

راهنمای نمونه برداری و آنالیز آلاینده‌های شیمیایی محیط کار (جلد ۴)



وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی
معاونت بهداشت
مرکز سلامت محیط و کار

(مطابق با آخرین ویرایش کتابچه راهنمای روش‌های آنالیز NIOSH)

ترجمه و تدوین:

گروه عوامل شیمیایی و سموم

مرکز سلامت محیط و کار

وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

سال ۱۴۰۴







- عنوان و نام پدیدآور : راهنمای نمونه برداری و آنالیز آلاینده های شیمیایی محیط کار (جلد ۴) : مطابق با آخرین ویرایش کتابچه راهنمای روش های ارزیابی NIOSH/ نویسنده جعفر جندقی... [و دیگران] ؛ ترجمه و تدوین گروه عوامل شیمیایی و سموم مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی.
- مشخصات نشر : تهران: وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی، ۱۴۰۴.
- مشخصات ظاهری : ۱۳۲ص: جدول.
- شابک دوره : ۹-۷۰-۵۹۶۴-۶۲۲-۹۷۸
- شابک جلد ۴ : ۷-۷۴-۵۹۶۴-۶۲۲-۹۷۸
- وضعیت فهرست نویسی : فیپا
- نویسندگان : جعفر جندقی، فریده گل بابایی، فاطمه صادقی گلوردی، فاطمه بهبویه جوزم، نفیسه نصیرزاده، سقراط عمری شکفتیک، منیره خادم، فرشید وفا، فرزانه مازوچی، مجتبی انفرادی، پیمان یاری، فرانک نجاریان
- یادداشت : کتابنامه.
- موضوع : آلاینده ها -- تجزیه و آزمایش
Pollutants -- Analysis
آلاینده ها
Pollutants
- شناسه افزوده : جندقی، جعفر، ۱۳۴۷-
- شناسه افزوده : ایران. وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی. مرکز سلامت محیط و کار. گروه عوامل شیمیایی و سموم
- شناسه افزوده : ایران. وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی
- شناسه افزوده : Iran. Ministry of Health and Medical Education
- رده بندی کنگره : ۱۹۳TD
- رده بندی دیویی : ۶۲۸/۵۲
- شماره کتابشناسی ملی : ۱۰۰۹۲۷۲۰
- اطلاعات رکورد کتابشناسی : فیپا

اعضای گروه ترجمه، تدوین و ویرایش

نام و نام خانوادگی	سمت
دکتر جعفر جندقی	مسئول طرح
دکتر فریده گلبابایی	ناظر طرح
دکتر فاطمه صادقی گلوردی	مجری طرح
مهندس فاطمه بهبویه	مجری طرح
دکتر منیره خادم	مترجم و ویراستار
مهندس سقراط عمری شکفتیک	مترجم و ویراستار
دکتر نفیسه نصیرزاده	مترجم و ویراستار
دکتر فرشید وفا	مترجم
مهندس فرزانه مازوچی	مترجم
مهندس مجتبی انفرادی	مترجم
مهندس پیمان یاری	مترجم
مهندس فرانک نجاریان	مترجم

درباره کتاب راهنمای روش‌های آنالیز NIOSH:

موسسه ملی ایمنی و بهداشت شغلی^۱ (NIOSH) یک آژانس فدرال در ایالات متحده بوده؛ که مسئول انجام تحقیقات و ارائه توصیه‌هایی برای پیشگیری از آسیب‌ها و بیماری‌های ناشی از کار است. NIOSH بخشی از مرکز کنترل و پیشگیری از بیماری^۲ (CDC) در دپارتمان سلامت و خدمات انسانی ایالات متحده می‌باشد. راهنمای روش‌های ارزیابی NIOSH (NMAM)^۳ مجموعه‌ای از روش‌های نمونه‌برداری و آنالیز معتبری بوده که در سطح جهان برای ارزیابی مواجهه‌های شغلی در زمینه بهداشت صنعتی (شغلی) و یا بهداشت حرفه‌ای استفاده می‌شود. روش‌هایی که در NMAM منتشر شده‌اند، با توجه به اهداف مواجهه در محیط‌های کاری، ارزیابی و اعتبارسنجی می‌شوند. روش‌های NIOSH در درجه اول به نمونه‌برداری و ارزیابی هوای محل کار می‌پردازند، اما NMAM برای نمونه‌های بیولوژیکی، سطحی، پوستی و فله‌ای نیز راهنماهایی را پیشنهاد می‌کند. در NMAM، به‌غیر از خود روش‌ها، فصل‌هایی وجود دارد که پیش‌زمینه و راهنمایی را ارائه می‌نماید؛ که تعدادی دیگر از موضوعات را نیز پوشش می‌دهد. این فصول؛ برای افرادی که از روش‌های NIOSH استفاده می‌کنند؛ اطلاعات ارزشمندی را درباره تضمین کیفیت، راهنمای نمونه‌برداری، توسعه و ارزیابی روش، جمع‌آوری آئروسل و ... فراهم می‌کنند. همچنین فصل‌های NMAM منبع مناسبی را ارائه می‌کنند؛ که اغلب می‌توانند اطلاعات فنی موجود در جاهای دیگر متن‌ها را تقویت نمایند. این راهنماها به طور مداوم به‌روزرسانی می‌گردد، زیرا این روش‌ها یا تجدیدنظر شده و یا روش‌های جدیدتری ایجاد می‌شوند. NMAM به صورت آنلاین در صفحه وب NIOSH (www.cdc.gov/niosh/nmam) منتشر شده و در سراسر جهان به صورت آنلاین و رایگان در دسترس است. کاربران می‌توانند برای اطلاع از جدیدترین روش‌ها و فصل‌های راهنمای نمونه‌برداری و آنالیز به وبسایت فوق مراجعه نمایند.

¹ The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH)

² Centers for Disease Control and Prevention (CDC)

³ The NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM)

پیشگفتار:

همگام با پیشرفت تکنولوژی و استفاده روز افزون از مواد شیمیایی در محیط کار، بروز اثرات نامطلوب ناشی از مواجهه با آنها نیز در میان شاغلین افزایش یافته است. به منظور کنترل مواجهه و کاهش اثرات نامطلوب ناشی از مواجهه با این مواد، لازم است پس از شناسایی، به ارزیابی خطرات و ریسک‌های بهداشتی ناشی از آنها پرداخته شود. بخش مهمی از فرآیند ارزیابی، اندازه‌گیری و تعیین مقدار کمی مواد شیمیایی است؛ که مطابق با روش‌های استاندارد ملی و بین‌المللی ارائه شده توسط سازمان‌های مرتبط انجام می‌گیرد. با توجه به این امر، در مجموعه حاضر روش‌های اندازه‌گیری و ارزیابی مهم‌ترین مواد شیمیایی مورد استفاده در محیط‌های کاری ارائه می‌شود؛ که می‌تواند مورد استفاده کارشناسان بهداشت حرفه‌ای فعال در زمینه‌های بازرسی، بخش خصوصی، صنایع و نیز کارشناسان آزمایشگاه‌های بهداشت حرفه‌ای قرار گیرد.

در تدوین این راهنما ضمن بهره‌گیری از آخرین دستاوردهای علمی، از تجربه کارشناسان و متخصصین حوزه ستادی مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت، اساتید برجسته دانشگاهی و همکاران فعال در حوزه بهداشت حرفه‌ای سراسر کشور استفاده شده است. تمام تلاش مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت این بود که محصولی فاخر و شایسته ارائه نماید؛ تا بتواند توسط همکاران در سراسر کشور و کاربران سایر سازمان‌ها و دستگاه‌های اجرایی و بعضاً عموم مردم قابل استفاده باشد. به هر حال این مجموعه نیز ممکن است دارای نواقص و کاستی‌هایی باشد؛ که بدینوسیله از همه متخصصین، کارشناسان و صاحب‌نظران ارجمند دعوت می‌شود با ارائه نظرات و پیشنهادات خود، ما را در ارتقاء سطح علمی و نزدیکتر کردن هر چه بیشتر محتوای این رهنمود به نیازهای روز جامعه یاری نمایند؛ تا در ویراست‌های بعدی بکار گرفته شود.

به منظور دسترسی بهتر کاربران به این مجموعه، فایل الکترونیکی این راهنما بر روی تارگه‌های وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی (وبدا) و مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت قرار گرفته و تنها نسخه‌های بسیار محدودی از آنها به چاپ رسیده است. بر خود وظیفه می‌دانیم که از زحمات تمام دست‌اندرکاران کارگروه ترجمه، تدوین و انتشار این راهنما، صمیمانه تشکر و قدردانی نموده و پیشاپیش از تمامی کسانی که با ارائه پیشنهادات اصلاحی خود، ما را در بهبود کیفیت این مجموعه یاری خواهند نمود؛ صمیمانه سپاسگزاریم.

