رادر یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری در آب (بند ۳-۳-۱) حل کنید و به حجم برسانید.

۵-۳-۴ سولفوریک اسید، (تقریباً ۱+)

به آرامی و در حال به هم زدن، حجم معینی از سولفوریک اسید غلیظ (۱/۸۴ گرم در میلی‌لیتر) را به همان حجم آب اضافه کنید.

۶-۳-۴ مملول ذخیره آلومینیوم (مملول شماره I)، ۱۰۰۰ میلی‌گرم در لیتر

¹ - Bias

یک گرم آلومینیوم نواری را در ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (بند ۴-۳-۱) حل کرده و در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری با آب (بند ۳-۳-۱) به حجم برسانید. می توان از محلول استاندارد آلومینیوم تجارتي شامل (0.002 ± 0.001) گرم آلومینیوم استفاده کرد.

محلول را درون بطری پلاستیکی نگهداری کنید. بطری های از جنس پلی اولفین قابل استفاده نیستند (به بند ۳-۵-۱ مراجعه کنید).

۷-۳-۴ مملول ذخیره آلومینیوم (مملول شماره II)، ۱۰۰ میلی گرم در لیتر

به وسیله پی پت، ۱۰ میلی لیتر از محلول ذخیره آلومینیوم شماره I (بند ۴-۳-۶) را درون یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید و یک میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲) به آن افزوده و با آب (بند ۳-۳-۱) به حجم برسانید.

محلول را درون بطری پلاستیکی نگهداری کنید بطری های از جنس پلی اولفین ها قابل استفاده نیستند (به بند ۳-۵-۱ مراجعه کنید).

۸-۳-۴ مملول استاندارد آلومینیوم، ۱۰۰۰ میکروگرم در لیتر

به وسیله پی پت، ۱۰ میلی لیتر از محلول ذخیره آلومینیوم شماره II (بند ۴-۳-۷) را درون یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری بریزید، سپس یک میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲) به آن افزوده و با آب (بند ۳-۳-۱) به حجم برسانید.

محلول را در درون بطری پلاستیکی نگهداری کنید. بطری های ساخته شده از جنس پلی اولفین ها قابل استفاده نیستند (به بند ۳-۵-۱ مراجعه کنید).

۹-۳-۴ مملول های کالیبراسیون آلومینیوم

بر اساس غلظت آلومینیوم مورد انتظار در نمونه، حداقل ۵ محلول کالیبراسیون، از محلول استاندارد آلومینیوم (بند ۴-۳-۸) در محدوده غلظتی ۱۰ تا ۱۰۰ میکروگرم در لیتر تهیه کنید. بطور مثال به شرح زیر عمل کنید

به وسیله پی پت، به ترتیب ۱، ۲، ۳، ۴، ۶ و ۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد آلومینیوم (بند ۴-۳-۸) را درون یک سری از بالن های حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید. سپس به هر کدام یک میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲) اضافه کنید و با آب (بند ۳-۳-۱) به حجم برسانید. این محلول ها، به ترتیب دارای ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰، ۶۰ و ۱۰۰ میکروگرم در لیتر آلومینیوم هستند.

محلول‌های کالیبراسیون را دقیقاً قبل از استفاده تهیه کنید. در صورت نیاز، محلول‌های استاندارد دیگری نیز برای بخش اصلی محدوده کاری، تهیه کنید.

۱۰-۳-۴ مملول شاهد

به وسیله پی‌پت یک میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲) را درون یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید و با آب (بند ۳-۳-۱) به حجم برسانید. اگر نمونه هضم شده است، محلول شاهد نیز باید همان مراحل آماده‌سازی را بگذارند.

۱۱-۳-۴ مملول صفر

به شرط آنکه دارای آلومینیوم بسیار ناچیز و قابل صرف‌نظر کردن باشد، از آب (بند ۳-۳-۱) به عنوان محلول صفر استفاده کنید. با محلول شاهد (بند ۴-۳-۱) هم می‌توان دستگاه را صفر کرد.

