



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران
۱۷۷۷۵-۱
تجدید نظر اول
۱۴۰۲

INSO
17775-1
1st Revision
2023
Identical with
ISO 6486-1:
2019

ظروف سرامیکی، ظروف شیشه
سرامیک و ظروف شیشه‌ای
غذاخوری - آزاد شدن سرب و
کادمیوم - قسمت ۱: روش آزمون

**Ceramic ware, glass-ceramic ware
and glass dinnerware in contact with
food -Release of lead and cadmium -
Part 1: Test method**

ICS: 67.250; 81.040.30; 97.040.60

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۸ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وبگاه: <http://www.inso.gov.ir>

Iran National Standards Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir

Website: <http://www.inso.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را بر عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران 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 مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای 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، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود 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 کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد 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 یکاها، 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 Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«ظروف سرامیکی، ظروف شیشه سرامیک و ظروف شیشه‌ای غذاخوری - آزاد شدن سرب و کادمیوم - قسمت ۱: روش آزمون»

رئیس:

عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد ایران

احمدی، سارا
(دکتری مهندسی مواد - سرامیک)

دبیر:

پژوهشگاه استاندارد ایران

سامانیان، حمید
(کارشناسی ارشد مهندسی مواد - سرامیک)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارخانجات تولیدی کاوه فلوت

ابراهیمی، سید مهدی
(کارشناسی مهندسی مواد - سرامیک)

آزمایشگاه همکار تسنیم بنا پارس

احسانی، امین
(کارشناسی مهندسی عمران - عمران)

پژوهشگاه استاندارد ایران

احمدی متمایل، حاج رضا
(دکتری مهندسی شیمی - کاربردی)

آزمایشگاه همکار آزمون کاوان پارس

آقاخانی، منا
(کارشناسی مدیریت)

شرکت تولیدی ونوس شیشه

خدايوندی، ناهید
(کارشناسی مهندسی مواد - سرامیک)

آزمایشگاه همکار تسنیم بنا پارس

حسین زاده، علی
(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک - طراحی کاربردی)

پژوهشگاه استاندارد ایران

حیدری، احمد
(کارشناسی فناوری مکانیک)

اداره کل استاندارد استان مرکزی

رضائی، میلاد
(کارشناسی ارشد مهندسی عمران - عمران)

عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد ایران

سعیدی رضوی، بهزاد
(دکتری زمین شناسی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آزمایشگاه همکار پارس لیان اروند خرمشهر

عباسی اصل حیزانی، منا
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی - تجزیه)

سازمان ملی استاندارد ایران

عباسی رزگله، محمد حسین
(کارشناسی مهندسی مواد - سرامیک)

شرکت تولیدی بلور شیشه ساچی

علیخانی، زهرا
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی - کاربردی)

شرکت تولیدی بلور شیشه ساچی

غمگین پور، مریم
(کارشناسی ارشد مهندسی مواد - سرامیک)

پژوهشگاه استاندارد ایران

قشقایی، محمد مهدی
(کارشناسی ارشد مهندسی معدن)

پژوهشگاه استاندارد ایران

قعری، هما
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد تهران شمال

کارگر راضی، مریم
(دکتری مهندسی علوم شیشه)

سازمان ملی استاندارد ایران

مجتبوی، علیرضا
(کارشناسی مهندسی مواد - سرامیک)

پژوهشگاه استاندارد ایران

مهر اکبری، مرتضی
(کارشناسی شیمی)

ویراستار:

پژوهشگاه استاندارد ایران

قشقایی، محمد مهدی
(کارشناسی ارشد مهندسی معدن)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۷	۴ اصول
۷	۵ واکنشگرها و مواد
۷	۵-۱ واکنشگرها
۸	۵-۲ مواد و ملزومات
۸	۶ وسایل
۸	۶-۱ روش‌های تجزیه‌ای
۸	۶-۲ لوازم جانبی
۹	۷ نمونه‌برداری
۹	۷-۱ الویت
۹	۷-۲ اندازه نمونه
۹	۷-۳ آماده‌سازی و حفظ نمونه‌ها
۹	۸ روش‌های اجرایی
۹	۸-۱ تعیین مساحت سطح مرجع برای ظروف تخت
۱۰	۸-۲ آماده‌سازی ظروفی که قابل پرشدن نمی‌باشند
۱۰	۸-۳ استخراج
۱۱	۸-۴ قطعه‌های مورد استفاده در تماس مکرر با مواد غذایی
۱۲	۹ روش‌های تجزیه‌ای
۱۲	۹-۱ کلیات
۱۲	۹-۲ محاسبه میزان آزاد شدن سرب و کادمیوم از ظروف گود سرامیکی
۱۲	۹-۳ محاسبه میزان آزاد شدن سرب و کادمیوم از ظروف تخت
۱۲	۹-۴ محاسبه میزان آزاد شدن سرب و کادمیوم از لبه نوشیدن
۱۲	۱۰ گزارش آزمون
۱۴	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) روش‌های تجزیه‌ای با استفاده از ICP-MS
۲۵	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) روش تجزیه‌ای با استفاده از FAAS
۲۸	پیوست پ (آگاهی‌دهنده) روش تجزیه با استفاده از ICP-OES
۳۵	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «ظروف سرامیکی، ظروف شیشه سرامیک و ظروف شیشه‌ای غذاخوری - آزاد شدن سرب و کادمیوم - قسمت ۱: روش آزمون» که نخستین بار در سال ۱۳۹۳ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در سیصد و هفتاد و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد اجلاس کمیته ملی استاندارد معدن و مواد معدنی مورخ ۱۴۰۲/۰۷/۱۶ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت 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 ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۷۷۷۵: سال ۱۳۹۳ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 6486-1: 2019, Ceramic ware, glass-ceramic ware and glass dinnerware in contact with food -Release of lead and cadmium -Part 1: Test method

ظروف سرامیکی، ظروف شیشه سرامیک و ظروف شیشه‌ای غذاخوری - آزاد شدن سرب و کادمیوم - قسمت ۱: روش آزمون

هشدار - استفاده از این استاندارد ممکن است شامل مواد، عملیات و تجهیزات خطرناک باشد. این استاندارد به کلیه خطرهای مرتبط با استفاده از آن نمی‌پردازد و انجام اقدامات ایمنی و بهداشتی مناسب و تعیین اجرایی بودن محدودیت‌های نظارتی قبل از استفاده به عهده کاربر است.

مهم - آزمون‌های این استاندارد حتماً توسط کارکنان صلاحیت‌دار انجام شود.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش آزمون برای تعیین میزان سرب و کادمیوم آزاد شده از سطوح ظروف سرامیکی، ظروف شیشه سرامیک و ظروف غذاخوری شیشه‌ای مورد استفاده در تماس با مواد غذایی است. این استاندارد برای ظروف لعابدار چینی کاربرد ندارد (شامل استاندارد ISO 4531).

این استاندارد برای ظروف سرامیکی، ظروف شیشه سرامیک و ظروف شیشه‌ای غذاخوری کاربرد دارد که برای آماده‌سازی، پخت، سرو و انبار کردن مواد غذایی و نوشیدنی‌ها استفاده می‌شوند به استثناء کلیه اقلامی که در صنایع غذایی استفاده می‌شود یا در آن‌ها مواد غذایی به فروش می‌رسد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 385, Laboratory glassware - Burettes

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶: سال ۱۳۸۵، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی - بورت‌ها - ویژگی‌ها، با استفاده از استاندارد ISO 385: 2005، تدوین شده است.

2-2 ISO 648, Laboratory glassware - Single-volume pipettes

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹: سال ۱۳۸۸، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی - پیپت‌های تک‌نشانه، با استفاده از استاندارد ISO 648: 2008، تدوین شده است.

2-3 ISO 1042, Laboratory glassware - One-mark volumetric flasks

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰: سال ۱۳۸۱، شیشه آلات آزمایشگاهی - بالن‌های حجم سنجی با یک خط نشانه - ویژگی‌ها، با استفاده از استاندارد ISO 1042: 1998، تدوین شده است.

2-4 ISO 3585, Borosilicate glass 3.3 - Properties

2-5 ISO 3696, Water for analytical laboratory use - Specification and test methods

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود^۱:

۱-۳

جذب اتمی

atomic absorption

جذب تابش الکترومغناطیسی توسط اتم‌های آزاد در فاز گازی که در این حالت طیف خطی حاصل، مشخص - کننده اتم‌های جذب کننده به دست می‌باشد.

۲-۳

طیف‌سنجی جذب اتمی

atomic absorption spectrometry

AAS

روش تجزیه طیفی برای تعیین کیفی و ارزیابی کمی غلظت‌های عنصری با استفاده از اندازه‌گیری جذب اتمی اتم‌های آزاد است. جذب نشر الکترومغناطیسی توسط اتم‌های آزاد در فاز گاز که در آن غلظت عناصر با اندازه‌گیری جذب اتمی، اتم‌ها در حالت آزاد مشخص می‌شود (به زیربند ۳-۱ مراجعه شود).

۳-۳

طیف‌سنجی جذب اتمی شعله

flame atomic absorption spectrometry

FAAS

۱ - سایر اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های <https://www.iso.org/obp> و <http://electropedia.org> قابل دسترس است.

طیف‌سنجی جذب اتمی (به زیربند ۳-۲ مراجعه شود) که در آن از شعله برای ایجاد اتم‌های آزاد آنالیت (محلول مورد آزمون)^۱ در فاز گازی استفاده می‌شود.

۴-۳

طیف‌سنجی جذب اتمی کوره گرافیتی

graphite furnace atomic absorption spectrometry

GFAAS

طیف‌سنجی جذب اتمی (به زیربند ۳-۲ مراجعه شود) که شامل اتمسازي الكتروگرمایی^۲ در کوره گرافیتی است.

۵-۳

طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی

inductively coupled plasma mass spectrometry

ICP-MS

روش تجزیه‌ای برای تعیین کیفی و ارزیابی کمی غلظت‌های عنصری از طریق اندازه‌گیری یون‌های تولیدشده توسط پلاسمای جفت‌شده القایی رادیوسامدی.

یادآوری-در طیف‌سنج جرمی، یون‌ها مطابق نسبت جرم به بار m/z از هم تفکیک و عناصر شناسایی می‌شوند که در آن غلظت عناصر با تعداد یون‌ها متناسب است.

۶-۳

طیف‌سنجی نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی (ICP-OES)

inductively coupled plasma optical emission spectrometry

ICP-OES

روش تجزیه عنصری در مقادیر اندک که در آن از طیف نشری نمونه برای شناسایی و کمی‌سازی عناصر موجود، استفاده می‌شود.

۷-۳

محلول استخراجی

extraction solution

1- Analyte

2- Electrothermal atomization

محلول استیک اسید، ۴٪ حجمی که بعد از استخراج آزمون بازیابی و غلظت سرب و کادمیوم اندازه گیری می شود.

۸-۳

مساحت سطح مرجع

reference surface area

مساحتی که در استفاده عادی در تماس با مواد غذایی قرار می گیرد.

۹-۳

لبه نوشیدن

drinking rim

مقطعی به عرض ۲۰ mm از سطح خارجی ظرف نوشیدنی که از لبه بالایی به سمت پایین در امتداد دیواره ظرف اندازه گیری شده است.

۱۰-۳

محلول آزمون

test solution

محلول استیک اسید ۴٪ حجمی که در آزمون برای استخراج سرب و کادمیوم از قطعه مورد استفاده قرار می گیرد.

۱۱-۳

ظرف سرامیکی

ceramic ware

اقلام سرامیکی که در تماس با مواد غذایی مورد استفاده قرار می گیرند مانند ظروف غذا (به زیربند ۳-۱۶ مراجعه شود) ساخته شده از چینی، پرسلان و ارتنور، اعم از لعابدار و بدون لعاب است.