دکتر جعفر جندقی

رئیس مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت

مقدمه مترجمان

تغییر در شیوه زندگی، نیاز به محصولات جدید و استفاده از تکنولوژی‌های نو، سبب گردیده؛ که فهرست مواد شیمیایی مورد مصرف در صنعت روز به روز فزونی یابد. علیرغم پیشرفت‌های علمی بشر در مورد شناخت و آگاهی از اثرات سوء مواد شیمیایی، در بسیاری از موارد، دانش انسانی در مورد آن‌ها محدود می‌باشد. از این رو لازم است نسبت به پایش مواجهه شاغلین و ثبت آنها اقدام گردد، تا بتوان در مقاطع زمانی مختلف همزمان با پایش‌های بیولوژیکی، داده‌ها و اطلاعات جمع‌آوری شده را به کمک متخصصین اپیدمیولوژی شغلی مورد تجزیه و تحلیل قرار داد. این داده‌ها همچنین می‌توانند ما را در بازنگری صحیح حدود مجاز مواجهه شغلی در آینده یاری نمایند. به منظور دستیابی به این هدف، همسان‌سازی روش‌های سنجش در سطح کشور، یک ضرورت دانسته می‌شود؛ تا بتوان با اطمینان نسبت به تحلیل نتایج سنجش و ارتباط آن با پایش‌های بیولوژیکی و اثرات زیان‌آور مواد شیمیایی در بین شاغلین اقدام نمود. این راهنما شامل هشت جلد می‌باشد که روش‌های نمونه‌برداری، آماده‌سازی و تجزیه نمونه‌های هوا، برای تعداد قابل توجهی از ترکیبات شیمیایی در آن‌ها ارائه شده است. در ابتدای هر جلد از کتاب، سرفصل کلی تمامی جلدها آورده شده‌است؛ تا کاربران بتوانند با مراجعه به هر جلد، روش مورد نظر خود را پیدا کرده و به آن استفاده نمایند. همچنین واژه‌نامه‌ای در انتهای تمامی جلدها تهیه شده‌است؛ که به ارائه اطلاعات درباره واژه‌ها، عبارات و اصطلاحات ارائه شده در این راهنما می‌پردازد. امید است بتوان در آینده، نسبت به تکمیل این راهنما و ارائه روش‌های معتبر در نمونه‌برداری و سنجش برای سایر ترکیبات شیمیایی و نیز بازنگری این مجموعه اقدام گردد.

جلد اول	جلد دوم
- مقدمه - هدف و دامنه - نحوه استفاده از راهنمای روش‌های نمونه‌برداری و آنالیز NIOSH - توسعه و ارزیابی روش‌ها - عدم قطعیت اندازه‌گیری و محدوده دقت روش NIOSH - ملاحظات کلی برای نمونه‌برداری از آلاینده‌های موجود در هوا - فاکتورهای موثر بر نمونه‌برداری آئروسول‌ها - نمونه‌برداری و خصوصیات بیوآئروسول‌ها	- اندازه منافذ فیلتر و جمع‌آوری نمونه آئروسول - سنجش الیاف - نمونه‌برداری از فلزات و آنالیز ترکیبات محلول فلزی - پایش دود ناشی از گازوئیل در محیط‌های کار - آنالیز نانولوله‌های کربنی و نانوالیاف موجود بر روی فیلترهای استرسولوزی مخلوط با میکروسکوپ الکترونی انتقالی - واژه نامه اختصارات، تعاریف و نمادها
جلد سوم (روش‌ها)	جلد چهارم (روش‌ها)
- ذراتی که در جای دیگر طبقه‌بندی نشده‌اند/ ذرات کل - وینیل استات - ترکیبات نیتروآروماتیک - اسید کلرواستیک - p-کلروفنول - فرمالدهید - کتون - آنیسیدین - متیل بروماید - گلووتارآلدهید - والرالدهید	- گازهای آلی و معدنی با طیف سنجی FTIR - ترکیبات آلی فرار از، C1-C10/ روش کانیستر - هیدروکینون - تیرام - روتنون - پیرتروم - بنزویل پروکساید - استریکنین - آرسنیک آلی - p-نیتروآنلین - ذرات دیزل (به عنوان کربن عنصری) - کربن سیاه - ترکیبات آلی قلع - بنزیدین و ۳،۳-دی متیل بنزیدین - سیالات فلزکاری (MWF)
جلد پنجم (روش‌ها)	
- کلریدهای متیل قلع - آفت‌کش‌های ارگانوفسفره - آفت‌کش‌های آلی نیتروژن - فرمالدئید روی گرد و غبار (چوب یا پارچه) - آرسین - فسفین - هیدروژن سیانید	- سولفوریل فلوراید - عناصر با استفاده از ICP (هضم با مایکروویو) - آمونیاک - سرب - مونوکسید کربن - عناصر با استفاده از ICP (هضم با مایکروویو) - عناصر با نمونه‌بردار کپسول داخلی سلولزی - آزیست و سایر الیاف با PCM

جلد هشتم (روش‌ها)	جلد ششم (روش‌ها)
- S- بنزیل مرکپتوریک اسید و S-فنیل مرکپتوریک اسید در ادرار - ۳- بروموپروپیونیک اسید در ادرار - تری کلرواستیک اسید در ادرار - آزبست (کریزوتایل) - متامفتامین و مواد مخدر غیرقانونی، پیش سازها - متامفتامین و داروهای غیرمجاز - بریلیم در سطح (به روش فلورومتري) - متامفتامین روی سطوح با روش کروماتوگرافی مایع/طیف سنجی جرمی	- اکسید روی - کروم شش ظرفیتی - کروم شش ظرفیتی - سیلیس کریستالی قابل استنشاق، توسط دستگاه مادون قرمز - کوارتز در گرد و غبار معدن ذغال سنگ قابل تنفس، توسط IR - کروم شش ظرفیتی بوسیله یون کروماتوگرافی - سرب - کروم شش ظرفیتی توسط اسپکتروفتومتري قابل حمل میدانی - بریلیم در هوا به وسیله فلورومتري - ذرات فلوراید و اسید هیدروفلوریک - اسیدهای فرار با کروماتوگرافی یونی - اسیدهای غیر فرار (اسید سولفوریک و اسید فسفریک) - تولوئن در خون - عناصر در بافت - فلوراید در ادرار - ۵و۲ هگزاندیون در ادرار - استن و متیل اتیل کتون در ادرار - تری کلرید بوتیلنتین در ادرار - O- کرزول در ادرار

جلد هشتم (روش‌ها)

- | | |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> - ان بوتیل گلیسیدیل - ترکیبات نیتروآروماتیک - پارا-کلروبنزوتری فلورید - پروپیلن اکسید - پیریدین - ترپن‌ها - تتراهیدروفوران - تربانتین - ئیدروکربن‌های هالوژنه - هیدروکربن‌های آروماتیک - ۱، ۱-دی‌کلرو-۱-نیترواتان - هیدروکربن‌هایی با نقطه جوش ۳۶-۲۱۶ درجه سانتیگراد - آلومینیوم و ترکیبات آن - استیک انیدرید - آمونیاک - کروم شش ظرفیتی - سیلیس کریستالی به روش اسپکتروفوتومتری - کروم شش ظرفیتی با اسپکتروفوتومتری قابل حمل - متانول - متیلن کلراید | <ul style="list-style-type: none"> - ۱ و ۲- بروموپروپان - ۱، ۱، ۲-تترابرومواتان - ۱، ۱، ۲-تتراکلرواتان - اسید استیک - استونیتریل - اکریلونیتریل - الکل ترکیب شده - الکل‌های نوع اول - الکل نوع دوم - الکل نوع سوم - الکل نوع چهارم - آلیل کلرید - آمین‌های آروماتیک - ترکیبات اتانول آمین - بتا-کلرو پرین - دی‌کلرودی فلوئورومتان - تری فلوئوروبرومومتان - استرها ی نوع اول - هیدروکربن‌ها - کتون‌های نوع اول - کتون‌های نوع دوم - متیل سلوسولو استات - نفتا |
|--|---|

گازهای آلی و معدنی توسط طیف سنجی FTIR..... Error! Bookmark not defined.