۱۴-۴ وسایل لازم

اسپکترومتر جذب اتمی مجهز به کوره گرافیتی و، دارای سیستم تصحیح زمینه و منبع تابش برای سنجش آلومینیوم

۲-۴-۴ کوره گرافیتی با قابلیت کنترل

یادآوری - به کارگیری لوله گرافیتی با پوشش پیرولیتیکی و به کارگیری تکنیک سکوا^۱ ارجحیت

دارد.

۳-۴-۴ گاز آرگون

پی‌پت‌های حجمی ۱، ۲، ۵ و ۱۰ میلی لیتری

سایر وسایل، (به بند ۳-۴ مراجعه کنید)

۵-۴ آماده سازی نمونه

مانند بندهای ۳-۵-۲ و ۳-۵-۳ عمل کنید.

^۱ - Plat form

۶-۴ روش اجرای آزمون**۱-۶-۴ الزامات عمومی**

پیش از اندازه‌گیری، اسپکترومتر جذب اتمی را طبق دستورالعمل سازنده دستگاه تنظیم کنید. با محلول صفر (بند ۴-۳-۱۱) دستگاه را صفر کنید. از بطری‌های ساخته شده از پلی اولفین استفاده نکنید (به بند ۳-۵-۱ مراجعه کنید)

۲-۶-۴ کالیبراسیون و اندازه‌گیری مستقیم

فقط در صورتی که یون‌های مزاحم از حدود ذکر شده در بند ۴-۱ تجاوز نکنند. این روش را می‌توان به کاربرد، در غیر این صورت باید از روش افزایش استاندارد طبق بند ۴-۶-۳ استفاده کرد. پیش از هر سنجش، مقدار ۱۰ میکرولیتر از محلول اصلاح کننده ماتریکس (بند ۴-۳-۴) به درون لوله گرافیتی تزریق کنید.

با استفاده از دستورالعمل سازنده دستگاه، به ترتیب جذب‌های مربوط به محلول‌های کالیبراسیون (بند ۴-۳-۹)، محلول شاهد (بند ۴-۳-۱۰) و محلول‌های مورد آزمون آماده شده (بند ۳-۵-۲) یا (بند ۳-۵-۳) را اندازه‌گیری کنید.

در صورت وجود بیش از ۰/۰۵ میکروگرم در لیتر فلوراید، ۱۰ میکرولیتر دیگر از سولفوریک اسید (بند ۴-۳-۵) به درون لوله گرافیتی تزریق کنید. جذب هر محلول را حداقل دو بار اندازه‌گیری کنید.

۳-۶-۴ کالیبراسیون و اندازه‌گیری به روش افزایش استاندارد

یادآوری - با این روش، در بسیاری از موارد، مزاحمت‌های ناشی از ماتریکس از بین می‌رود، به شرط آنکه خطای اضافی دیگری وجود نداشته باشد و مقدار آلومینیوم در محلول‌های مورد آزمون و محلول‌هایی که به روش افزایش استاندارد تهیه شده‌اند، در ناحیه خطی مورد استفاده باشد.

درون ۴ بالن حجمی ۱۰ میلی لیتری، ۰/۱ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲) و ۵ میلی لیتر از محلول نمونه (بند ۳-۵) بریزید. یکی از بالن‌ها را با آب به حجم برسانید.

یادآوری ۱- در محلول‌های که به روش افزایش استاندارد تهیه شده‌اند و نمونه‌هایی که بیش از ۱۰۰ میکروگرم در لیتر آلومینیوم دارند از حجم کمتری استفاده کنید و این تغییر را در محاسبات در نظر بگیرید.

در ۳ بالن باقیمانده، به وسیله پی پت، به ترتیب ۰/۱، ۰/۲ و ۰/۳ میلی‌لیتر از محلول استاندارد آلومینیوم (بند ۴-۳-۸) افزوده و با آب به حجم برسانید.

یادآوری ۲- ۰/۱ میلی‌لیتر محلول استاندارد آلومینیوم (بند ۴-۳-۸) نسبت به حجم نمونه و شاهد (که ۵ میلی‌لیتر است)، معادل ۲۰ میکروگرم در لیتر است.