۱۲-۳

فنجان

cup

ظرفی توخالی کوچک شیشه‌ای یا سرامیکی (به زیربند ۳-۱۹ مراجعه شود) با ظرفیت تقریباً ۲۴۰ ml با یک دسته که معمولاً برای مصرف نوشیدنی‌ها مانند قهوه یا چای در دمای بالا استفاده می‌شود. **یادآوری** - فنجان‌ها معمولاً دارای جداره‌های (خمیده) هستند و با نعلبکی استفاده می‌شوند.

۱۳-۳

لیوان

mug

ظرفی توخالی کوچک شیشه‌ای یا سرامیکی (به زیربند ۳-۱۹ مراجعه شود) با ظرفیت تقریباً ۲۴۰ ml با یک دسته که معمولاً برای مصرف نوشیدنی‌ها مانند قهوه یا چای در دمای بالا استفاده می‌شود. **یادآوری** - لیوان‌ها دارای دیواره‌های استوانه‌ای هستند.

۱۴-۳

ظروف غذاخوری

dinnerware

ترکیبی از ظروف سرامیکی، ظروف شیشه‌سرامیکی (به زیربند ۳-۱۸ مراجعه شود) و ظروف شیشه‌ای مخصوص سرو غذا روی میز، از جمله بشقاب‌ها، ظروف و کاسه‌های سالاد، اما به استثنای ظروفی که معمولاً برای نوشیدنی‌ها استفاده می‌شود.

۱۵-۳

ظروف تخت

flatware

ظروف سرامیکی یا شیشه‌ای (به زیربند ۳-۱۷ مراجعه شود) با عمق داخلی حداکثر ۲۵ mm، اندازه‌گیری شده از پایین‌ترین نقطه تا صفحه افقی عبوری از نقطه سرریزی^۱.

۱۶-۳

ظروف غذا

foodware

اقلامی که برای تهیه، پختن، سرو و نگهداری غذا یا نوشیدنی در نظر گرفته شده است.

1 - Point of overflow

۱۷-۳

ظروف شیشه‌ای

glassware

لوازم شیشه‌ای که برای استفاده در تماس با مواد غذایی استفاده می‌شوند. یادآوری- شیشه یک ماده معدنی است که از ذوب کامل مواد اولیه خام در دمای بالا به یک مایع همگن تبدیل می‌شود و سپس تا مرحله سخت شدن سرد می‌شود به گونه‌ای که به یک جامد بدون بلورینگی^۱ تبدیل شود. واکنشگرهای رنگزا یا مات-کننده می‌تواند شفاف، رنگی یا مات باشد.

۱۸-۳

ظروف شیشه‌سرامیکی

glass ceramic ware

ظروف شیشه‌سرامیکی که در تماس با مواد غذایی هستند. یادآوری- شیشه‌سرامیک یک ماده معدنی است که از ذوب کامل مواد اولیه خام در دمای بالا به یک مایع همگن تبدیل می‌شود و سپس تا مرحله سخت شدن سرد می‌شود به گونه‌ای که یک بدنه ریزبلورین^۲ اغلب ایجاد شود.

۱۹-۳

ظروف گود سرامیکی

ceramic hollowware

ظروف سرامیکی با عمق داخلی بیش از ۲۵ mm، اندازه‌گیری شده از پایین‌ترین نقطه تا صفحه افقی عبوری از نقطه سرریزی.

یادآوری- ظروف گود بسته به حجم به سه دسته تقسیم می‌شوند:

کوچک: ظروف گود با ظرفیت کمتر از ۱/۱۱.

بزرگ: ظروف گود با ظرفیت مساوی یا بیش‌تر از ۱/۱۱.

انباره‌ای (نگهداری): ظروف گود با ظرفیت مساوی یا بیش‌تر از ۱/۳.

1 - Crystallization
2 - Microcrystalline

۴ اصول

ظروف سرامیکی، ظروف شیشه سرامیکی و سایر سطوح سیلیکاته در تماس با محلول آزمون (مطابق با زیربند ۵-۱-۳) به مدت $h (24 \pm 0.5)$ در دمای $^{\circ}C (22 \pm 2)$ قرار می‌گیرند تا در صورت وجود، سرب و یا کادمیوم از سطوح قطعات یا آزمون‌ها استخراج شود.

مقدار سرب و کادمیوم استخراج شده با روش تجزیه‌ای مناسب تعیین می‌شود. روش طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-MS) روش تجزیه‌ای مرجع است زیرا به‌طور کلی به‌عنوان دقیق‌ترین روش تجزیه‌ای در نظر گرفته می‌شود. البته، روش‌های دیگر مزایای خاص خود را دارند. طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای (FAAS) به‌عنوان جایگزین در نظر گرفته می‌شود. هر دو روش‌شناسی^۱ به تفصیل در پیوست‌های الف و ب توضیح داده شده‌اند.

سایر روش‌های تجزیه‌ای معتبر، مانند طیف‌سنجی جذب اتمی کوره گرافیتی (GFAAS) یا طیف‌سنجی نشر نوری جفت شده القایی (ICP-OES)، نیز ممکن است با در نظر گرفتن دقت مناسب در سطح آزادسازی سرب و کادمیوم مورد اندازه‌گیری مورد استفاده قرار گیرند. برای اطلاعات بیشتر در مورد ICP-OES، به روش‌شناسی توضیح داده شده در پیوست پ مراجعه شود.

۵ واکنشگرها و مواد

۵-۱ واکنشگرها

تمامی واکنشگرها باید از درجه تجزیه‌ای شناخته شده باشند.

برای تعیین سرب و کادمیوم در مقادیر اندک و مقادیر فوق اندک، واکنشگرها باید از خلوص کافی برخوردار باشند. غلظت آنالیت یا مواد تداخلی در واکنشگرها و آب در مقایسه با کم‌ترین غلظت، مورد تعیین ناچیز باشد.

۵-۱-۱ آب درجه یک^۲، مطابق با استاندارد بند ISO 3696 برای کلیه آماده‌سازی‌ها و رقیق‌سازی‌ها.

۵-۱-۲ استیک اسید، (CH_3COOH) گلاسیال^۳، $p=1.05 \text{ g/ml}$ ؛ استیک اسید با خلوص بهتر از ۹۹٪ با Pb و Cd فقط در مقادیر اندک.

۵-۱-۳ محلول آزمون استیک اسید، محلول ۴٪ (با کسر حجمی)؛

۴۰ ml استیک اسید (مطابق با زیربند ۵-۱-۲) را به آب (مطابق با زیربند ۵-۱-۱) اضافه کنید و آن را با یک پیپت نشان‌دار تک‌نشانه (مطابق با زیربند ۶-۲-۴) در یک بالن حجم‌سنجی با یک خط نشانه (مطابق با

1-Methodologies
2- Water grade 1
3-Glacial

زیربند ۶-۲-۵) به حجم ۱ l رقیق کنید. این محلول باید به صورت تازه برای استفاده آماده شود. به تناسب می توان مقادیر بیش تری را آماده کرد.

۲-۵ مواد و ملزومات

۱-۲-۵ واکس پارافین^۱، با نقطه ذوب در دامنه °C ۵۰ تا °C ۵۷.

۲-۲-۵ عامل شوینده^۲، شوینده ظرفشویی دستی غیراسیدی تجاری با غلظت پیشنهادی تولیدکننده؛

۳-۲-۵ درزبند سیلیکون^۳، قادر به تشکیل حلقه درزبند به قطر تقریباً ۶ mm. این درزبند نباید در هنگام لیچ (حلال شویی)^۴ با استیک اسید، کادمیوم یا سرب را به محلول آزمون اضافه کند.

۶ وسایل

۱-۶ روش های تجزیه ای

ICP-MS، FAAS یا ICP-OES که به ترتیب در پیوست های الف، ب و پ توصیف شده است. استفاده از روش GFAAS نیز مجاز است.

۲-۶ لوازم جانبی

۱-۲-۶ لوازم آزمایشگاهی ترکیبی^۵، در صورت نیاز، ساخته شده از شیشه بوروسیلیکات مطابق با استاندارد ISO 3585.

۲-۲-۶ بورت^۶، با ظرفیت ۲۵ ml، درجه بندی شده با تقسیمات ۰٫۰۵ ml، مطابق با رده B یا بهتر، طبق استاندارد ISO 385.

۳-۲-۶ درپوش ها^۷، برای قطعات مورد آزمون مانند پیلت ها^۸، شیشه های ساعت یا پتری دیش ها^۹ با اندازه های مختلف در صورت فراهم نبودن اتاق تاریک باید از پوشش های مات استفاده شود.

۴-۲-۶ پیپت های تک نشانه^{۱۰}، با ظرفیت های ۱۰ ml و ۱۰۰ ml، مطابق با رده B یا بهتر، طبق استاندارد ISO 648.

-
- 1 -Paraffin wax
 - 2 -Washing agent
 - 3 -Silicone sealant
 - 4 -Leach acetic acid
 - 5 -Assorted laboratory ware
 - 6 -Burette
 - 7 -Covers
 - 8 - Plates
 - 9 - Petri dishes
 - 10 -One-mark pipettes

- ۶-۲-۵ بالن‌های حجم‌سنجی تک‌نشانه^۱، با ظرفیت‌های ۱۰۰ ml و ۱۰۰۰ ml، مطابق با رده B یا بهتر، طبق استاندارد ISO 1042. سایر اندازه‌ها در صورت نیاز.
- ۶-۲-۶ پیپت‌های پیستونی دقیق، از نوع ۱۰۰۰ µl و ۵۰۰ µl.
- ۶-۲-۷ تراز و عمق سنج^۲ برای سنجش گودی و لبه‌ها، واسنجی شده برحسب میلی‌متر.

۷ نمونه‌برداری

۱-۷ اولویت

هنگام انتخاب نمونه‌ها از بهر^۳ مخلوطی از ظروف غذاخوری، قطعات با بالاترین نسبت سطح/حجم در هر رده باید در اولویت قرار گیرند.

۲-۷ اندازه نمونه

حداقل چهار نمونه باید اندازه‌گیری شوند. همه قطعات باید اندازه، شکل، رنگ و تزیینات همسانی داشته باشند.

۳-۷ آماده‌سازی و حفظ نمونه‌ها

نمونه‌های ظروف باید تمیز و عاری از روغن یا سایر موادی باشند که بر آزمون تاثیر می‌گذارند. نمونه‌ها را در دمای °C (۴۰±۵) با استفاده از محلول شوینده غیراسیدی mg/l به صورت مختصر بشویید. آن‌ها را ابتدا با آب شیر و سپس با آب (مطابق با زیربند ۵-۱-۱) آبکشی کنید. سپس آن‌ها را در دمای °C (۴۰±۵) در داخل خشک‌کن یا به وسیله کاغذ صافی جدید، خشک کنید. از نمونه‌ای که بر روی آن اثر لکه‌شدگی وجود دارد، استفاده نکنید. بعد از تمیز کردن، نمونه‌ها را جابجا نکنید.

۸ روش‌های اجرایی

۱-۸ تعیین مساحت سطح مرجع برای ظروف تخت

برای ظرف‌های دایره‌ای شکل، مساحت سطح مرجع باید از قطر قطعه حساب شود.

آزمونه‌ها را بر روی ورقه‌ای از کاغذ نرم گذاشته و خطی را دور لبه آن بکشید. با ابزارهای مناسب مساحت سطح دربرگرفته را تعیین کنید. روش توصیه‌شده آن است که این سطح را بریده و آن را وزن کنید و با مقایسه وزن آن با وزن ورقه مستطیلی با سطح معلوم، مساحت آن را تعیین کنید. این مساحت، S_R را برحسب دسی‌متر مربع تا دو رقم اعشار ثبت کنید.