۴۷	ترکیبات آلی فرار، C1 تا C10، روش کانیستر
۶۱	هیدروکینون
۶۴	تیرام
۶۷	روتنون
۷۰	پیرتروم
۷۴	بنزویل پروکساید
۷۷	استریکینین
۸۰	آرسنیک، ارگانیک
۸۵	p- نیتروآنلین
۸۸	ذرات دیزل (به عنوان کربن عنصری)
۹۴	کربن سیاه
۹۸	ترکیبات آلی قلع
۱۰۵	بنزیدین و ۳،۳- دی متیل بنزیدین
۱۰۹	سیالات فلز کاری (MWF)

	گازهای آلی و معدنی توسط طیف سنجی FTIR ORGANIC AND INORGANIC GASES by Extractive FTIR Spectrometry	شماره روش: ۳۸۰۰ تاریخ انتشار شماره ۱: ۱۵ مارس ۲۰۰۳ تاریخ انتشار شماره ۲: ۱۳ ژانویه ۲۰۱۶
---	---	--

جدول ۱: RTECS جدول ۱: CAS	فرمول شیمیایی: جدول ۱ وزن مولکولی: جدول ۱
اسامی مترادف: به جدول ۱ مراجعه شود. ویژگی ها: جدول ۱ نوع ارزیابی: کامل	
حدود مجاز OSHA: 2 mg/m^3 NIOSH: $2 \text{ mg/m}^3/15 \text{ min}$	
سنجش روش سنجش: استخراج توسط طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FTIR) آنالیت: جدول ۱ (با توجه به اهداف داده ها و الزامات QA/QC، ترکیبات اضافی ممکن است شناسایی و تعیین شوند). فرکانس های آنالیز: به جدول ۲ مراجعه شود. کالیبراسیون: مطابق استانداردهای کالیبراسیون گاز شناسایی: تفسیر طیف FTIR و جستجوهای کتابخانه ای گسره: به جدول ۲ مراجعه شود. (بسته به ترکیب و طول مسیر جذب) حد تشخیص: به جدول ۲ مراجعه شود. دقت: به ضمیمه E مراجعه شود.	نمونه برداری نمونه بردار: تجهیزات قرائت مستقیم قابل حمل (در صورت نیاز دارای فیلتر) دبی: ۰/۱ لیتر در دقیقه تا ۲۰ لیتر در دقیقه (بسته به نوع سیستم) حداقل حجم نمونه: بسته به نوع سیستم حداکثر حجم نمونه: - فشار: بین ۹۶/۶ تا ۱۰۳ کیلو پاسکال (۷۲۵ و ۷۹۵ میلی متر جیوه) دما: بین ۱۰ تا ۳۰ درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: گاز نیتروژن یا هوای صفر
مراقبت های ویژه به مورد خاصی اشاره نشده است.	صحت محدوده مطالعه: به پیوست E مراجعه شود. تورش: به پیوست E مراجعه شود. دقت کلی: به پیوست E مراجعه شود. صحت: به پیوست E مراجعه شود.
کاربرد فواید روش های FTIR در نمونه های مربوط به هوای محیطی و مخلوط گازهای احتراقی ثابت شده است [۱، ۲]. با مشارکت یک تحلیلگر باتجربه می توان از این روش برای توصیف خصوصیات مخلوطی از ترکیبات فرار آلی و معدنی موجود در هوای محیط کار استفاده نمود (برای مثال به جدول ۱ مراجعه کنید).	
مداخله گر ها ممکن است همپوشانی طیف ها در جذب FTIR، بر مقدار هر ترکیب تأثیر بگذارد. از اینرو تحلیلگر با استفاده از تجزیه و تحلیل حداقل مربعات چند متغیره، می تواند غلظت صحیح ترکیباتی که سبب همپوشانی می شوند، را به دست آورد.	
روش های دیگر	

این روش براساس قسمت‌هایی از روش EPA320 و پیوست‌های آن [۳] می‌باشد که غلظت ترکیبات گازی را با کمک طیف سنجی FTIR توصیف می‌کند. چندین استاندارد ASTM که سازگار با این روش بوده نیز موجود است [۴،۵،۶،۷].

تجهیزات	مواد شیمیایی مصرفی
۱- سیستم طیف‌سنجی FTIR (منبع، اینترفرومتر سلول جذب نمونه و دتکتور) که برای جذب به کار می‌رود. حداقل پهنای خط تجهیزات (MIL) ۰/۲ سانتیمتر یا کمتر توصیه شده است. توجه: MIL ممکن است برای برخی گازهای ویژه تنظیم شود. برای به حداقل رساندن واکنش‌های بین سطح و آنالیت، سل با جنس مناسب و جذب داخلی انتخاب شود. ۲- سیستم کامپیوتری مجهز به سخت افزار و نرم افزار با قابلیت ذخیره اطلاعات و آنالیز نمودارها مورد نیاز است. ۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۱ تا ۱۰ لیتر بر دقیقه به همراه فیلترهای جذب مناسب ذرات ۴- تنظیم کننده‌های غیرقابل واکنش با گازها، شلنگ‌ها و لوله‌های نمونه برداری ۵- روماترها و سایر تجهیزات با حداقل ۵٪ دقت برای دبی‌های نمونه برداری و کالیبراسیون گازها ۶- اندازه‌گیری دما و کنترل تجهیزات برای اجزای سیستم نمونه برداری و سل نمونه برای IR توجه: تجهیزات کنترل دما اگر که دمای هوا کمتر از ۱۰ یا بیشتر از ۳۰ درجه سانتی‌گراد باشد مورد نیاز است. ۷- گیج فشار برای سنجش فشار مطلق در سل جذبی با صحت ۵٪ در فشار یک اتمسفر یا در فشار مطلق ۷۶۰ میلی‌متر جیوه مورد نیاز است. ۸- برای تست‌های سیستم (نه در شرایط نرمال) پمپ خلا، گیج (برای فشار مطلق ۱۰۰ میلی‌متر جیوه) و فیلترهای تنظیم کننده پرتو مادون قرمز، بین ۵۰٪ و ۲۵٪ مورد نیاز است.	۱- گاز نیتروژن یا هوای خالص، هوا با درجه خلوص بالا بهتر است. ۲- کالیبراسیون استاندارد با ۲٪ صحت یا بالاتر. غلظت مناسب وابسته به نوع ترکیب استفاده شده و طول مسیر جذب سیستم می‌باشد. برای اتیلن در نیتروژن، غلظت استاندارد به ازای هر متر، ۱۰۰ تا ۴۰۰ ppm توصیه شده است. برای مثال استاندارد ۴۰-۱۰ نیازمند ۱۰ متر سل جذبی می‌باشد. ۳- ممکن است نیتروژن مایع برای سرد کردن دتکتور ماوراء بنفش نیاز باشد. «به احتیاطات ویژه توجه شود»

احتیاطات ویژه

این روش نیازمند کاربرد گازهای تحت فشار و مایعات سیروژنیک و مواد شیمیایی سمی می‌باشد. این مواد خطرناک هستند و باید توسط افراد با تجربه و بر اساس استانداردهای موجود ایمنی جابه‌جا شوند. این روش به تمام شرایط ایمنی که مرتبط با فرآیند کار هستند، اشاره نمی‌کند. مسئولیت اجرای دقیق اصول ایمنی و بهداشتی بایستی متوجه کاربر و با عنایت به محدودیت‌های قانونی موجود در این زمینه باشد.

توجه: لطفاً به توضیحات و ضوابط، در خصوص روشی که در این متن استفاده شده توجه کنید. چندین روش تست سیستم FTIR که قبل از فرآیند انجام می‌شود، بایستی تکمیل گردد.

(پیوست‌های E, D, C, B) توضیحات عمومی در خصوص سیستم اسپکترومتری FTIR را ارائه می‌دهند.

ملاحظات و شرایط استاندارد آزمایشگاهی و نمونه‌هایی از محاسبات برای اجرای این روش مورد نیاز است.