محلول شاهد (بند ۴-۳-۱۰) را هم به همین ترتیب تهیه کنید. قبل از هر آزمون، ۱۰ میکرولیتر از محلول اصلاح کننده ماتریکس (بند ۴-۳-۴) را درون لوله گرافیتی تزریق کنید. جذب‌ها را به ترتیب، طبق بند (۴-۶-۲)، اندازه‌گیری کنید.

۷-۴ مناسبه

۱-۷-۴ اندازه‌گیری مستقیم

محاسبات را طبق بند ۷-۳ انجام دهید. با این تفاوت که در اینجا غلظت‌های جرمی بر حسب میکروگرم آلومینیوم در هر لیتر نمونه آب است.

۲-۷-۴ اندازه‌گیری به روش افزایش استاندارد

منحنی مقادیر جذب (در محور عرض‌ها) را نسبت به غلظت آلومینیوم (در محور طول‌ها) رسم کنید. جذب اندازه‌گیری شده برای محلول‌های مورد سنجش و محلول‌هایی که با روش افزایش استاندارد تهیه شده‌اند را، به ترتیب افزایش غلظت جرمی وارد کنید. خطی که از این نقاط رسم می‌شود محور طول‌ها را در سمت منفی آن قطع می‌کند که این نقطه غلظت جرمی آلومینیوم را در محلول مورد آزمون نشان می‌دهد. از مقدار فوق، غلظت جرمی آلومینیوم در محلول شاهد را که به همین روش اندازه‌گیری شده کم کنید. حاصل تفاضل آنها، غلظت جرمی آلومینیوم در نمونه آب است.

۸-۴ بیان نتایج

مقادیر باید با دقت یک میکروگرم در لیتر با حداکثر ۲ رقم معنی دار گزارش شوند.
 بطور مثال: آلومینیوم ۴۸ میکروگرم در لیتر

۵ دقت

جزئیات یک سری آزمون بین آزمایشگاهی در پیوست (الف) به طور خلاصه آورده شده است.
 مقادیر بدست آمده از این آزمایش ممکن است برای محدوده غلظتی و ماتریکسی به جز آن چه ذکر شده، کاربرد نداشته باشد.

۶ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد.

- ۱-۶ اشاره به استاندارد ملی که آزمون طبق آن انجام شده
- ۲-۶ مشخصات کامل نمونه آب
- ۳-۶ پهنی آماده سازی نمونه (در صورت انجام شدن)
- ۴-۶ نتایج ، طبق بند (۳-۷) یا بند (۴-۸)
- ۵-۶ هر گونه انحراف از روش تعیین شده در این استاندارد ملی یا هر امری که ممکن است نتایج را تحت تاثیر قرار دهد.

پیوست (الف)

اطلاعاتی

نتایج یک سری آزمون بین آزمایشگاهی

مقادیر به دست آمده از یک سری آزمون بین آزمایشگاهی که در پاییز ۱۹۹۳ در آلمان انجام شده، در جدول (الف - ۱) آورده شده است.

جدول (الف - ۱) - داده‌های مربوط به دقت اندازه‌گیری

CV _R	S _R	\bar{X}	خارج از محدوده	N	L	نمونه
۱/۶	۰/۱۵۹	۹/۷۸	۰	۴۲	۱۵	AA
۱/۰	۲/۰۳	۴۷/۲۹	۷	۴۲	۱۵	AB
۸/۳	۰/۹۳۵۱	۱۱/۳	--	۱۳	۶	BA
۸/۱	۴/۱۵۲۰	۵۱/۵	--	۱۳	۶	BB
تعداد آزمایشگاه‌ها تعداد مقادیر میانگین کل ، به میکروگرم در لیتر انحراف استاندارد تجدید پذیری ، به میکروگرم در لیتر ضریب تغییرات تجدید پذیری ، به درصد آب آشامیدنی، روش شعله آب رودخانه، روش شعله آب رودخانه، روش کوره گرافیتی پساب صنعتی، روش کوره گرافیتی						L N \bar{X} S _R CV _R AA AB BA BB