1-One-mark volumetric flasks
2-Depth gauge
3 -Lot

۸-۲ آماده‌سازی ظروفی که قابل پرشدن نمی‌باشند

ظروف معمولاً با اندازه‌گیری در امتداد کناره شیب‌دار ظرف تا محدوده ۶ mm سرریزی یا در صورت اندازه‌گیری عمودی برای ظروف گود تا محدوده ۱ mm لبه پر می‌شوند. ظرفی که نتوان آن را به این شیوه برای ایجاد عمق اسیدی در عمیق‌ترین نقطه به عمق حداقل ۵ mm پر کرد به‌عنوان ظروف غیرقابل پرشدن تعریف می‌شوند. این نوع ظروف را می‌توان به یکی از شیوه‌های زیر آزمون نمود:

الف- ظروف استاندارد را می‌توان درون یک قالب لاستیکی سیلیکونی شده که حداقل ۶ mm از لبه قالب فاصله داشته و به عمق حداقل ۵ mm و حداکثر ۲۵ mm باشد، قرار دارد. آزمون‌هایی که به این روش آماده می‌شوند به‌عنوان ظروف تخت پرشدنی آزمون می‌شوند.

ب- زبانه‌ای از درزبندی سیلیکون حول لبه قطعه ایجاد می‌شود تا امکان پر شدن ظروف تا عمق حداقل ۵ mm و حداکثر ۲۵ mm را فراهم نماید. این زبانه نباید بیش از ۶ mm از لبه ظرف فاصله داشته باشد. آزمون‌هایی که به این روش آماده می‌شوند به‌عنوان قطعات ظروف تخت پرشدنی آزمون می‌شوند.

پ- تمامی سطوح قطعه به استثنای سطح مرجع با واکس پارافین ذوب شده پوشانده می‌شود و سپس با غوطه‌ور شدن در محلول آزمون، مورد آزمون قرار می‌گیرد. آزمون‌هایی که به این روش آماده می‌شوند به‌عنوان قطعات ظروف تخت پرشدنی آزمون می‌شوند.

۸-۳ استخراج

۸-۳-۱ دمای استخراج

استخراج را در دمای $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ در تاریکی انجام دهید.

۸-۳-۲ لیچ کردن^۱

۸-۳-۲-۱ قطعات پرشدنی

برای ظروف گود، هر آزمون را با محلول آزمون (مطابق با زیربند ۵-۱-۳) تا فاصله ۱ mm از سرریزی که به‌صورت قائم اندازه‌گیری می‌شود، پر کنید. این فاصله برای ظروف تخت، ۶ mm است که در امتداد سطح ظروف تخت اندازه‌گیری می‌شود. برای ظروف تخت، حجم محلول آزمون (مطابق با زیربند ۵-۱-۳) مورد استفاده برای پر کردن قطعه را اندازه‌گیری و ثبت کنید. آزمون را بیوشانید.

بسته به مورد، آن را به مدت $h(24 \pm 0.5)$ لیچ کنید.

۸-۳-۲ ظروف غیر قابل پرشدن

این ظروف که مطابق با بخش ب در زیربند ۸-۲ با واکس پارافین پوشیده شده‌اند. در ظرفی مناسب مانند شیشه بوروسیلیکاتی با اندازه مناسب قرار داده می‌شوند و محلول آزمون (مطابق با زیربند ۵-۱-۳) در مقداری مناسب افزوده می‌شود تا به‌طور کامل نمونه را بپوشاند. مقدار محلول آزمون افزوده شده (مطابق با زیربند ۵-۱-۳) را با دقت 2% ثبت کنید.

بسته به مورد، آن را به مدت $h(24 \pm 0.5)$ لیج کنید.

۸-۳-۳ نمونه برداری از محلول استخراج برای تجزیه

پیش از نمونه برداری، محلول استخراج را با تکان دادن یا روش مناسب دیگری که مانع از هدر رفتن محلول استخراج یا سایش سطح شود، مخلوط کنید. مقدار مناسبی از محلول استخراجی را با پی‌پت بردارید و آن را به ظرف مناسبی انتقال دهید.

محلول استخراج را در زودترین زمان ممکن تجزیه کنید زیرا این خطر وجود دارد که سرب یا کادمیوم به دیواره‌های ظرف نگهداری جذب شود به‌ویژه زمانی که غلظت سرب و کادمیوم پایین باشد.

۸-۳-۴ آزمون لبه نوشیدن

فنجان‌ها، لیوان‌ها یا سایر ظروف توخالی سرامیکی را می‌توان در چهار واحد $mm(1 \pm 2)$ زیر لبه خارجی، نشانه‌گذاری کرد. هر قطعه نشانه‌گذاری شده را به‌صورت وارونه در ظرف شیشه‌ای آزمایشگاهی مناسب با قطری در حدود $1/25$ برابر تا ۲ برابر آن فنجان قرار داده شود. مقدار کافی محلول آزمون (مطابق با زیربند ۵-۱-۳) را به محفظه شیشه‌ای اضافه کنید و آن را تا نشانه $20\ mm$ روی فنجان پر کند. بسته به قطعه مورد نظر، قطعه را به مدت $h(24 \pm 0.5)$ در دمای $^{\circ}C(22 \pm 2)$ نگهدارید و آن را از تبخیر اضافی محافظت کنید.

پیش از نمونه برداری از نمونه لیج‌شده، در صورت لزوم برای برقراری مجدد سطح $mm(1 \pm 2)$ ، محلول آزمون (مطابق با زیربند ۵-۱-۳) را به محفظه شیشه‌ای اضافه کنید. میزان سرب و کادمیوم را با روش تجزیه‌ای مناسب تعیین کنید.

۸-۴ قطعه‌های مورد استفاده در تماس مکرر با مواد غذایی

هنگامی که یک قطعه در تماس مکرر با مواد غذایی قرار داشته باشد، آزمون‌های آزادشدن در سه دفعه در همان آزمون‌ها با استفاده از نمونه تازه محلول آزمون (مطابق با زیربند ۵-۱-۳) در هر بار انجام می‌شود. اگر سطح آزادشدن با اولین مهاجرت مطابقت داشته باشد، به آزمون‌های بیش‌تر نیاز نیست. سپس انطباق مواد بر مبنای غلظت در محلول استخراجی در آزمون سوم کنترل می‌شود. بین هر بار تماس، قطعه را با آب (مطابق با زیربند ۵-۱-۱) بشویید.

۹ روش‌های تجزیه‌ای

۹-۱ کلیات

سه روش تجزیه‌ای با استفاده از ICP-MS، FAAS یا ICP-OES به ترتیب در پیوست‌های الف، ب و پ توضیح داده شده‌اند.

همچنین می‌توان از روش GFAAS به‌عنوان گزینه مجاز استفاده نمود.

۹-۲ محاسبه میزان آزاد شدن سرب و کادمیوم از ظروف گود سرامیکی

میزان سرب یا کادمیوم آزاد شده به‌صورت مستقیم با غلظت‌های سرب یا کادمیوم محلول استخراجی نمونه به‌دست می‌آید و برحسب میکروگرم بر لیتر بیان می‌شود.

۹-۳ محاسبه میزان آزاد شدن سرب و کادمیوم از ظروف تخت

میزان سرب یا کادمیوم آزاد شده در واحد سطح از ظروف تخت، R_0 ، برحسب میکروگرم بر دسی‌متر مربع با فرمول (۱) داده می‌شود:

$$R_0 = \frac{\rho_0 \times V}{S_R} \quad (1)$$

که در آن:

ρ_0 غلظت سرب یا کادمیوم برحسب میکروگرم بر لیتر محلول استخراجی نمونه؛

V حجم پرکننده آزمون برحسب لیتر؛

S_R مساحت سطح مرجع قطعه برحسب دسی‌متر مربع.

۹-۴ محاسبه میزان آزاد شدن سرب و کادمیوم از لبه نوشیدن

میزان سرب و کادمیوم آزاد شده در هر قطعه از لبه نوشیدن باید از طریق ضرب غلظت‌های سرب یا کادمیوم در حجم محلول آزمون محاسبه شود. این مقدار باید برحسب میکروگرم در هر قطعه بیان شود.

گزینه دیگر محاسبه آزاد شدن سرب و کادمیوم از لبه نوشیدن در واحد سطح از طریق ضرب غلظت‌های سرب یا کادمیوم در حجم محلول آزمون و سپس تقسیم آن بر مساحت لبه است. در این مورد، مقدار باید برحسب میکروگرم بر دسی‌متر مربع بیان شود.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- الف- ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛
- ب- مشخصات نمونه شامل نوع، منشا و مقصد؛
- پ- ارجاع به محاسبه مورد استفاده به صورت فهرست شده در بند ۹ با اطلاعات زیر: مساحت سطحی یا مساحت سطح مرجع و حجم پرکننده یا حجم تماس برای ظروف پرشدنی و آزمون‌ها؛
- ت- تعداد آزمون‌های آزمون شده (حداقل چهار آزمون)؛
- ث- روش تجزیه‌ای مورد استفاده با اطلاعات لازم برای تنظیمات طبق پیوست‌های الف تا پ؛
- ج- نتایج آزمون به صورت مقادیر منفرد برای هر آزمون و میانگین مقدار برای گروه‌های همسان آزمون. برای قطعات ظروف تخت، غلظت سرب و کادمیوم در محلول‌های آزمون را گزارش دهید؛
- چ- تاریخ آزمون استخراج و آزمون‌های تجزیه‌ای؛
- ح- هر گونه شرایط غیرعادی مشاهده شده.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

روش تجزیه‌ای با استفاده از ICP-MS

الف-۱ کلیات

در این پیوست به توصیف روش تعیین سرب و کادمیوم با استفاده از ICP-MS در محلول‌های استخراجی پرداخته می‌شود.

الف-۲ اصول کار

تعیین سرب و کادمیوم توسط ICP-MS شامل مراحل زیر است:

۱- وارد کردن یک محلول اندازه‌گیری به پلاسمای بسامد رادیویی برای ایجاد انحلال، تمیزه شدن و یونیزه شدن عناصر.

۲- استخراج یون‌ها از پلازما از طریق یک رابط خلاء ایجاد شده با پمپ تفاضلی و جداسازی بر اساس نسبت جرم به بار آن‌ها توسط طیف‌سنج جرمی.

۳- انتقال یون‌ها از طریق واحد جداسازی جرم و آشکارسازی، معمولاً توسط مجموعه هم‌گذاری مضاعف الکترون داینودی پیوسته^۱، و پردازش اطلاعات یونی توسط یک سامانه مدیریت داده.

۴- تعیین کمی پس از واسنجی با محلول‌های واسنجی مناسب.

رابطه بین شدت سیگنال و غلظت جرم معمولاً یک رابطه خطی با حداقل پنج مرتبه بزرگی است. برای جزئیات بیشتر تر به استاندارد ISO 17294-1 مراجعه شود.

الف-۳ تداخل‌ها

نکته مهم این است که هنگام استفاده از ICP-MS، وجود عناصر همزمان در نمونه می‌تواند باعث تداخل‌هایی از قبیل خطاهای سامانه‌ای در اندازه‌گیری سیگنال شود. تداخل‌ها به دو دسته تداخل‌های طیفی و غیرطیفی طبقه‌بندی می‌شوند.

اجزایی که می‌توانند باعث تداخل طیفی شوند عبارتند از:

۱- ایزوتوپی^۲ که دارای نسبت جرم به بار اسمی مشابه ایزوتوپ محلول مورد آزمون^۳ است، به‌عنوان مثال ^{۱۱۴}Cd (آنالیت) و ^{۱۱۴}Sn (ملکولی شاخص). تداخل‌های ایزوبار(هم‌بار)^۴ می‌تواند با استفاده از فراوانی

1 - Dynode electron multiplier assembly

2 - Isotope

3 - Analyte isotope

4 - Isobaric interferences

ایزوتوپ‌های مختلف عنصر مداخله‌گر اصلاح نمود (به جدول الف-۱ مراجعه شود). با این حال، گزینه‌های اصلاح اغلب در نرم افزار دستگاه گنجانده شده است. ایزوتوپ برای اندازه‌گیری‌ها را معمولاً می‌توان عاری از تداخل‌های هم‌بار انتخاب نمود.