مراحل قبل از آزمایش

- اقدامات زیر (مراحل یک و دو) بایستی تنها توسط یک فرد تحلیلگر با تجربه صورت پذیرد (پیوست A):
- ۱- شیوه عملکرد سیستم FTIR بایستی در خصوص میزان طول موج تولیدی، حداقل پهنای باند، طول مسیر جذب، زمان پاسخ سیستم، سطح منحنی باقیمانده و عملکرد دتکتور که در ضمیمه B تشریح شده است، بررسی گردد. اگر سیستم جدید بوده و یا به تازگی تعمیر و سرویس‌دهی شده باشد، موارد مندرج در ضمیمه B، قبل از شروع فعالیت بایستی صورت پذیرد.
 - ۲- تهیه طرح آزمایش یا تست: طرح بایستی شامل موارد ذیل باشد:
الف) وضعیت سیستم پیشنهادی، شامل طول مسیر جذب برای نمودارهای نمونه
ب) کیفیت اطلاعات دریافتی مناطق قابل تجزیه و شاخص LOD مورد انتظار برای هر نمونه (به جدول شماره ۲ ضمیمه E برای مشاهده شاخص‌های نمونه و شیوه محاسبات مراجعه گردد).
 - ج) نام تمام اپراتورها و آنالیزورها در مراحل سنجش، بایستی وجود داشته باشد. فرد آنالیز کننده باید تجربه لازم در خصوص تمامی مراحل که جهت انجام تست لیست گردیده، دارا بوده و توانایی انجام تمامی مراحل تست را داشته باشد. اپراتور هم بایستی تجربه لازم جهت اجرای مراحل ۱۳ و ۱۱-۱۰-۹-۸-۷-۶-۵-۴-۳ را که در زیر، لیست گردیده و ممکن است جزئی از انجام مراحل تست باشد، داشته باشد.
 - د) توانایی شکل‌دهی قسمت‌های مختلف سیستم، شاخص‌های RSA موجود و شاخص‌های LOD مرتبط که نقشی در کیفیت نتایج تست‌ها دارند را داشته باشند. (ضمیمه E را مشاهده فرمائید). اقدامات زیر مراحل ۱۳ و ۱۱-۱۰-۹-۸-۷-۶-۵-۴-۳ نیز بایستی توسط اپراتور یا فرد آنالیز کننده ماهر و باتجربه صورت پذیرد.
 - ۳- سیستم FTIR را بر اساس توصیه‌های شرکت تولید کننده، فعال نمائید. زمان لازم و کافی را جهت تنظیم منبع و دتکتور فراهم نمائید. در صورتی که نیاز باشد، اجازه دهید دستگاه به دما و پایداری لازم برسد.
 - ۴- اطمینان حاصل کنید که سیستم کامپیوتری برای ذخیره‌سازی اطلاعات به درستی برنامه‌ریزی شده باشد. اگر که سیستم موجود ظرفیت ذخیره‌سازی کامل نمودارهای IR را ندارد از طیف تک پرتو به جای آن استفاده کنید. به دقت و توانایی سیستم در تهیه پشتیبان‌گیری و مراحل اجرای آن توجه نمائید.
 - ۵- با دور زدن سیستم نمونه‌برداری، جریان نیتروژن یا هوای صفر به طور مستقیم به سلول جذب مادون قرمز می‌رسد، تا زمانی که پاسخ مادون قرمز و سطح رطوبت مورد نیاز پایدار شود.
 - ۶- از تمام سیستم FTIR (شامل تمام اجزای نمونه‌برداری جهت ثبت طیف جذبی جریان نمونه در نیتروژن و یا هوای خالص استفاده نمائید. زمان‌های برنامه‌ریزی شده جهت تعیین طیف نمونه را مشخص کنید. میزان دبی نمونه‌برداری و میزان تجاوز آن را، بر اساس مستندات زمان پاسخ تنظیم کنید. سیستم را بر اساس طیف صفر آزمایش نمائید؛ این طیف بیانگر عدم حضور سایر ترکیبات در فرآیند نمونه‌برداری و جذب در سل جذبی می‌باشد. اگر ترکیبی شناسایی شد، اجزای سیستم نمونه‌گیری و یا سلول جذب مادون قرمز را تمیز یا جایگزین نمائید و یک طیف صفر جدید ثبت کنید. اگر که ترکیبات حذف نشدند، نتایج حاصله بایستی بر اساس شاخص‌های LOD در حین اقدامات کنترل کیفیت بازنگری و تصحیح گردند (مراحل ۱۵، ۱۶ و ۱۷ را مشاهده نمائید).

کالیبراسیون

۷- با استفاده از سیستم نمونه‌برداری، دو یا چند طیف CTS پیش‌آزمون بدست آورید و از آنها برای محاسبه طول مسیر جذب سیستم استفاده کنید (پیوست B بخش B1). زمان مناسب را برای ایجاد طیف نمونه در نظر بگیرید. طول مسیر جذب را با در نظر گرفتن ۵٪ انحراف مشخص نمایید. دمای نمونه و فشار را بین ۳۰-۱۰ درجه سانتی‌گراد و فشار بین ۷۹۵-۷۲۵ میلی‌متر جیوه تنظیم نمایید.

۸- در صورت لزوم قبل از فرآیند نمونه‌برداری، بررسی سیستم زیر را انجام دهید. گاهی در صورت نیاز ممکن است لازم باشد صبر نمائیم، تا نتایج تست بعدی و روش‌های کنترل کیفیت به دست آید (مراحل ۱۴، ۱۵، ۱۶ و ۱۷ را مشاهده نمائید). اگر اینکار پس از نمونه‌برداری انجام شود، ممکن است نیاز به تجدید نظر در خصوص نتایج آزمایش و LOD ها داشته باشد.

الف- بررسی LOD: به کار بردن طیف صفر، محاسبه شاخص‌های RSA (پیوست B بخش B2 را ملاحظه نمائید) و شاخص‌های LOD (ضمیمه E بخش E1) که در آنها نواحی آنالیز شده برای تست نمونه‌ها مشخص می‌گردد. بررسی نمایید تا طول مسیر (مشاهده پیوست B بخش B1) شاخص‌های RSA موجود و شاخص‌های LOD با اهداف کیفیت داده آزمون مطابقت داشته باشند (پیوست E بخش E1 را ملاحظه کنید).

ب- بررسی تکرارپذیری عدد موج یک طیف اولیه از نمونه را ثبت کنید و محاسبات شرح داده شده در ضمیمه B، بخش B4 را انجام دهید.

نمونه‌برداری

۹- با استفاده از زمان‌بندی مشخص شده در طرح آزمایش، نمونه‌برداری کرده و طیف‌های مادون قرمز و گازهای محل کار را ثبت کنید. محل نمونه‌برداری ممکن است تغییر کند. برای آزمایش‌هایی که بیشتر از ۲ ساعت به طول می‌انجامد یا اگر سیستم FTIR در طول نمونه‌برداری جابه‌جا گردد، به پاسخ تک پرتوی سیستم دقت نمائید. اگر تغییرات بیشتر از ۵٪ در نواحی غیرجذب طیف تک پرتو رخ دهد، نمونه‌برداری را به حالت تعلیق در آورید و یک طیف پس‌زمینه جدید ثبت کنید (مرحله ۵ را ببینید). طیف‌های نمونه باید در هر ناحیه نمونه‌برداری برای مدت زمان a بدست آید، نه بازه زمانی کمتر از زمان پاسخگویی سیستم (به مستندات تست سیستم مراجعه کنید).

۱۰- مرحله ۶ را تکرار کنید، حداقل یک طیف صفر یا نیتروژن یا هوای صفر را بدست آورید، تا عدم حضور آلاینده در سیستم نمونه‌گیری تأیید شود.

۱۱- حداقل یک طیف CTS پس از آزمون ثبت کنید (مرحله ۷ مراجعه کنید)، تا وضعیت سیستم و جذب طول مسیر سیستم (تا ۵٪) تأیید شود.

۱۲- یک طیف پس‌زمینه پس از آزمون بدست آورید (این مرحله اختیاری است).

تحلیل نمونه

۱۳- با استفاده از نواحی تحلیلی مشخص شده در طرح آزمون، از تحلیل ریاضی مناسب استفاده نمایید. برای تعیین غلظت اولیه آنالیت و عدم قطعیت ۳σ، از طیف نمونه، طیف مرجع، طول مسیر جذب و فشار گاز به پیوست E مراجعه کنید.

توجه: طیف مرجع برای همه آنالیت‌ها باید الزامات QA/QC را برآورده کند، یا از آن هم فراتر رود.

پیوست D: کتابخانه مرجع باید شامل حداقل یک طیف استاندارد برای عدد موج و حداقل یک طیف CTS باشد.

جذب نمونه به دلیل حضور هر آنالیت، ممکن است از مقدار حداکثر CPP نشان داده شده در کتابخانه مرجع برای آن ترکیب بیشتر نباشد.

کنترل کیفی

روش‌های زیر (مراحل ۱۴، ۱۵، ۱۶، ۱۷ و ۱۸) فقط توسط یک فرد باتجربه انجام می‌شود.

۱۴- با استفاده از طیف‌های صفر، مقادیر RSA، LOD را محاسبه نموده (مراجعه به پیوست E) و در نواحی مربوطه آنالیت‌ها را تحلیل کنید.

بررسی کنید که طول مسیر سیستم، مقادیر RSA فعلی و LODهای کنونی با اهداف کیفیت داده در آزمون سازگار هست یا خیر!

با استفاده از هوای مناسب، آزمایش‌های تکرارپذیری و تفکیک‌پذیری را برای عدد موج شرح داده شده در پیوست B بخش‌های B3, B4 انجام دهید. اگر آزمایش‌های تکرارپذیری عدد موج یا نتایج تفکیک‌پذیری باهم همخوانی نداشته باشند، اقدامات اصلاحی مورد نیاز است (به مرحله ۱۷ مراجعه کنید).

۱۵- آنالیز کیفی و یا کمی طیف صفر در پیش‌آزمون و پس‌آزمون و تایید عدم موجود آلاینده در سیستم نمونه برداری را انجام دهید. اگر آلاینده‌هایی یافت شوند که دارای اهمیت قابل توجهی در جذب باشند، ممکن است اقدامات اصلاحی مورد نیاز باشد (به مرحله ۱۷ مراجعه کنید). انجام آنالیز کیفی و یا کمی طیف‌های CTS پس‌آزمون و پیش‌آزمون و تایید اینکه طول مسیر جذب سیستم در محدوده ۵٪ از مقدار ذکر شده در طرح آزمایش مورد نیاز است.

۱۶- بررسی کنید که طیف مرجع و نتایج بدست آمده با طرح آزمایش مطابقت دارند (مراجعه به پیوست D). اگر مطابقت نداشت، ممکن است اقدامات اصلاحی مورد نیاز باشد (مراجعه به مرحله ۱۷). همچنین نتایج آنالیز کمی نمونه را بررسی نمایید (مرحله ۱۳) و برخی از موارد مرتبط به آنها، از جمله غلظت‌های نسبتاً زیاد و نسبتاً کم، را بررسی کنید و به صورت لزوم به صورت دستی چک نمایید که طیف مرجع و نتایج با کیفیت داده‌ها مطابقت داشته باشد. به این ترتیب از عملکرد مناسب آنالیز اطمینان حاصل می‌شود. (همانطور که در پیوست A و E شرح داده شده است). تحلیل‌گر باید چنین طیف‌هایی را تولید کند و آنها به صورت بصری یا ریاضیاتی با طیف‌های نمونه مقایسه نماید.

۱۷- **اقدامات اصلاحی:** اگر نتایج مراحل ۱۶ و ۱۵، ۱۴ نشان دهد که اهداف طرح آزمایش به دست نیامده است، تحلیل‌گر ممکن است یک یا چند مورد از اقدامات زیر را انجام دهد:

- میانگین‌گیری طیف‌های متوالی برای کاهش RSA
 - استفاده از طیف مرجع آلاینده، در تجزیه و تحلیل ریاضی
 - توسعه آنالیت دقیق‌تر یا طیف مرجع تداخلی
 - استفاده از طیف مرجع برای ترکیبات اضافی در تجزیه و تحلیل ریاضی
 - استخراج نتایج از آنالیز آنالیت یا ترکیبات تداخلی که به وضوح در نمونه‌ها وجود ندارد.
 - عدم تفکیک یا تنظیم عدد موج در محدوده طیفی مرجع، برای مطابقت با طیف نمونه (یا بالعکس)
 - بازنگری در اهداف کیفیت داده‌های اصلی (آنهايي که در طرح آزمون گنجانده شده‌اند)
- توجه:** پس از انجام هر گونه اقدامات اصلاحی، تحلیل‌گر باید مراحل ۱۳، ۱۴، ۱۵ و ۱۶ را تکرار کند و مقدار LOD را برای هر آنالیت در ترکیب مجدداً ارزیابی نماید.

گزارش نویسی

الزامات گزارش؛ شامل غلظت آنالیت و مداخله‌گر، غلظت عدم قطعیت‌ها در طیف‌سنج FTIR، مکان‌ها و شرایط نمونه‌برداری، مناب‌ه مربوط به طیف مرجع، نتایج تجزیه و تحلیل طیفی CTS، نتایج اقدامات QA/QC و گواهی آنالیز برای کلیه گازهای استاندارد است. هر گونه تغییرات در روش‌های تست و داده‌های اصلی، باید در طرح آزمایش مستند و گزارش شوند.

ارزیابی روش

ارزیابی‌های میدانی با استفاده از روش‌های طیف‌سنجی FTIR، با توجه به روش EPA301، برای بسیاری از ترکیبات انجام شده است (مراجعه به مثال و منابع ۱ و ۲).

منابع:

- [1] EPA [1993]. Fourier transform infrared (FTIR) method validation at a coal fired boiler [www3.epa.gov/ttnemc01/ftir/reports/r03.html].
- [2] Reagen WK, Wright BD, Krueger DJ, Plummer GM [1999]. Fourier transform infrared method validation at a carbon bed solvent recovery unit for four gaseous hydrocarbons. Environ Sci Technol 33(10):1752–1759.

- [3] EPA [2014]. Method 320 — Measurement of vapor phase organic and inorganic emissions by extractive FTIR spectroscopy [www3.epa.gov/ttn/emc/methods/method320.html].
- [4] ASTM [2012]. D6348-12e1: Standard test method for determination of gaseous compounds by extractive direct interface fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. West Conshohocken, PA: ASTM International [www.astm.org].
- [5] ASTM [2015]. D1356-15b: Standard terminology relating to sampling and analysis of atmospheres. West Conshohocken, PA: ASTM International [www.astm.org].
- [6] ASTM [2006]. E168-06: Standard practices for general techniques of infrared quantitative analysis (withdrawn 2015). West Conshohocken, PA: ASTM International [www.astm.org].
- [7] ASTM [2013]. E1252-98(2013)e1: Standard practice for general techniques for obtaining infrared spectra for qualitative analysis. West Conshohocken, PA: ASTM International [www.astm.org].
- [8] EPA [2014]. Method 301 — Field validation of pollutant measurement methods from various waste media [www3.epa.gov/ttn/emc/methods/method301.html].
- [9] EPA [1993]. EPA reference absorbance spectra; EPA reference spectra interferograms [www3.epa.gov/ttn/emc/ftir/data.html].
- [10] NIST [2016]. Quantitative infrared database [webbook.nist.gov/chemistry/quant-ir/].
- [11] EPA [2016]. Software tools and viewers [www3.epa.gov/ttn/emc/ftir/tools.html].
- [12] Griffiths PR, De Haseth JA [1986]. Fourier transform infrared spectrometry. New York: Wiley.
- [13] Hamilton WC [1964]. Method of least squares and theory of linear hypotheses. In: Statistics in physical science; estimation, hypothesis testing, and least squares. New York: Ronald Press Co., pp. 124–145.
- [14] Plummer GM, Reagen WK [1996]. An examination of a least squares fit FTIR spectral analysis method. Unpublished paper (No. 96-WA65.03) presented at the 89th Annual Meeting of the Air and Waste Management Association, Nashville, TN, June 23–28.
- [15] EPA [2012]. EPA traceability protocol for assay and certification of gaseous calibration standards. Research Triangle Park, NC: U.S. Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, National Risk Management Research Laboratory, EPA/600/R-12/531 [cfpub.epa.gov/si/si_public_record_report.cfm?dirEntryId=245292].

نویسنده روش:

Grant M. Plummer, Ph.D. (Rho Squared), William K. Reagen, Ph.D. (3M), and Perry W. Logan (3M).

رفع مسئولیت: ذکر هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وب سایت های خارج از NIOSH به منزله تأیید NIOSH از سازمان های حامی یا برنامه ها یا محصولات آنها نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وب سایت ها ندارد. همه آدرس های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

جدول ۱. ترکیبات فرار و داده های شیمیایی

نام	مترادف	فرمول تجربی	وزن مولکولی	CAS NO.	RTEC NO.	نقطه جوش (°C)	فشار بخار (kPa) در دمای ۲۰ ° C	NIOSH	OSHA
استون	دی متیل کتون، پروپان کتون، ۲-پروپانون	$(CH_3)_2CO$	58.1	67-64-1	AL3150000	56	24	TWA 250 ppm (590 mg/m³) TWA 1000 ppm (2400 mg/m³)	TWA 250 ppm (590 mg/m³) TWA 1000 ppm (2400 mg/m³)
آمونیاک	آمونیاک بی آب، آمونیاک آبی، آمونیاک آبدار	NH_3	17.0	7664-41-7	BO0875000	-33	$1.01 \times 10^3 (26^\circ C)$	TWA 25 ppm (18 mg/m³) ST 35 ppm (27 mg/m³)	TWA 50 ppm (35 mg/m³)
بنزن	بنزول، فیل هیدرید	C_6H_6	78.1	71-43-2	CY1400000	80	10	Ca TWA 0.1 ppm ST 1 ppm	[1910.1028] TWA 1 ppm ST 5 ppm
۲-بوتانول	اتیل متیل کتون، MEK، متیل استون، متیل اتیل کتون	$CH_3COCH_2CH_3$	72.1	78-93-3	EL6475000	80	10.5	TWA 200 ppm (590 mg/m³) ST 300 ppm (885 mg/m³)	TWA 200 ppm (590 mg/m³)
دی سولفید کربن	بی سولفید کربن	CS_2	76.1	75-15-0	FF6650000	46	48 (25°C)	TWA 1 ppm (3 mg/m³) ST 10 ppm (30 mg/m³) [skin]	TWA 20 ppm C 30 ppm 100 ppm (30 min maximum peak)
اکسید اتیلن	دی متیلن اکسید؛ ۱،۲-اپوکسی اتان؛ اکسیران	C_2H_4O	44.1	75-21-8	KX2450000	11	146	Ca TWA <0.1 ppm (0.18 mg/m³) C 5 ppm (9 mg/m³) [10 min per day]	[1910.1047] TWA 1 ppm 5 ppm [15 min excursion]
فرمالدئید	متانال، متیل آلدهید، متیلن اکسید	H_2CO	30.0	50-00-0	LP8925000	-19.5	519 ± (3890 mmHg, 25°C)	Ca TWA 0.016 ppm C 0.1 ppm [15 min]	[1910.1048] TWA 0.75 ppm ST 2 ppm
n-هگزان	هگزان، هگزیل هیدرید، نرمال-هگزان	$CH_3(CH_2)_4CH_3$	86.2	110-54-3	MN9275000	69	17	TWA 50 ppm (180 mg/m³)	TWA 500 ppm (1800 mg/m³)
هیدروژن فلوراید	هیدروژن بی آب فلوراید؛ آبدار هیدروژن فلوراید (یعنی هیدروفلوریک اسید)؛ HF-A	HF	20.0	7664-39-3	MW7875000	20	122 (25 °C) TWA 3 ppm (2.5 mg/m³) C 6 ppm (5 mg/m³) [15min]	TWA 3 ppm (2.5 mg/m³) C 6 ppm (5 mg/m³) [15min]	TWA 3 ppm