۲- تداخل یونی چند اتمی یا مولکولی و دارای بار مضاعف. در بسیاری از موارد آنیون‌ها حاوی آرگون (گاز پلاسما) و/یا اکسیژن حاصل از آب محلول آسپیره شده (مه‌گون شده یا مه‌پاش شده)^۱ است مانند $^{114}\text{MoO}^+$ (تداخل کننده) و ^{111}Cd ، ^{114}Cd (آنالیت). تداخل‌های مهم مولکولی و دارای بار مضاعف باید اصلاح شوند.

مثال: سیگنال کادمیوم تصحیح شده (با استفاده از فراوانی ایزوتوپ‌های طبیعی برای تقریباً ضرایب):

$$^{114}\text{Cd} = (m/z \text{ ۱۱۴ سیگنال}) - (۰٫۰۲۶۸۴) \text{ (سیگنال } ^{118}\text{Sn)}$$

تداخل‌های فیزیکی غیرطیفی با فرآیندهای نبولیزاسیون (مه‌پاشی)^۲ و انتقال نمونه و همچنین با بازده انتقال یونی مرتبط است. در صورتی که یک جزء ماتریس (محلول زمینه)^۳ باعث تغییر در کشش سطحی یا گران‌روی شود، فرآیندهای نبولیزاسیون و انتقال تحت تأثیر قرار می‌گیرند. تغییر در ترکیب ماتریس (محلول زمینه) می‌تواند باعث سرکوب سیگنال یا بارزشدگی قابل توجهی شود. جامدات محلول می‌توانند روی نوک نبولایزر^۴ از یک نبولایزر پنوماتیک^۵ و روی کف‌گیرهای رابط رسوب کنند. سطوح جامد کل زیر ۰٫۲ mg/l (۲۰۰۰) برای به حداقل رساندن رسوب جامد توصیه می‌شود. برای تصحیح تداخل‌های فیزیکی در صورتی می‌توان از استاندارد داخلی استفاده کرد که آن استاندارد به دقت با عنصر اندازه‌گیری تطبیق داده شود تا دو عنصر به‌طور مشابه تحت تأثیر تغییرات ماتریس (محلول زمینه) قرار گیرند. رقیق کردن نمونه به‌میزان پنج برابر معمولاً این مشکل را برطرف می‌کند. فرمول تصحیح زیر باید به کار گرفته شود:

$$(1\ 000) (206\text{Pb}) + (1\ 000) (207\text{Pb}) + (1\ 000) (208\text{Pb})$$

اطلاعات دقیق در مورد تداخل طیفی و غیرطیفی در استاندارد ISO 17294-1 ارائه شده است.

1 - Solution aspirated

2 -Nebulisation

3- Matrix

منظور محلول زمینه‌ای است که می‌تواند با محلول مورد آزمون یا بدون محلول مورد آزمون باشد

4 -Nebuliser tip

5 -Pneumatic nebuliser

جدول ۱- تداخل‌های طیفی سرب و کادمیوم

تداخل با کاربرد عملی	تداخل‌های نظری		فراوانی %	ایزوتوپ	عنصر
	یون‌های چندانمی	بین عنصری			
$^{94}\text{Zr}^{16}\text{O}^{1}\text{H}$ $^{95}\text{Mo}^{16}\text{O}$	MoO, MoOH, ZrOH, K ₂ O ₂ H	-	۱۲٫۸	۱۱۱	Cd
In, $^{97}\text{Mo}^{16}\text{O}$	MoO, ZrOH, Ca ₂ O ₂ H, Ar ₂ O ₂ H, RuO	In	۱۲٫۲	۱۱۳	
Sn, $^{98}\text{Mo}^{16}\text{O}$	MoO, MoOH, RuO	Sn	۲۸٫۷	۱۱۴	
-	PtO	-	۲۴٫۱	۲۰۶	Pb ^{الف}
-	IrO	-	۲۲٫۱	۲۰۷	
-	PtO	-	۵۲٫۴	۲۰۸	

^{الف} برای کمی‌سازی سرب باید از هر سه ایزوتوپ استفاده شود تا تغییرپذیری ایزوتوپ‌های سرب در طبیعت در نظر گرفته شود.

الف-۴ واکنشگرها

تمام واکنشگرها باید از درجه تجزیه‌ای شناخته شده‌ای باشند. برای تعیین عناصر در سطح ردیابی و فوق‌ردیابی، کلیه واکنشگرها باید از خلوص کافی برخوردار باشند. توصیه می‌شود که غلظت آنالیت یا مواد تداخلی در واکنشگرها و آب در مقایسه با کم‌ترین غلظت مورد تعیین ناچیز باشد. برای به حداقل رساندن تداخل چندانمی‌ها باید از نیتریک اسید استفاده شود.

الف-۴-۱ آب، درجه ۱ به صورت مشخص شده در ISO 3696 برای تمام آماده‌سازی‌ها و رقت‌های نمونه.

الف-۴-۲ استیک اسید، (CH₃COOH) گلاسیال، $\rho=1.05 \text{ g/ml}$

الف-۴-۳ محلول آزمون استیک اسید، با کسر حجمی ۴٪.

۴۰ استیک اسید (مطابق با زیربند الف-۴-۲) را با یک پیپت تک‌نشانه (مطابق با زیربند ۶-۲-۴) به آب (مطابق با زیربند الف-۴-۱) اضافه کنید و به حجم ۱ l در فلاسک حجمی تک‌نشانه‌ای (مطابق با زیربند ۶-۲-۵) برسانید. این محلول باید تازه برای استفاده آماده شود. می‌توان مقادیر به نسبت بیش‌تری تهیه نمود.

الف-۴-۴ نیتریک اسید $r(\text{HNO}_3)=1.4 \text{ g/ml}$

نیتریک اسید به دو صورت زیر موجود است:

$w(\text{HNO}_3)=65.0 \text{ g/kg}$ معادل $r(\text{HNO}_3)=1.4 \text{ g/ml}$

$w(\text{HNO}_3)=69.0 \text{ g/kg}$ معادل $r(\text{HNO}_3)=1.42 \text{ g/ml}$

هر دو برای استفاده در این روش مناسب می‌باشند.

الف-۴-۵ محلول ذخیره عناصر (سرب، کادمیوم، استانداردهای داخلی).

محلول‌های ذخیره تک عنصری و محلول‌های ذخیره چند عنصری با مشخصات مناسب که اسید مورد استفاده و روش آماده‌سازی را بیان می‌کنند، به صورت تجاری در دسترس هستند. به عنوان مثال، محلول‌های ذخیره عنصری با غلظت آنالیت‌ها 1000 mg/l مناسب هستند. این محلول‌ها برای بیش از یک سال پایدار هستند اما توصیه می‌شود که در رابطه با پایداری تضمین شده، توصیه‌های سازنده در نظر گرفته شود.

الف-۴-۶ محلول‌های استاندارد سرب و کادمیوم: $\rho(\text{Pb})=10 \text{ mg/l} - \rho(\text{Cd})=10 \text{ mg/l}$

با پیپت یک‌نشانه (مطابق با زیربند ۶-۲-۴)، 10 ml محلول ذخیره Pb و 1000 Cd mg/l به طور جداگانه یا با هم، در صورت مناسب بودن، در یک فلاسک حجمی یک نشانه‌ای 1000 ml (مطابق با زیربند ۵-۲-۶) وارد کنید. 10 ml نیتریک اسید اضافه کنید. با آب آن را به حجم برسانید و به یک بطری نگهداری مناسب انتقال دهید.

الف-۴-۷ محلول‌های استاندارد حد واسط سرب و کادمیوم: $\rho(\text{Pb})=1 \text{ mg/l} - \rho(\text{Cd})=1 \text{ mg/l}$

با پیپتی تک‌نشانه (مطابق با زیربند ۶-۲-۴)، 1 ml محلول ذخیره Pb و 10 Cd mg/l به طور جداگانه یا با هم، در صورت مناسب بودن، در یک فلاسک حجمی تک‌نشانه‌ای 100 ml (مطابق با زیربند ۵-۲-۶) وارد کنید. با آب آن را به حجم برسانید و به یک بطری نگهداری مناسب انتقال دهید. قبل از هر بار استفاده، محلول‌های استاندارد متوسط راتازه آماده کنید.

الف-۴-۸ محلول استاندارد داخلی

انتخاب عناصر برای محلول استاندارد داخلی به مسئله تجزیه‌ای بستگی دارد. توصیه می‌شود که محلول‌های این عناصر محدوده جرم مورد نظر را پوشش دهند. به طور کلی، یک استاندارد داخلی نباید بیش از 50 amu از آنالیت حذف شود. توصیه می‌شود که غلظت این عناصر در نمونه به میزان ناچیزی کم باشد.

به عنوان مثال، عناصر ^{85}Y ، ^{103}Rh ، ^{165}Ho و ^{187}Re می‌توانند برای این منظور مناسب باشند. محلول‌های استاندارد داخلی زیر را می‌توان مورد استفاده قرار داد: $\rho(\text{Re و Ho, Rh, Y})=5 \text{ mg/l}$

با پیپت تک‌نشانه (مطابق با زیربند ۶-۲-۴)، 5 ml از هر محلول ذخیره (1000) از هر عنصر Ho ، Rh ، Y و Re در فلاسک حجمی تک‌نشانه‌ای 1000 ml (مطابق با زیربند ۵-۲-۶) تهیه کنید. 10 ml نیتریک اسید اضافه کنید. با آب آن را به حجم برسانید و به یک بطری نگهداری مناسب انتقال دهید.

دامنه غلظت مناسب استاندارد داخلی در نمونه‌ها و محلول‌های واسنجی بین $10 \mu\text{g/l}$ تا $100 \mu\text{g/l}$ است.

الف-۴-۹ محلول‌های واسنجی سرب و کادمیوم

محلول واسنجی محلولی است که برای واسنجی کردن دستگاه استفاده می‌شود و از محلول‌های موجود یا از یک استاندارد تایید شده تهیه شده است.

محلول(های) واسنجی را با رقیق کردن محلول‌های استاندارد عنصر یا محلول‌های استاندارد عنصر میانی که محدوده کاری مورد نیاز را پوشش می‌دهند، آماده کنید.

حجم مناسبی از محلول آزمایشی (مطابق با زیربند الف-۳-۴) را اضافه کنید تا ترکیب محلول‌های واسنجی با ترکیب محلول‌های نمونه آزمون برابر شود و اثر ماتریس (زمینه)^۱ به حداقل برسد. در صورت لزوم، قبل از رساندن به حجم محلول، استاندارد داخلی را به غلظت مثلاً $10 \mu\text{g/l}$ یا $100 \mu\text{g/l}$ از عناصر محلول اضافه کنید.

الف-۴-۱۰ محلول شاهد واسنجی

محلول شاهد واسنجی به همان روش محلول‌های واسنجی تهیه می‌شود اما آنالیت‌ها کنار گذاشته می‌شوند. محلول شاهد واسنجی را با افزودن حجم کافی از محلول آزمایشی (مطابق با زیربند الف-۴-۳) آماده کنید تا ترکیب محلول‌های شاهد واسنجی با ترکیب نمونه آزمون برابر شود. در صورت لزوم، قبل از رساندن به حجم، محلول استاندارد داخلی را به غلظت مثلاً $10 \mu\text{g/l}$ یا $100 \mu\text{g/l}$ از عناصر محلول اضافه کنید.

الف-۴-۱۱ محلول تأیید واسنجی اولیه

محلول تأیید واسنجی با ترکیب کردن سرب و کادمیوم از یک منبع استاندارد متفاوت با استاندارد واسنجی و در غلظت نزدیک به نقطه میانی منحنی واسنجی تهیه می‌شود. این محلول استاندارد را می‌توان خریداری کرد. توصیه می‌شود که محلول باید در همان ترکیب اسیدی زمینه (ماتریس) که جهت آزمون و واسنجی‌ها نمونه ساخته شده است، تهیه شود.

الف-۴-۱۲ محلول تأیید واسنجی مستمر

محلول استاندارد تأیید واسنجی مستمر باید با ترکیب کردن سرب و کادمیوم از همان استانداردهای مورد استفاده برای واسنجی، در غلظتی نزدیک به نقطه میانی منحنی واسنجی تهیه شود. محلول باید در همان ترکیب اسیدی (زمینه) واسنجی‌ها و نمونه‌های آزمون تهیه شود.

الف-۴-۱۳ محلول کنترل تداخل

محلول کنترل تداخل (ICS)^۲ به گونه‌ای آماده می‌شود که حاوی غلظت‌های شناخته شده عناصر تداخلی باشد (جدول الف-۱) تا بزرگی تداخل‌ها را نشان دهد و آزمون کافی برای هرگونه اصلاح ارائه دهد، برای مثال مولیبدن برای نشان دادن اثرات اکسید بر ایزوتوپ‌های کادمیوم عمل می‌کند. اجزای دیگری نیز برای ارزیابی توانایی سامانه اندازه‌گیری برای تصحیح تداخل‌های مختلف هم‌بار یون مولکولی وجود دارند. ICS برای تأیید اینکه سطوح تداخل توسط سامانه داده در محدوده کنترل کیفیت تصحیح شده است استفاده می‌شود. این محلول‌ها باید از واکنشگرهای فوق خالص تهیه شوند یا این که می‌توان آن‌ها را به صورت تجاری تهیه کرد.

1- Matrix

2-Interference check solution

الف-۴-۱۴ بهینه‌سازی یا تنظیم محلول

محلول بهینه‌سازی یا تنظیم، که به صورت تجاری در دسترس است، برای واسنجی جرمی و بهینه‌سازی شرایط دستگاه ICP-MS، به عنوان مثال تنظیم حداکثر حساسیت با توجه به حداقل نرخ تشکیل اکسید و حداقل تشکیل یون‌های دارای بار مضاعف استفاده می‌شود. توصیه می‌شود که این محلول حاوی عناصری باشد که کل محدوده جرمی را پوشش می‌دهند، و همچنین عناصری که مستعد سرعت تشکیل اکسید بالا یا تشکیل یون‌های با بار مضاعف هستند.

الف-۵-۵ وسایل

الف-۵-۱ طیف‌سنج جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی

سامانه ICP-MS شامل اجزای زیر است:

- سامانه وارد نمودن نمونه (پمپ، نبولایزر، محفظه اسپری^۱)؛
 - پلاسمای جفت‌شده القایی (مولد بسامد رادیویی، سیم‌پیچ بار، مشعل)؛
 - طیف‌سنجی جرمی زمان پرواز چهار قطبی یا شناساگر زمان پرواز (TOF)^۲، با قابلیت اسکن یک محدوده جرمی مناسب با وضوح مناسب؛
 - تجهیزات مناسب برای تضعیف تداخل چند اتمی، نوعاً به صورت یک سلول برخوردی^۳؛
 - تجهیزات کنترل فرآیند و پردازش داده؛
 - تامین‌کننده گاز آرگون - درجه خلوص بالا، یعنی با خلوص بالای ۹۹٫۹۹٪؛
 - هلیوم برای سلول برخورد - درجه خلوص فوق‌العاده بالا، یعنی بالای ۹۹٫۹۹۹٪؛
 - نمونه‌گیری خودکار اختیاری یا پمپ اضافی (پرستالتیک^۴).
- برای اطلاعات دقیق‌تر در مورد دستگاه‌بندی، به استاندارد ISO 17294-1 مراجعه شود.

الف-۵-۲ لوازم جانبی

پایداری نمونه‌های آزمایشی و محلول‌های واسنجی تا حد زیادی به مواد محفظه بستگی دارد. مواد باید با توجه به هدف خاص بررسی شود. برای تعیین سرب و کادمیوم در محلول‌های استیک اسید ۴٪ در حجم،

1 - Spray chamber
2 - Quadrupole or time-of-flight mass spectrometer
3 - Collision cell
4 - Peristaltic

ظروف پلی اتیلنی با چگالی بالا (HDPE) یا پلی تترافلورو اتیلنی (PTFE) (به عنوان مثال لوله های فالكون^۱ و بطری های ذخیره سازی^۲) مجاز هستند.

توصیه می شود بلافاصله قبل از استفاده، تمام ظروف آزمایشگاهی مورد استفاده برای تهیه محلول های شیمیایی مادر (محلول های ذخیره)^۳ و استاندارد با نیتریک اسید رقیق شده گرم، به عنوان مثال $w = 10\%$ (HNO₃) به طور کامل شستشو و سپس چندین بار با آب (مطابق با زیربند الف-۴-۱) آبشویی شوند.

استفاده از پیت های پیستونی مجاز است و همچنین امکان تهیه حجم کم تری از محلول های واسنجی را فراهم می کند. استفاده از رقیق کننده ها نیز مجاز است.

برای اطلاعات دقیق تر در مورد ابزاربندی، به استاندارد ISO 17294-1 مراجعه شود.

الف-۶ روش های اجرایی

الف-۶-۱ تنظیمات دستگاه

پارامترهای دستگاهی سامانه ICP-MS را مطابق با دفترچه راهنمای سازنده تنظیم کنید. حداقل ۳۰ min منتظر بمانید تا پلاسما تثبیت شود و دستگاه در شرایط کار تنظیم شود.

برای راهنمایی به استاندارد ISO 17294-1 مراجعه شود.

برای انتخاب ایزوتوپ های مناسب (به جدول الف-۱ مراجعه شود)، از محلول بهینه سازی پیشنهادی برای بهینه سازی یا بررسی حساسیت و پایداری سامانه استفاده کنید. قدرت تفکیک و واسنجی جرم را هر چند وقت یکبار مطابق خواسته سازنده بررسی کنید. جرم اتمی نسبی و اصلاحات مربوطه را تعریف کنید. برای جلوگیری از اثرات حافظه، زمان های برداشت و آبشویی را تعریف کنید.

حالت استاندارد یا حالت طیف هلیم (تمایز انرژی جنبشی) قابل قبول است.

استفاده از استاندارد داخلی توصیه می شود. محلول استاندارد داخلی را قبل از آنالیز به محلول کنترل تداخل، محلول های واسنجی، محلول های واسنجی شاهد و تمام بخش های آزمایشی نمونه ها اضافه کنید یا اینکه با استفاده از پمپ واکنشگری نمونه دو کاناله، محلول استاندارد داخلی را به صورت آنلاین اضافه کنید. غلظت جرمی عناصر باید در همه محلول ها یکسان باشد.

الف-۶-۲ واسنجی

قبل از واسنجی، محلول شاهد را به مدت ۱۰ min آسپیره (مه گون) کنید تا پلاسما تثبیت شود. هنگامی که سامانه تحلیلی برای اولین بار مورد ارزیابی قرار گیرد، یک منحنی واسنجی برای سرب و کادمیوم با استفاده

1 -Falcon tubes
2 -Storage bottles
3- prepare stock

از حداقل پنج نقطه اندازه‌گیری (به‌عنوان مثال، محلول واسنجی شاهد و چهار محلول واسنجی در یک محدوده خطی) ایجاد کنید. توصیه می‌شود که محدوده واسنجی غلظت Pb/Cd نمونه را در برگیرد.

دامنه کاری باید بالاتر از حد کمیت (LOQ)^۱ باشد و اغلب در محدوده ۰٫۲ μg/l تا ۲۰۰ μg/l یا بخشی از آن است. برای کار روزانه، یک محلول شاهد و یک تا دو محلول واسنجی برای تنظیم نمودار واسنجی کافی است، اما اعتبار منحنی واسنجی را با یک نمونه مرجع تایید شده، یک نمونه استاندارد یا یک نمونه کنترل داخلی مناسب بررسی کنید.

برای جزئیات بیشتر به زیربند ۹-۲ استاندارد ISO 17294-1: 2004 مراجعه شود.

ضریب همبستگی رگرسیون خطی^۲ (r) باید مساوی یا بیش از ۰٫۹۹۸ باشد. اگر ضریب همبستگی کمتر از ۰٫۹۹۸ باشد، واسنجی را تکرار کنید.

الف-۶-۳ تعیین سرب و کادمیوم

پس از تعیین منحنی‌های واسنجی، قسمت‌های شاهد و محلول کنترل تداخل را برای ایجاد تصحیح تداخل یا بررسی وجود تداخل اندازه‌گیری کنید. نمونه‌های آزمون را اجرا کنید و اگر غلظت سرب و کادمیوم محلول‌های استخراج بالاتر از بالاترین نقطه واسنجی بود، مقدار مناسبی را برای کاهش غلظت در محدوده کاری با محلول آزمایش (مطابق با زیربند ۱۰-۳) و آب (مطابق با زیربند الف-۴-۱) رقیق کنید. به‌منظور داشتن ترکیب اسیدی مشابه با منحنی واسنجی. در فواصل کوچک کافی (به‌عنوان مثال، هر ۲۵ نمونه یا کم‌تر و در ابتدا و انتهای نمونه) دقت حداقل یک نمونه مرجع تایید شده، یک نمونه استاندارد یا یک نمونه کنترل داخلی مناسب را بررسی کنید. در صورت لزوم دوباره واسنجی کنید.

حد آشکارسازی (LOD)^۳ حداقل مقدار اندازه‌گیری است که سامانه اندازه‌گیری برای آن با یک احتمال اعلام شده در حالت اولیه قرار ندارد. LOD که به‌عنوان قابلیت تشخیص نیز گفته می‌شود، با ارجاع به حالت اولیه قابل اجرا تعریف می‌شود. مقدار اندازه‌گیری را می‌توان از مقدار شاهد تحلیلی با اطمینان ۹۹٪ متمایز کرد. همان‌طور که در فرمول (الف-۱) نشان داده شده، LOD به‌صورت میانگین مقدار خالی تجزیه‌ای (b_{ave}) به اضافه سه برابر انحراف استاندارد شاهد تجزیه‌ای (s_b) بیان می‌شود.

$$L_D = b_{ave} + 3s_b \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن:

L_D حد آشکارسازی می باشد.

1-Limit of quantification

2- Linear regression correlation coefficient

3-Limit of detection

b_{ave} میانگین مقدار شاهد تجزیه‌ای است: مقداری است که توسط یک نمونه شاهد تعیین می‌شود که فرآیند تحلیلی کامل شامل استخراج، پاک‌سازی، شناسایی و تعیین کمیت شامل تمام واکنشگرها و مواد مربوطه را پوشش می‌دهد.

s_b انحراف معیار ماده شاهد تجزیه‌ای است.

LOD ترجیحاً باید از b_{ave} شاهد تجزیه‌ای محاسبه شود. اگر این امکان پذیر نباشد، LOD را می‌توان از نسبت سیگنال به نویز (نوفه)^۱ محاسبه کرد.

LOQ حدی است که بالاتر از آن امکان کمی‌سازی اندازه‌گیری وجود دارد، که به‌صورت میانگین مقدار شاهد تجزیه‌ای به اضافه شش برابر انحراف معیار شاهد تجزیه‌ای بیان می‌شود. ضریب F به عدم قطعیت اندازه‌گیری پذیرفته‌شده بستگی دارد (به فرمول (الف-۲) مراجعه شود).

$$LQ = b_{ave} + F s_b \quad (\text{الف-۲})$$

که در آن:

LQ حد کمی‌سازی؛

b_{ave} میانگین مقدار شاهد تجزیه‌ای؛

s_b انحراف استاندارد نمونه شاهد تجزیه‌ای است.

LOQ ترجیحاً باید از b_{ave} شاهد تحلیلی محاسبه شود. اگر این امکان پذیر نباشد، LOQ را می‌توان از نسبت سیگنال به نویز محاسبه کرد.

الف-۷ محاسبات

غلظت جرمی برای هر عنصر با کمک نرم افزار دستگاه تعیین می‌شود. مراحل زیر را برای هر عنصر به‌طور مجزا انجام دهید.