جدول ۱. ادامه ترکیبات فرار و داده‌های شیمیایی

نام	مترادف	فرمول تجربی	وزن مولکولی	CAS NO.	RTEC NO.	نقطه جوش (°C)	فشار بخار (kPa) در دمای ۲۰ ° C	NIOSH	OSHA
-----	--------	-------------	-------------	---------	----------	---------------	--------------------------------	-------	------

TWA 200 ppm (260 mg/m ³)	TWA 200 ppm (260mg/m ³) ST 250 ppm (325 mg/m ³) [پوست]	12.3	65	PC1400000	67-56-1	32.0	CH ₃ OH	کاربینول، کلمبیا الکل، متانول، روح پیروالین، الکل چوب، چوب نفتا، روح چوب	متانول
TWA 25 ppm ST 125 ppm	Ca	47.4	40	PA8050000	75-09-2	84.9	CH ₂ CL ₂	دی کلرومتان، متیلن دی کلراید	متیلن کلراید
	TWA 25 ppm (46mg/m ³) توجه: REL برای قرار گرفتن در معرض زیاله گاز بیهوشی	5.06 × 10 ³	-88.5	QX1350000	10024- 97-2	44.0	N ₂ O	دی نیتروژن مونوکسید، هیپونیتروس اسید انیدرید، خندیدن گاز	اکسید نیتروژن
TWA 100 ppm C 200 ppm 600 ppm 5 دقیقه حداکثر اوج در هر ۳ ساعت	TWA 50 ppm (215 mg/m ³) ST 100 ppm (425 mg/m ³)	0.67	145	WL3675000	100-42-5	104.1 ‡	C ₆ H ₅ CH=CH ₂	اتنیل بنزن، فنیل اتیلن، مونومر استایرن، استایرول، وینیل بنزن	استایرن
TWA 5 ppm (13 mg/m ³)	TWA 2 ppm (5 mg/m ³) ST 5 ppm (13 mg/m ³)	330	-10	WS4550000	7446-09- 5	64.1	SO ₂	اسید سولفور انیدرید، گوگرد اکسید، اکسید گوگرد	دی اکسید گوگرد
		3.27 × 10 ³ ‡ (24500 mmHg, 25 °C)	-75.9§	KX4000000	116-14-3	100.0 ‡	F ₂ C=CF ₂	تترافلورواتن؛ پرفلورواتیلن؛ پرفلورواتن؛ T FE	تترا فلورواتیلن
TWA 200 ppm (590 mg/m ³)	TWA 200 ppm (590 mg/m ³) ST 250 ppm (735 mg/m ³)	19.3	66	LU5950000	109-99-9	72.1	C ₄ H ₈ O	دی اتیلن اکسید؛ ۱،۴-اپوکسی بوتان؛ تترا متیلن اکسید؛ THF	تتراهیدروفوران

جدول ۱. ترکیبات فرار و داده‌های شیمیایی

نام	مترادف	فرمول تجربی	وزن مولک ولی	CAS NO.	RTEC NO.	نقطه جوش (°C)	فشار بخار (kPa) در دمای ۲۰ °C	NIOSH	OSHA
تولون	تولون متیل بنزن، متیل بنزول، فنیل متان، تولوول	$C_6H_5CH_3$	92.1	108-88-3	XS5250000	111	3.8 (25 °C)	TWA 100 ppm (375 mg/m ³) ST 150 ppm (560 mg/m ³)	TWA 200 ppm C 300 ppm 500 ppm (10 min maximum peak)
تری کلرواتیلن	اتیلن تری کلرید، TCE، تری کلرواتن، تریلین	$CLCH=CCL_2$	87	79-01-6	KX4550000	87	7.8	Ca	TWA 100 ppm C 200 ppm 300 ppm (5 min maximum peak in any 2 h)
وینیلیدین فلوراید	دی فلورو-۱،۱- اتیلن؛ ۱،۱-دی فلوئورواتن. ۱،۱-دی فلوئورواتیلن؛ هالوکربن A؛ ۱۳۲ VDF؛ وینیلیدین دی فلوراید	$F_2C=CH_2$	-83	75-38-7	KW0560000	-83	3.57×10^3 * (35.2 atm)	TWA 1 ppm C 5 ppm [use 1910.1017]	
m-Xylene	دی متیل بنزن؛ متا زایلن؛ Xylol	$C_6H_4(CH_3)_2$	139	108-38-3	ZE2275000	139	0.7	TWA 100 ppm (435 mg/m ³) ST 150 ppm (655 mg/m ³)	TWA 100 ppm (435 mg/m ³)
o-Xylene	۱،۲-دی متیل بنزن؛ ارتو زایلن؛ Xylol	$C_6H_4(CH_3)_2$	144	95-47-6	ZE2450000	144	0.7	TWA 100 ppm (435 mg/m ³) ST 150 ppm (655 mg/m ³)	TWA 100 ppm (435 mg/m ³)
p-Xylene	۱،۴-دی متیل بنزن؛ پارا زایلن؛ p-Xylol	$C_6H_4(CH_3)_2$	138.4	106-42-3	ZE2625000	138.4	0.9	TWA 100 ppm (435 mg/m ³) ST 150 ppm (655 mg/m ³)	TWA 100 ppm (435 mg/m ³)

جدول ۲. داده‌های مادون قرمز برای ترکیبات جدول ۱

Reference Spectrum Source	Maximum RSA§(cm ⁻¹)	Maximum concentration at 10 m‡ (ppm)	LOD at 10 m† (ppm)	Reference Spectrum Filename*	Analytical Region (cm ⁻¹)	ماده
EPA **	0.0211	148	0.95	192mav01.spc	1163 to 1265	استون
3M††	0.0363	470	0.77	nh3mav01.spc	998 to 1131	آمونیاک
EPA **	0.036	149	0.32	015mav01.spc	3000 to 3150	بنزن
3M††	0.0233	463	0.27	mekmav01.spc	1127 to 1235	۲-بوتانول
EPA **	0.0123	151	0.13	028mav01.spc	2109 to 2200	دی سولفید کربن
EPA **	0.0025	138	0.11	084mav01.spc	3059 to 3070	اکسید اتیلن
EPA ** ‡‡	0.0267	1125	0.4	087bb.spt	2727 to 2844	فرمالدئید
EPA **	0.0639	150	0.1	095mav01.spc	2778 to 3051	n-هگزان
3M††	0.15	15.8	0.93	21hfrav	4034 to 4206	هیدروژن فلوراید
EPA **	0.0447	151	0.28	104mav01.spc	941 to 1100	متانول
EPA **	0.062	150	0.31	117mav01.spc	701 to 789	متیلن کلراید
3M††	0.0301	904	0.36	n2omav01.spc	1226 to 1333	اکسید نیتروژن
EPA **	0.0363	150	1.84	147mav01.spc	738 to 944	استایرن
NIST§§	0.1394	~200§§	0.35	so2.spc	1290 to 1410	دی اکسید گوگرد
3M††	0.093	25.7	0.17	tfemav05.spc	1080 to 1215	تترا فلورو اتیلن
3M††	0.0782	41	0.18	thf405.spc	2750 to 3085	تترا هیدرو فوران
EPA **	0.0499	463	1.16	tolmav01.spc	701 to 768	تولون
3M††	0.1071	464	0.43	tcemav01.spc	762 to 966	تری کلرواتیلن
3M††	0.093	25.7	0.21	dfemav05.spc	1080 to 1215	وینیلیدین فلوراید
EPA **	0.0377	146	1.36	172mav01.spc	782 to 805	m-زایلن
EPA **	0.0444	150	0.65	171mav01.spc	709 to 781	o-زایلن
EPA **	0.0561	151	1.17	173mav01.spc	749 to 840	p-زایلن

* در محاسبات LOD استفاده می شود.

† LOD تقریبی برای طول مسیر جذب ۱۰ متر. مقادیر معمولی RSA، مناطق تحلیلی نقل شده، و داده های طیفی مرجع نقل شده برای محاسبه LOD، مطابق با معادله E1، استفاده شد.

توجه: LOD ممکن است از آزمایشگاهی به آزمایشگاه دیگر، از تحلیلگری به تحلیلگر دیگر، از ابزاری به ابزار دیگر و روز به روز متفاوت باشد. بنابراین، هر گونه تعیین مقدار باید در شرایط یکسان که برای آنالیز نمونه استفاده می شود، گزارش گردد. مقادیر زیر فقط تخمین های محافظه کارانه از عملکرد مورد انتظار این روش هستند.

‡ حداکثر ppm.m مقدار موجود برای ترکیب در طیف مرجع است.

§ حداکثر RSA در مناطق تحلیلی مشخص شده، مطابق با مقادیر LOD، به پیوست E، بخش E1 مراجعه کنید.

*** به منبع ۹ مراجعه کنید. میانگین جذب و مقادیر غلظت استاندارد پذیرفته شده برای طیف های با غلظت پایین. نمودارها به اندازه ۰/۵ کوتاه شدند و از آپادیزاسیون مثلی استفاده شده است.

†† داده های موجود از نویسندگان.

‡‡ طیف مرجع EPA ثبت شده در ۱۰۰ درجه سانتی گراد [۹].

پایگاه داده مادون قرمز کمی NIST [۱۰]. حداکثر غلظت ذکر شده برای دی اکسید گوگرد بر اساس مطالعات طیفی، با وضوح ۰/۵ در آپادیزاسیون مثلی است. جذب غیر خطی منجر به خطاهای کمتر از ۱۰٪ در ppm.m ۱۰۰۰ می شود.

پیوست A – اصطلاحات

جذب (Absorbance) – بر حسب شدت برخورد I₀ و شدت انتقال I، میزان جذب A از رابطه $A = -\log(I/I_0)$ محاسبه می شود.

از یک جفت طیف تک پرتو FTIR B (طیف پس‌زمینه) و طیف S (طیف نمونه)، جذب نمونه برای هر عدد موج (با شاخص i) در طیف برابر است با $A_i = -\log(I_{si}/I_{Bi})$

خطی بودن جذب (Absorbance linearity) — ویژگی طیف جذب (ایده آل)؛ برای چنین طیفی، جذب اندازه‌گیری شده توسط قانون بیر توصیف می‌شود. (معادله C1)

نوار جذب (Absorption band) — یک ناحیه عدد موجی به هم پیوسته از طیف (به طور معادل، مجموعه‌ای از نقاط طیف جذبی) که در آن جذب از یک میزان حداکثری یا یک سری حداکثر عبور می‌کند.

سلول جذب (Absorption cell) — ساختاری که حاوی یک نمونه سیال است، اما اجازه می‌دهد نور از نمونه در دما، فشار و طول مسیر جذب مشخص، عبور کند.

طول مسیر جذب (Absorption path length) — فاصله اندازه‌گیری شده در جهت انتشار پرتو تابشی، بین سطح نمونه‌ای که انرژی تابشی روی آن فرود می‌آید و سطح نمون ای که انرژی تابشی از آن خارج می‌شود.

قابلیت جذب (Absorptivity) — اندازه‌گیری کسری از تابش فروسرخ فرودی که توسط یک ترکیب خاص در هر مولکول و در طول مسیر جذب، جذب می‌شود. معادله C1 را ببینید.

تحلیلگر (Analyst) — فردی آشنا و با تجربه در اجرای تمام جنبه‌های روش مبتنی بر FTIR است. تحلیلگران ممکن است یک بخش یا چندین بخش خاص از روش را اجرا کنند.

آنالیت (Analyte) — ترکیبی که غلظت آن در نمونه مورد توجه است و باید کمیت آن دقیق تعیین شده باشد.

ناحیه تحلیلی (Analytical region) — یک ناحیه عدد موج پیوسته (به طور معادل، مجموعه‌ای از نقاط جذبی به هم پیوسته در طیف) که در آنالیز کمی برای یک یا چند آنالیت استفاده می‌شود.

توجه: نتایج کمی برای یک آنالیت منفرد، ممکن است بر اساس داده‌های چندین ناحیه از طیف داده بدست آید.

دیافراگم (Aperture) — یک دستگاه نوری که از نظر فیزیکی قطر پرتو نور را محدود می‌کند.

آپادیزاسیون (Apodization) — اصلاح اینترفروگرام از طریق افزایش آن توسط یک تابع وزن، که اندازه آن با موقعیت عنصر متحرک تداخل‌سنج متفاوت است.

طیف پس زمینه (Background spectrum) — طیف تک پرتویی که با وجود تمام ترکیبات، ولی بدون حضور نمونه به دست می‌آید (ا در حضور گاز غیر جاذب جایگزین نمونه).

خط مبنا (Baseline) — هر خط (یا تابع صاف عدد موج) که روی یک طیف جذبی، برای ایجاد یک نقطه مرجع که نشان دهنده تابعی از توان تابشی بر روی یک نمونه در یک طول موج باشد.

قانون بیر (Beer's law) — تناسب مستقیم جذب یک ترکیب در نمونه همگن با غلظت آن.

گاز استاندارد کالیبراسیون (Calibration transfer standard gas: CTS) — گاز ترکیبی استاندارد که برای اندازه‌گیری طول مسیر جذب نمونه استفاده می‌شود.

ترکیب (Compound) — ماده‌ای با ساختار مولکولی متمایز و منحصر به فرد.

غلظت (Concentration) — مقدار موجود یک ترکیب در یک نمونه است که براساس واحد "ppm" (عدد، یا مول، پایه) بیان می‌شود و معادل مبنای حجمی برای گازهای ایده آل است.

محصول طول مسیر غلظت (Concentration-path length product: CPP) — حاصل ضرب ریاضی غلظت و طول مسیر جذب، برای یک طیف مرجع. برای طیف‌های نمونه، مقداری است که مستقیماً از قانون بیر تعیین می‌شود. واحد آن "قسمت در میلیون در متر" (ppm.m) است.

اهداف کیفیت داده (Data quality objectives) — پارامترهای مربوط به کاربرد خاصی از این روش، از جمله مقادیر تخمینی LOD برای هر ترکیب است.

حل و فصل کردن (Deresolve) - برای تشکیل طیف‌هایی با وضوح کمتر (بالاترین پهنای کامل در نیم حداکثر) از طیف‌هایی با وضوح بالاتر (کمتر از عرض کامل به نصف حداکثر) استفاده می‌شود.

خطی بودن آشکار ساز (Detector linearity) - مشخصه یک آشکار ساز IR (ایده آل)؛ در چنین آشکار سازی، ولتاژ خروجی اندازه‌گیری شده است، هنگامی که در برابر کل IR در یک سیگنال IR باند پهن بر روی آشکار ساز رسم می‌شود، یک خط مستقیم را تشکیل خواهد داد.

طیف دو پرتو (Double-beam spectrum) - یک طیف عبورس یا جذبی است که از تقسیم طیف تک پرتو نمونه تو سط طیف پس زمینه به دست می‌آید.

نکته: اصطلاح "دو پرتو" در جای دیگری برای نشان دادن طیفی استفاده می‌شود که در آن نمونه و تداخل نگارهای پس زمینه به طور همزمان جمع‌آوری می‌شوند. اینجا اصطلاح مسیرهای جذب به طیفی اشاره می‌کند که در آن نمونه و پس زمینه وجود دارد. تداخل نگارها در زمان‌های مختلف در طول یک مسیر جذب جمع‌آوری می‌شوند.

قابل استخراج (Extractive) - نوع طیف‌سنجی که شامل استخراج و انتقال یک جریان نمونه از گاز، در یک مکان خاص به سلول جذبی و جداسازی نمونه در سلول جذبی در فرآیند آنالیز است. انواع دیگر طیف‌سنجی که در آن نمونه در سلول جذبی جدا نمی‌شود، شامل تکنیک‌های «remote»، «open path» و «local open path» هستند.

تبدیل فوریه سریع (Fast Fourier transform: FFT) - تقریب گسسته (دیجیتال) به تبدیل فوریه. شامل فاکتورگیری داده‌های اصلی در ماتریس‌های پراکنده که عمدتاً حاوی صفر هستند.

فیلتر (Filter) - (۱) و سیله‌ای ساخته شده از مواد بی اثر است که ذرات فاز جامد و مایع را به صورت فیزیکی از جریان گاز حذف می‌کند. (۲) یک و سیله نوری که بخشی از انرژی تابشی، از آن منتقل می‌شود. فیلترهای "چگالی خنثی" و "مش" کسری تقریباً ثابت از تمام طول موج‌های تابش را در یک محدوده مشخص منتقل می‌کنند.

فرکانس (ν) (Frequency) - تعداد دورها در واحد زمان. برای نور $\nu = C/\lambda$ ، تعریف می‌شود. در این فرمول C سرعت نور و λ طول موج نور است. بر خلاف سرعت و طول موج که وابسته به محیط واسطه هستند، فرکانس نور مستقل از محیطی است که نور از آن عبور می‌کند. عبارت "فرکانس" اغلب برای نشان دادن عدد موج (w)، در طیف‌سنجی FTIR استفاده می‌شود، زیرا (در محیط فعال) عدد موج با فرکانس متناسب است.

تبدیل فوریه (Fourier transform) - فرآیند ریاضی برای تبدیل یک تابع دامنه-زمان (غیر گسسته) به یک تابع دامنه-فرکانس یا بالعکس است.