الف- نرخ‌های شمارش را با توجه به معادلات مربوطه تصحیح کنید.

ب- برای نرخ‌های شمارش از محلول‌های واسنجی و واسنجی ماده شاهد حد مجاز در نظر گرفته شود و این امر به نرخ‌های شمارش محلول استاندارد داخلی مربوط شود. شیب و عرض از مبدا را تعیین کنید.

پ- غلظت جرمی نمونه‌ها را با کمک نرخ شمارش و نمودارهای واسنجی تعیین کنید.

با توجه به الزامات تعیین شده توسط کنترل کیفی تجزیه‌ای، تعیین غلظت جرمی با استفاده از نرم افزار دستگاه باید قابل تایید و مستند باشد. در تمام موارد، باید مشخص شود که کدام تصحیح با کمک نرم افزار انجام شده است.

1 - Signal-to-noise ratio

الف-۸ بیان نتایج

با توجه به دقت مقادیر اندازه‌گیری، تعداد قابل قبولی از ارقام معنادار را ذکر کنید، که البته نباید از سه رقم معنادار بیش‌تر باشد.

الف-۹ کنترل کیفیت

الف-۹-۱ حد آشکارسازی دستگاهی (L_{DI})

کوچک‌ترین غلظتی که می‌توان با یک احتمال آماری تعریف شده با استفاده از دستگاه بدون آلاینده و محلول واسنجی شاهد تشخیص داد.

الف-۹-۲ نمونه شاهد

نتیجه بررسی بر روی نمونه شاهد واسنجی باید در محدوده سه برابر حد آشکارسازی دستگاهی باشد.

الف-۹-۳ تایید واسنجی و افت^۱

نتیجه محلول‌های تایید واسنجی اولیه و مداوم نباید بیش از ۱۰٪ انحراف داشته باشد.

الف-۹-۴ فراوانی استاندارد داخلی

استاندارد داخلی نباید بیش از ۲۰٪ انحراف داشته باشد.

الف-۹-۵ تداخل

تأثیر بر مقدار اندازه‌گیری شده تداخل‌های هم‌بار، مولکولی و دارای بار مضاعف اصلاح‌نشده نباید از ۵٪ یا سه برابر حد آشکارسازی دستگاهی بیش‌تر باشد. مقادیر متوالی ضریب تصحیح نباید بیش از ۲۰٪ تفاوت داشته باشد.

الف-۱۰ دقت

یک آزمون بین آزمایشگاهی، در بین آزمایشگاه‌های مرجع اروپایی و کنترل رسمی برای مواد در تماس با غذا در سال ۲۰۱۴ میلادی، نتایج ارائه شده در جدول الف-۲ را ارائه داده است. نمونه مورد استفاده در آزمون بین آزمایشگاهی محلول استیک اسید اسپایک شده ۴٪ حجمی با عناصر گزارش شده در جدول الف-۳ می‌باشد.

جدول الف-۲ - داده‌های دقیق برای تعیین سرب و کادمیوم در محلول استیک اسید ۴ درصد در حجم با استفاده از ICP-MS

تکرار پذیری CV %	σ_r $\mu g/l$	تجدید پذیری CV %	σ_R $\mu g/l$	\bar{x} $\mu g/l$	n	l	عنصر
۲,۱۳	۰,۲۰	۱۰,۳۲	۰,۹۹	۹,۵۸	۱۱۴	۳۰	Pb
۱,۷۷	۰,۰۹	۴,۸۹	۰,۲۴	۴,۸۹	۱۱۱	۲۹	Cd
<p>l تعداد آزمایشگاه‌ها</p> <p>n تعداد مقادیر</p> <p>\bar{x} قوی‌ترین میانگین الف</p> <p>σ_R انحراف معیار تکثیر پذیری</p> <p>CV ضریب تغییر</p> <p>σ_r انحراف معیار تکرار پذیری</p> <p>سرب و کادمیوم در محلول‌های استیک اسید ۴٪ حجمی اندازه‌گیری شد.</p> <p>کلیه معیارهای دقت با استفاده از آمار قوی و بدون حذف موارد آپرت (مطابق با استاندارد ISO 5725-5) به دست آمد.</p> <p>الف Robust mean</p>							

جدول الف-۳ - نمونه مورد استفاده در آزمون بین آزمایشگاهی

غلظت الف $\mu g/l$	عنصر اسپایک شده ب	ماتریس نمونه (زمینه نمونه)
۹,۴۴	Pb	۴٪ بر حجم محلول استیک اسید
۴,۸۹	Cd	
۷۸۷	Ba	
۵۱,۴	Co	
۴۰,۱	Mn	
۷۰,۸	Ni	
۱۳,۰	As	
۷۲۷	Al	
<p>الف قوی‌ترین میانگین از نتایج مشارکت کنندگان</p> <p>ب Spiked element</p>		

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

روش تجزیه‌ای با استفاده از FAAS

ب-۱ کلیات

در این پیوست به توصیف یک روش تحلیلی توسط FAAS برای تعیین سرب و کادمیوم در محلول استخراجی پرداخته می‌شود.

ب-۲ اصول

تعیین سرب و کادمیوم توسط FAAS شامل مراحل زیر است:

۱- وارد نمودن محلول اندازه‌گیری به FAAS.

۲- اندازه‌گیری جذب.

۳- تعیین کمی سرب و کادمیوم پس از واسنجی با محلول‌های واسنجی مناسب.

روش براکتینگ^۱: روش تحلیلی شامل براکت کردن میزان جذب اندازه‌گیری شده یا خوانش ماشینی نمونه بین دو اندازه‌گیری انجام شده بر روی محلول‌های واسنجی غلظت‌های مجاور در محدوده کاری بهینه.

تابع واسنجی: تابعی که خوانش دستگاه جذب اتمی را، چه در جذب یا در واحدهای ماشینی دیگر، به غلظت سرب یا کادمیوم حاصل از خوانش محلول ذخیره سرب توسط دستگاه، مرتبط می‌کند.

ب-۳ واکنشگرها

تمام واکنشگرها باید از درجه تجزیه‌ای شناخته شده باشند.

ب-۳-۱ محلول ذخیره سرب

محلول‌های ذخیره تجزیه‌ای حاوی $1 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ سرب در لیتر تهیه کنید.

به‌طور جایگزین می‌توان از یک محلول AAS استاندارد شده تجاری سرب موجود استفاده کرد.

ب-۳-۲ محلول ذخیره کادمیوم.

محلول‌های ذخیره تجزیه‌ای حاوی $1 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ کادمیوم در لیتر تهیه کنید.

به‌طور جایگزین می‌توان از محلول AAS استاندارد کادمیوم تجاری موجود استفاده کرد.

1 -Bracketing technique

ب-۳-۳ محلول استاندارد سرب.

یک محلول استاندارد سرب با غلظت ۱۰۰ mgPb/l یا ۰/۱ g در لیتر سرب تولید کنید.

ب-۳-۴ محلول استاندارد کادمیوم.

یک محلول استاندارد کادمیوم با غلظت ۱۰۰ mgCd/l یا ۰/۱ g در لیتر کادمیوم تولید کنید.

محلول استاندارد را می‌توان در ظروف مناسب، کهنه و محکم بسته (مثلاً پلی اتیلن) به مدت ۴ هفته بدون افت کیفیت نگهداری کرد. ظروف جدید ممکن است با پر کردن با محلول استاندارد کهنه شوند و صبر کنید تا به مدت ۲۴ h بماند. محلول کهنه شده دور ریخته می‌شود.

برای تهیه محلول‌های واسنجی مناسب از طریق رقیق کردن محلول‌های ذخیره استاندارد با محلول آزمون، از پیپت‌های شیشه‌ای تک‌نشانه یا پیپت‌های پیستونی دقیق با حرکت ثابت، معمولاً ۱۰۰۰ μ l و ۵۰۰ μ l و ظروف شیشه‌ای حجمی مناسب (مثلاً ۵۰۰ ml تا ۲۰۰۰ ml) استفاده کنید.

محلول‌ها را در محفظه‌های مناسب و کهنه نگهداری کنید. این محلول‌ها را هر ۴ هفته تجدید کنید.

ب-۴ وسایل

طیف‌سنج جذب اتمی مجهز به منابع نوری (لامپ‌های تخلیه کاتد توخالی یا بدون الکتروود) مخصوص سرب و کادمیوم، تصحیح زمینه دستگاهی، و یک شکاف (تقریباً ۱۰۰ mm) یا سر مشعل جوشان. بازخوانی غلظت دیجیتالی می‌تواند استفاده شود. از شعله هوا-استیلن (اتین) و شرایط کاری توصیه شده توسط سازنده دستگاه استفاده کنید.

با استفاده از این شرایط، غلظت مشخصه (غلظتی که جذب ۰/۰۰۴۴ را می‌دهد) باید تقریباً ۰/۲ mg/l ($\pm 20\%$) برای Pb اندازه‌گیری شده در ۲۱۷ nm باشد.

در صورت مقتضی می‌توان از طول موج ۲۸۳/۳ nm برای تایید تجزیه‌ای سرب استفاده نمود.

ب-۵ روش‌های اجرایی

ب-۵-۱ واسنجی

طیف‌سنج جذب اتمی را مطابق دستورالعمل سازنده با استفاده از طول موج‌های ۲۱۷ nm برای تعیین سرب و ۲۲۸/۸ nm برای تعیین کادمیوم با تصحیح مناسب برای اثرات جذب زمینه تنظیم کنید.

در صورت مقتضی می‌توان از طول موج ۲۸۳/۳ nm برای تایید تجزیه‌ای سرب استفاده نمود.

غلظت صفر مجموعه محلول‌های واسنجی را آسپیره (مه‌گون) و به صفر تنظیم کنید. مجموعه محلول‌های واسنجی را که با رقیق‌سازی محلول استاندارد با محلول آزمون مطابق با زیربند ۳-۱۰ تهیه شده‌اند، آسپیره (مه‌گون) کنید و منحنی‌های واسنجی را در دامنه خطی آماده کنید.

دامنه‌های توصیه‌شده: 0.2 mg/l Pb تا 5 mg/l Pb ؛ 0.05 mg/l Cd تا 0.5 mg/l Cd .

ب-۵-۲ تعیین سرب و کادمیوم

طیف‌سنج را همان‌طور که قبلاً توضیح داده شد تنظیم کنید. آب آسپیره (مه‌گون) (مطابق با زبربند ۵-۱-۱) و سپس استیک اسید ۴٪ را آسپیره (مه‌گون) و بررسی کنید که جذب صفر است. محلول استخراج (مطابق با زبربند ۳-۷) را با محلول آزمون (مطابق با زبربند ۳-۱۰) مخلوط کرده و مقادیر جذب محلول‌های استخراج را ثبت کنید.

ب-۶ بیان نتایج

غلظت سرب یا کادمیوم، ρ_0 ، برحسب mg/l محلول استخراجی، با فرمول (ب-۱) داده می‌شود.

$$\rho_0 = \frac{(A - A_1)}{(A_2 - A_1)} \times (\rho_2 - \rho_1) + \rho_1 \quad (\text{ب-۱})$$

که در آن:

A جذب سرب یا کادمیوم در محلول استخراجی؛

A_1 جذب سرب یا کادمیوم در محلول براکتینگ پایینی؛

A_2 جذب سرب یا کادمیوم در محلول براکتینگ بالایی؛

ρ_1 جذب سرب یا کادمیوم، برحسب mg/l در محلول براکتینگ پایینی؛

ρ_2 جذب سرب یا کادمیوم، برحسب mg/l در محلول براکتینگ بالایی.

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

روش تجزیه با استفاده از ICP-OES

پ-۱ کلیات

در این پیوست به توصیف روش تجزیه‌ای ICP-OES برای تعیین سرب و کادمیوم در محلول استخراجی پرداخته می‌شود.

پ-۲ اصول

تعیین سرب و کادمیوم توسط ICP-OES شامل مراحل زیر است:

۱- وارد کردن یک محلول اندازه‌گیری به پلاسمای بسامد رادیویی برای ایجاد انحلال، متمیزه‌شدن و یونیزه شدن عناصر.

۲- تولید طیف‌های تابش‌های نشری مشخصه توسط یک ICP بسامد رادیویی.

۳- پراکندگی طیف‌ها توسط طیف‌سنج گریٹینگ و نظارت بر شدت خطوط با آشکارساز.

۴- پردازش سیگنال‌های آشکارساز با استفاده از سامانه مدیریت داده.

۵- تعیین کمی سرب و کادمیوم پس از واسنجی با محلول‌های واسنجی مناسب.

پ-۳ تداخل

پ-۳-۱ کلیات

انواع مختلفی از اثرات تداخلی ممکن است منجر به عدم دقت در تعیین عناصر شود که به آن‌ها اثرهای زمینه‌ای نیز گفته می‌شود.

تداخل‌ها را می‌توان به صورت زیر طبقه‌بندی کرد.

پ-۳-۲ تداخل‌های طیفی

این نوع تداخل‌ها در اثر نور سایر عناصر موجود در ماتریس ایجاد می‌شوند. خطا افزایشی است که معمولاً باعث خوانش اشتباه می‌شود. در مورد تأثیرهای زمینه، خوانش‌های کم نیز ممکن است رخ دهد. مهم‌ترین تداخل‌های طیفی برای هر دو سرب و کادمیوم در جدول پ-۱ ارائه شده است.

به دلیل تفاوت بین مدل‌های مختلف دستگاه‌های رضایت‌بخش، هیچ دستورالعمل دقیق عملیاتی دستگاہی ارائه نمی‌شود. در عوض، تجزیه‌کننده باید به دستورالعمل‌های ارائه شده توسط سازنده دستگاه خاص مراجعه کند.

جدول پ-۱- طول موج‌های توصیه‌شده و عناصر تداخلی برای سرب و کادمیوم

عناصر مداخله‌گر	طول موج nm	عنصر
Al, Co, Fe, Ti	۲۲۰،۳۵۳	Pb
Cr, Fe	۲۸۳،۳۰۵	
As, Cr, Fe, Sc, Sb	۲۱۴،۴۴۱	Cd
As, Co, Fe, Ni	۲۲۶،۵۰۲	
As, Co, Sc	۲۲۸،۸۰۲	

اگر شکل پیک در مقایسه با شکل پیک تولیدشده توسط یک محلول منفرد تغییر کند، یک دلیل آن می‌تواند هم‌پوشانی خط باشد. تغییرات زمینه با هم‌پوشانی طیف‌های شاهد، استانداردها و نمونه‌ها به بهترین شکل شناسایی می‌شوند. همچنین، مقایسه نتایج برای یک عنصر معین که در خطوط مختلف اندازه‌گیری می‌شود، تداخل طیفی را نشان می‌دهد.

پ-۳-۳ تداخل‌های غیرطیفی

پ-۳-۳-۱ تداخل فیزیکی

این تداخل‌ها عموماً به‌عنوان اثرات مرتبط با نبولیزاسیون نمونه و سایر فرآیندهای انتقال نمونه از ظرف نمونه به پلاسما در نظر گرفته می‌شوند.

این تداخل‌ها به دلیل تغییر در گران‌روی، چگالی و کشش سطحی ایجاد می‌شوند. ممکن است منجر به خطاهای قابل توجهی شوند، به‌ویژه در نمونه‌هایی که حاوی مواد جامد محلول و یا غلظت اسید هستند. این نوع تداخل‌ها را می‌توان با تطبیق ماتریس (اگر غلظت آنالیت‌ها به اندازه کافی بالا باشد، می‌توان از روش رقیق‌سازی نمونه استفاده کرد)، استفاده از یک استاندارد داخلی (به شرط عدم مواجهه با تداخل تحریک) و یا استفاده از روش افزودن استاندارد کاهش داد.

پ-۳-۳-۲ تداخل‌های تحریک

بسته به رابطه دمای اتاق (عملیات) با دمای پلاسما، تغییر دمای پلاسما در اثر ورود نمونه ممکن است باعث افزایش یا کاهش سیگنال شود. علاوه بر این، عناصری که به راحتی الکترون آزاد می‌کنند ممکن است چگالی الکترون را در پلاسما تغییر دهند، که این امر بر توزیع بین انتقال اتمی و یونی تأثیر می‌گذارد. فلزات قلیایی

(Na, K, Li) به شدت در برابر تداخل تحریک، به ویژه در دید محوری حساس هستند. این تداخلها را می توان با نگه داشتن دمای اتاق در 20 ± 2 °C کاهش داد.

پ-۳-۳-۳ تداخل های شیمیایی

این تداخلها با تشکیل ترکیب مولکولی، تغییر حالت اکسایش و اثرات املاح تبخیر حل شونده مشخص می شوند. این تداخلها بسیار نادر است. با این حال، در صورت مواجه شدن با آنها، ممکن است خطاهای جدی ایجاد کنند.

پ-۳-۳-۴ تشخیص تداخل های غیرطیفی

به منظور تشخیص تداخل های غیرطیفی، آزمون های بازیابی باید انجام شود.

۱- رقیق سازی

اگر غلظت آنالیت به اندازه کافی بالا باشد (حداقل ضریب ۱۰ بالاتر از حد تشخیص دستگاهی پس از رقیق سازی)، نتایج آنالیز یک رقت باید در $\pm 10\%$ درصد نتایج به دست آمده از نمونه رقیق نشده (یا در حد قابل قبولی باشد) مطابقت داشته باشد. حد کنترلی که برای آن ماتریس ایجاد شده است).

۲- اضافه شدن استانداردها (بازیابی اسپایک)

بازیابی یک اسپایک اضافه شده در حداقل سطح ۱۰ برابر حد تشخیص دستگاهی (حداکثر ۱۰۰ برابر) به تعیین اولیه باید بین ۸۰٪ تا ۱۲۰٪ یا در محدوده کنترل تعیین شده برای آن ماتریس باشد. اگر نه، ممکن است اثر ماتریس وجود داشته باشد.

استفاده از روش آنالیز جمع استاندارد معمولاً می تواند تداخل های غیرطیفی را جبران کند.

پ-۳-۳-۵ جبران تداخل های غیرطیفی با استفاده از استانداردهای داخلی

استفاده از استانداردهای داخلی در برخی موارد روش مناسبی برای تصحیح تداخل است. این رویکرد شامل افزودن مقدار مشخصی از یک ماده یا ماده به نمونه است. سپس نمونه تجزیه می شود و پاسخ ها برای تعیین کننده و استاندارد اضافه شده (داخلی) اندازه گیری می شوند. سپس از مشاهده استاندارد داخلی برای ارتباط سیگنال تعیین کننده با غلظت تعیین کننده استفاده می شود. تأثیر بر خطای تحلیلی و نوع خطای احتمالی با توجه به رویکرد دقیق اتخاذ شده متفاوت خواهد بود.

معمولاً یک واسنجی اولیه و مرسوم وجود دارد که پاسخ همه عناصر را به غلظت آنها مرتبط می کند. در نتیجه، هر تجزیه و تحلیل بعدی به استاندارد داخلی به عنوان وسیله ای برای تنظیم تغییرات در حساسیت دستگاه بستگی دارد، که احتمالاً ناشی از تغییر در جذب نمونه یا با رانش در پاسخ آشکارساز است. در اینجا، باید برای حذف عواملی (مانند کارایی تحریک) که بر استاندارد و یک یا چند عامل تعیین کننده به میزانهای متفاوتی تأثیر می گذارند، دقت کرد، زیرا این عوامل منجر به خطای سامانه ای می شوند. اگر اندازه پاسخ برای

استاندارد داخلی با تمام عناصر مورد علاقه یکسان باشد (که خیلی بعید است)، غیرخطی بودن پاسخ نیز می‌تواند منجر به خطا شود. این امر ممکن است شناسایی نشود، زیرا به‌ندرت می‌توان مجموعه‌ای از افزودنی‌های استاندارد داخلی ایجاد کرد.

در نتیجه، این رویکرد واسنجی خطای تصادفی را با تغییرات تصادفی مرتبط با استانداردسازی داخلی افزایش می‌دهد. با این حال، دقت کلی ممکن است همچنان ارجح باشد، زیرا کنترل مداوم، برای مثال، رانش می‌تواند انحراف استاندارد کل مشاهده شده را بهبود بخشد.

پ-۴ واکنشگرها

همه واکنشگرها باید دارای درجه تجزیه‌ای شناخته شده باشند.

برای تعیین عناصر در سطح اندک و بسیار اندک، از واکنشگرهایی با خلوص کافی استفاده کنید. توصیه می‌شود که غلظت آنالیت یا مواد مزاحم در واکنشگرها و آب در مقایسه با کم‌ترین غلظت مورد تعیین ناچیز باشد.

پ-۴-۱ آب، درجه ۱ مطابق با استاندارد ISO 3696 برای تمام آماده سازی‌ها و رقت‌های نمونه.

پ-۴-۲ استیک اسید، (CH₃COOH)، یخچالی، $\rho = 1.05 \text{ g/ml}$

پ-۴-۳ محلول آزمایش استیک اسید،، ۴٪ حجمی.

۴۰ ml استیک اسید (مطابق با زیربند پ-۳-۲) را با یک پیپت تک‌نشانه‌ای (مطابق با زیربند پ-۲-۶) به آب (مطابق با زیربند پ-۳-۱) اضافه کنید و تا ۱ l در یک بالن حجمی تک‌نشانه‌ای (مطابق با زیربند پ-۲-۵) پر کنید. این محلول باید تازه برای استفاده آماده شود. ممکن است مقادیر به نسبت بیش‌تری تهیه شود.

پ-۴-۴ محلول ذخیره عناصر (سرب، کادمیوم، استانداردهای داخلی).

محلول‌های ذخیره تک‌عنصری و محلول‌های ذخیره چند عنصری با مشخصات کافی که اسید مورد استفاده و روش آماده‌سازی را بیان می‌کنند، به‌صورت تجاری در دسترس هستند. به‌عنوان مثال، محلول‌های ذخیره عنصر با غلظت آنالیت ۱۰۰۰ mg/l مناسب هستند. این محلول‌ها به‌مدت یک سال پایدار در نظر گرفته می‌شوند، اما در مورد پایداری تضمین شده باید توصیه‌های سازنده را در نظر گرفت.

پ-۴-۵ محلول استاندارد سرب و کادمیوم: $\rho(\text{Pb}) = 100 \text{ mg/l}$ - $\rho(\text{Cd}) = 100 \text{ mg/l}$

با پیپت تک‌نشانه‌ای (مطابق با زیربند پ-۲-۶) ۱۰ ml از محلول ذخیره عنصر Pb و Cd به میزان ۱۰۰۰ mg/l به‌طور جداگانه یا با هم، با استفاده از پیپت در صورت لزوم، در یک بالن حجمی تک‌نشانه‌ای ۱۰۰ ml (مطابق با زیربند پ-۲-۵) وارد کنید. با محلول آزمایشی (مطابق با زیربند پ-۳-۳) به‌حجم برسانید و به بطری نگهداری مناسبی انتقال دهید.

یادآوری - محلول استاندارد را می‌توان در ظروف مناسب، کهنه و محکم بسته (مثلاً پلی اتیلن) به مدت ۴ هفته بدون افت کیفیت نگهداری کرد. ظروف جدید را می‌توان با پر کردن با محلول استاندارد و اجازه دادن به مدت ۲۴ h کهنه کرد. محلول کهنه دور ریخته می‌شود.

پ-۴-۶ محلول استاندارد داخلی

انتخاب عناصر برای محلول استاندارد داخلی به ماتریس نمونه بستگی دارد. توصیه می‌شود که میزان عنصر استاندارد داخلی در نمونه شاهد، نمونه‌ها و استانداردها بسیار کم یا صفر باشد. علاوه بر این، عنصر استاندارد داخلی و آنالیت باید در پلاسما رفتار مشابهی داشته باشد.

Y (ایتريوم) می‌تواند برای این منظور مناسب باشد.

دامنه غلظت مناسب استاندارد داخلی در نمونه‌ها و محلول‌های واسنجی ۱ mg/l تا ۱۰ mg/l است.

پ-۴-۷ واسنجی محلول سرب و کادمیوم

محلول واسنجی محلولی است که برای واسنجی دستگاه استفاده می‌شود و از محلول‌های موجود یا از یک استاندارد تایید شده تهیه شده است.

محلول‌های واسنجی پوشش دهنده دامنه کاری مورد نیاز را با رقیق کردن محلول‌های استاندارد عنصر با حجم مناسب ۴٪ حجمی محلول محلول استیک اسید آماده کنید تا ترکیب محلول‌های واسنجی با ترکیب محلول‌های نمونه آزمون برابر شود و اثر ماتریس به حداقل برسد. در صورت لزوم، قبل از افزایش حجم، یک محلول استاندارد داخلی کافی اضافه کنید.

پ-۴-۸ واسنجی محلول شاهد

محلول شاهد واسنجی به همان روش محلول‌های واسنجی تهیه می‌شود، اما آنالیت کنار گذاشته می‌شود. محلول شاهد واسنجی را با افزودن حجم کافی ۴٪ حجمی محلول محلول استیک اسید آماده کنید تا ترکیب محلول شاهد واسنجی با ترکیب نمونه آزمون برابر شود. در صورت لزوم، قبل از افزایش حجم، یک محلول استاندارد شاهد کافی اضافه کنید.

پ-۴-۹ واسنجی محلول بررسی

محلول بررسی واسنجی محلولی با ترکیب شناخته شده در دامنه محلول‌های واسنجی است. از یک منبع استاندارد متفاوت از استانداردهای واسنجی تهیه می‌شود. محلول باید در همان ترکیب اسیدی واسنجی‌ها و نمونه‌های آزمایشی تهیه شود.

پ-۵ وسایل

پ-۵-۱ طیف سنج نشر نوری پلاسما جفت شده القایی

سامانه ICP-OES شامل:

- سامانه وارد نمودن نمونه (پمپ، نیولایزر، محفظه پاشش)؛
- پلاسما جفت شده القایی (مولد بسامد رادیویی، سیم پیچ بار، مشعل)؛
- طیف سنج تابش‌های نشری کنترل شده توسط رایانه با تصحیح زمینه.
- تامین گاز آرگون - درجه خلوص بالا، یعنی بیش از ۹۹٫۹۹٪.

پ-۵-۲ لوازم جانبی

پایداری نمونه‌های آزمایشی و محلول‌های واسنجی تا حد زیادی به مواد ظرف بستگی دارد. مواد باید با توجه به هدف خاص بررسی شوند. برای تعیین سرب و کادمیوم در شیرابه‌های استیک اسید ۴٪ (با نسبت حجمی)، ظروف HDPE یا PTFE (مانند لوله‌های فالكون و بطری‌های ذخیره‌سازی) مجاز هستند. بلافاصله قبل از استفاده، تمام ظروف آزمایشگاهی مورد استفاده برای تهیه محلول‌های ذخیره و استاندارد باید با نیتریک اسید رقیق شده گرم، مثلاً $w(\text{HNO}_3)=10\%$ ، کاملاً شسته و سپس چندین بار با آب (مطابق با زیربند پ-۴-۱) آبشویی شوند.

استفاده از پیپت‌های پیستونی مجاز است و همچنین امکان تهیه حجم کم‌تری از محلول‌های واسنجی را فراهم می‌کند. استفاده از رقیق‌کننده‌ها نیز مجاز است.

پ-۶ روش‌های اجرایی

پ-۶-۱ تنظیم دستگاه

طبق دستورالعمل‌های سازنده، پارامترهای دستگاه ICP-OES را تنظیم کنید. دستگاه را با پارامترهای عملیاتی مناسب که در دفترچه راهنمای سازنده تعیین شده است تنظیم کنید. قبل از شروع صبر کنید تا دستگاه به پایداری حرارتی دست یابد. پیکربندی عملیاتی مناسب رایانه را آغاز کنید.

پ-۶-۲ واسنجی و تعیین Zn و Pb

با استفاده از محلول‌های واسنجی سرب و کادمیوم (مطابق با زیربند پ-۴-۷) دستگاه را مطابق با روش‌های توصیه‌شده سازنده ابزار، نمایه و واسنجی کنید.

برای اولین ارزیابی سامانه تجزیه‌ای، یک منحنی واسنجی برای سرب و کادمیوم با استفاده از حداقل پنج نقطه اندازه‌گیری (به‌عنوان مثال، محلول شاهد واسنجی و چهار محلول واسنجی) در یک محدوده خطی ایجاد کنید. محدوده واسنجی غلظت سرب و کادمیوم نمونه آزمون را پوشش می‌دهد.

محدوده کاری باید بالاتر از LOQ باشد. دامنه‌های پیش‌نهادهی: 0.05 mg/l Pb تا 20.0 mg/l Pb ؛ 0.05 mg/l Cd تا 2.0 mg/l Cd .

ضریب همبستگی رگرسیون خطی (r) باید مساوی یا بیش‌تر از 0.998 باشد.

برای کارهای روزانه، یک محلول شاهد و دو محلول واسنجی (یک محلول واسنجی با غلظت بالا و یک محلول واسنجی با غلظت پایین) برای تنظیم منحنی واسنجی کافی است. هنگام کار با دو استاندارد واسنجی، عملکرد واسنجی را در برابر نمونه‌ها با محلول بررسی واسنجی به‌گونه‌ای بررسی کنید که گویی یک نمونه است. اطمینان حاصل کنید که مقادیر غلظت از مقادیر واقعی بیش‌از $5\% \pm$ (یا محدودیت‌های کنترل تعیین شده، هر کدام که کم‌تر باشد) انحراف ندارند. اگر چنین باشد، توصیه‌های سازنده ابزار را برای اصلاح این وضعیت دنبال کنید.

غلظت جرمی برای هر عنصر با کمک نرم افزار دستگاه تعیین می‌شود. مراحل منفرد زیر را برای هر عنصر انجام دهید:

- یک نمودار واسنجی توسط سیگنال‌های تابش‌های نثری از محلول واسنجی شاهد و محلول‌های واسنجی ایجاد کنید.

- غلظت جرمی نمونه‌ها را با کمک تابش‌های نثری و نمودارهای واسنجی تعیین کنید.

- نتایج را با در نظر گرفتن غلظت جرم از محلول‌های شاهد واسنجی تصحیح کنید و تمام مراحل رقت را در محاسبات بگنجانید.

- محلول کنترلی واسنجی (مطابق با زیربند پ-۴-۹) و محلول شاهد واسنجی (مطابق با زیربند پ-۴-۸) را هر ۲۵ نمونه تجزیه کنید.

با توجه به الزامات تعیین شده توسط کنترل کیفی تجزیه‌ای، تعیین غلظت جرمی با استفاده از نرم افزار دستگاه باید قابل تایید و مستند باشد. در تمام موارد، باید مشخص شود که کدام تصحیح با کمک نرم افزار انجام شده است.

پ-۶-۳ بیان نتایج

طبق دقت مقادیر اندازه‌گیری، رقم‌های معنادار را تا حد قابل قبول بیان کنید که البته نباید بیش از سه رقم معنادار باشد.

کتابنامه

- [1] ISO 4531, Vitreous and porcelain enamels - Release from enamelled articles in contact with food- Methods of test and limits
- یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۶۶۳۲: سال ۱۳۹۹، پوشش های لعابی شیشه ای و چینی - انتشار مواد لعابی در تماس با مواد غذایی - روش های آزمون و حدود مجاز، با استفاده از استاندارد ISO 4531: 2018، تدوین شده است.
- [2] ISO 6486-2, Ceramic ware, glass-ceramic ware and glass dinnerware in contact with food - Release of lead and cadmium - Part 2: Permissible limits
- یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۷۷۷۵: سال ۱۳۹۳، ظروف سرامیکی، ظروف شیشه سرامیک و ظروف شیشه ای غذاخوری - آزاد شدن سرب و کادمیوم - قسمت ۱ - روش آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 6486-1: 1999، تدوین شده است.
- یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۷۷۷۵: سال ۱۳۹۳، ظروف سرامیکی، ظروف شیشه سرامیک و ظروف شیشه ای غذاخوری - آزاد شدن سرب و کادمیوم - قسمت ۲ - حد مجاز، با استفاده از استاندارد ISO 6486-2: 1999، تدوین شده است.
- [3] ISO 8288, Water quality - Determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead - Flame atomic absorption spectrometric methods
- [4] ISO 8391-1, Ceramic cookware in contact with food - Release of lead and cadmium — Part 1: Method of test
- [5] ISO 11885, Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)
- یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۴۸: سال ۱۳۸۷، کیفیت آب - اندازه گیری عناصر انتخاب شده به روش اسپکترومتری نشر نوری با پلاسمای جفت شده القایی، با استفاده از استاندارد ISO 11885: 2007، تدوین شده است.
- [6] ISO 17294-1, Water quality - Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS) - Part 1: General guidelines is permitted.
- یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۴۹۴۵: سال ۱۳۹۱، کیفیت آب - کاربرد طیف سنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی - قسمت ۱ - راهنمایی های کلی، با استفاده از استاندارد ISO 17294-1: 2004، تدوین شده است.
- [7] European directive 69/493/EEC Council Directive 69/493/EEC of 15 December 1969 on the approximation of the laws of the Member States relating to crystal glass
- [8] Scoping study on the release of metals from crystalware (in support of the revision of Ceramic Directive 84/500/EEC),” Mercedes Ana Peltzer, Giorgia Beldi, Natalia Jakubowska and Catherine Simoneau. Luxembourg: Publications Office of the European Union 2015
- [9] Scoping investigations on the release of metals from the rim area of decorated articles (insupport of the revision of Ceramic Directive 84/500/EEC),” Mercedes Ana Peltzer, Giorgia Beldi, Natalia Jakubowska and Catherine Simoneau. Luxembourg: Publications Office of the European Union 2015
- [10] Report of two Inter-laboratory comparisons from the European Reference Laboratory for Food Contact Materials - Elements from Food Contact Materials: ILC 03 2014 –

- Plastics and ILC 04 2014-Ceramics,” Giorgia Beldi, Mercedes Peltzer and Catherine Simoneau. Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2015
- [11] Study on the Release of Metals from Ceramics and Glass/Crystalware in Support of the Revision of Ceramic Directive 84/500/EEC - Part 1: Release of Metals from Ceramic Articles,” Peltzer Mercedes, Beldi Giorgia, Jakubowska Natalia, Simoneau Catherine EUR 27179 EN, Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2015
- [12] Precision criteria of methods for the quantification of metals migrated from Food Contact Materials: Pre-validation data derived from ILCs on elements representative for plastics and ceramics,” Giorgia Beldi, Natalia Jakubowska and Catherine Simoneau EUR 27827 EN, JRC100838, Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2016
- [13] Testing approaches for the release of metals from ceramic articles - In support of the revision of the Ceramic Directive 84/500/EEC,” Giorgia Beldi, Jakubowska Natalia, Mercedes Peltzer and Catherine Simoneau EUR 28363 EN, Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2016
- [14] Report on the inter-laboratory comparison exercise organised by the European Union Reference Laboratory for Food Contact Materials - Determination of elements in acetic acid solutions and in migration from ceramic and glass tableware,” Jakubowska Natalia, Giorgia Beldi, Catherine Simoneau and Eddo Hoekstra EUR 28690 EN, Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2017
- [15] Towards suitable tests for the migration of metals from ceramic and crystal tableware: Work in support of the revision of the Ceramic Directive 84/500/EEC”, Catherine Simoneau, Giorgia Beldi, Jakubowska Natalia, Mercedes Peltzer EUR 28872 EN, Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2017