تبدیل فوریه فرو سرخ (Fourier transform infrared: FTIR) - یک سیستم تحلیلی که از یک منبع میانه استفاده می‌کند. تابش مادون قرمز، تداخل سنج، سلول نمونه با طول مسیر جذب شناخته شده، آشکار ساز مادون قرمز، عناصر نوری که تشعشعات مادون قرمز را بین اجزاء انتقال می‌دهند و یک سیستم کامپیوتری برای پاسخ آشکار ساز در طول زمان (اینترفروگرام) توسط تبدیل فوریه پردازش می‌شود، تا نمایشی از توان مادون قرمز در مقابل فرکانس مادون قرمز به دست آید.

طیف‌سنجی (FTIR spectrometry) - استفاده از یک سیستم FTIR برای انجام اندازه‌گیری‌های کمی.

سیستم FTIR - ترکیبی از یک طیف سنج FTIR و یک رابط نمونه.

پیکربندی سیستم (FTIR system configuration) - مجموعه‌ای از پارامترهای مورد نیاز برای بازتولید، تا حد امکان، از یک سیستم خاص FTIR در زمان بعدی حاصل می‌شود. این مجموعه شامل (حداقل) MIL اسمی، طول مسیر جذب، تابع آپودی‌زاسیون، دمای گاز، فشار گاز، ضریب پر شدن صفر، اعداد موج اندازه‌گیری شده، باندهای جذب، منابع طیف‌های کتابخانه مرجع، زمان ادغام، نوع آشکار ساز و شماره سریال، بهره آشکار ساز (شامل تنظیمات سخت افزاری و نرم افزاری) است.

زمان پاسخگویی سیستم FTIR (FTIR system response time) - حداقل زمان لازم برای خروجی یک سیستم FTIR برای منعکس کردن صحیح تغییر ناگهانی در ترکیب گاز نمونه.

عرض کامل در نصف حداکثر (full-width-at-half-maximum (FWHM)) - برای یک پهنای جذب متقارن، پهنای کامل عرض براساس اعداد موج (cm^{-1}) در 50% حداکثر سطوح جذب نسبی آن تعریف می‌شود.

ایمپنجر (impinger) - دستگاه جمع آوری نمونه، ساخته شده از مواد بی اثر، که جریان گاز را از فاز مایع عبور می‌دهد.

آشکارساز مادون قرمز (infrared detector) - دستگاهی که (در حالت ایده آل) ولتاژی متناسب با کل توان فروسرخ وارد شده بر روی آن را تولید می‌کند. مثال‌ها عبارتند از: ۱) آشکارساز جیوه-کادمیم-تلورید (MCT) که نیاز به خنک کردن دارد (و اغلب تا دمای نیتروژن مایع خنک می‌شود) و ۲) آشکارساز تری گلیسین سولفات دوتره شده (DTGS) که اغلب در دمای محیط، کار می‌کند.

منبع مادون قرمز (Infrared source) - دستگاهی که الگویی با شدت و طول موج پایدار از تابش مادون قرمز در طیف گسترده‌ای از طول موج‌های مادون قرمز ساطع می‌کند. رشته‌های با دمای بالا یا عناصر سرامیکی، در ارتباط با اپتیک‌های فوکوس مناسب، اغلب استفاده می‌شوند.

زمان ادغام (Integration time) - کل زمانی است که نتایج تداخل سنجی اسکن‌های منفرد برای تولید یک تداخل گرا (و طیف‌های تک پرتو و دو پرتوی بعدی آن) به طور میانگین محاسبه می‌شود. اکثر بسته‌های نرم‌افزاری به جای زمان ادغام، تعداد اسکن‌ها را انتخاب می‌کنند. زمان ادغام تقریباً برابر است با (اما همیشه کمتر از) بازه زمانی که تعداد اسکن انتخاب شده در آن واقعاً اجرا می‌شود.

مداخله گر (Interferant) - ترکیبی که حضور آن در یک طیف نمونه باید برای تعیین دقیق یک یا چند غلظت از آنالیت مورد نظر شناسایی شود، اما غلظت آن نیازی به تعیین دقیق ندارد.

اینترفروگرام (Interferogram) - ثبت پاسخ آشکارساز IR به جزء سیگنال تداخل که به عنوان تابعی از تاخیر، اندازه‌گیری می‌شود.

تداخل سنج (Interferometer) - دستگاهی که یک پرتو انرژی تابشی را به دو یا چند مسیر تقسیم می‌کند، یک اختلاف مسیر نوری بین پرتوها ایجاد می‌کند و آنها را دوباره ترکیب می‌کند تا تکرار شوند.

حداکثر و حداقل تداخل به عنوان عقب ماندگی نوری متفاوت است.

الگوریتم برازش حداقل مربعات (least squares fitting (LSF) algorithm:LSF) - محاسبه‌ای که به موجب آن یک یا چند غلظت از ترکیب در یک طیف نمونه با به حداقل رساندن مجذور خطای قانون بیر در یک منطقه تحلیلی تعریف شده، تخمین زده می‌شود.

حد تشخیص (limit of detection:LOD) - تخمینی از کمترین غلظت قابل تشخیص یک آنالیت خاص بر اساس RSA در سیستم FTIR و جذب یکپارچه آنالیت برای یک منطقه تحلیلی انتخاب شده.

پهنای خط (linewidth) - به "عرض کامل در نصف حداکثر" و "حداقل پهنای خط ابزار" مراجعه نمایید.

شیر اندازه‌گیری (metering valve) - شیر گازی که امکان تنظیم مجدد نرخ جریان گاز را در حد 2% از سرعت جریان کامل فراهم می‌کند.

مادون قرمز میانی (Mid-infrared) - ناحیه‌ای از طیف الکترومغناطیسی در بازه تقریباً 400 cm^{-1} تا 5000 cm^{-1}

حداقل پهنای خط ابزار (Minimum instrumental linewidth:MIL) - برای یک طیف سنج FTIR و پیکربندی سیستم FTIR، حداقل FWHM اندازه‌گیری شده برای هر باند جذبی می‌باشد. در اعداد موج، MIL اغلب به عنوان تاخیر بیان شده در سانتی‌متر تخمین زده می‌شود. MIL به انتخاب تابع apodization (هموارسازی ناپیوستگی‌ها در ابتدا و انتهای رکورد زمانی نمونه برداری شده) بستگی دارد و اغلب بزرگتر از MIL برآورد شده از تاخیر است.

سلول دارای چند روزنه (Multi-pass cell) - یک سلول جذبی که از آینه برای عبور تابش مادون قرمز از نمونه گاز، بیش از یکبار استفاده می‌کند. این منجر به طول مسیر جذب بزرگتر از طول فیزیکی می‌شود.

اپراتور (Operator) - فردی آشنا و با تجربه در اجرای برخی از جنبه‌های روش مبتنی FTIR است. اپراتورها ممکن است بخش‌های زیادی از این روش را انجام دهند، اما اجرای بخش‌های خاصی روش باید توسط یک «تحلیلگر» انجام شود.

پیک (Peak) - به "باند جذب" مراجعه کنید.

آنالیز کیفی (Qualitative analysis) - بررسی طیف‌های نمونه برای تعیین وجود یا عدم وجود ترکیبات خاص در یک نمونه.
آنالیز کمی (Quantitative analysis) - تخمین غلظت واقعی یک مجموعه خاصی از ترکیبات، با استفاده از یک مجموعه خاص از نواحی تحلیلی.

طیف مرجع (Reference spectra) - طیف جذب گازها با ترکیبات شیمیایی شناخته شده و ثبت شده براساس طول مسیر جذب، که در آنالیز کمی نمونه‌های گاز استفاده می‌شود.

مساحت مربع باقیمانده ((Residual square area (RSA) - اندازه‌گیری نویز (تصادفی و سیستماتیک) و یا مصنوعات طیفی برای یک طیف جذبی در برخی از مناطق تحلیلی. برای یک تعریف ریاضی به پیوست B، بخش B2 مراجعه کنید. تعریف ریاضی RSA را می‌توان برای تخمین LOD یک ترکیب معین که با پیکربندی سیستم FTIR معین اندازه‌گیری می‌شود، استفاده کرد.

تاخیر (Retardation) - تفاوت مسیر نوری بین دو پرتو در یک تداخل‌سنج. همچنین به عنوان "تفاوت مسیر نوری" یا "تاخیر نوری" شناخته می‌شود. در مورد تداخل‌سنج استاندارد مایکلسون، تاخیر به سادگی دو برابر مسافتی است که توسط یک آینه در تداخل‌سنج در طول اسکن حرکت می‌کند.

روتامتر (Rotameter) - دستگاهی که نرخ جریان حجمی یک گاز را با جابجایی عمودی جسم معلق توسط جریان گاز نشان می‌دهد.

رابط نمونه (Sample interface) - بخشی از سیستم FTIR که با نمونه و/یا گازهای کالیبراسیون در تماس است. این شامل پروب نمونه، فیلتر نمونه، خط نمونه، پمپ نمونه، دریچه‌های گاز، سطوح داخلی سلول جذب، گیج فشار، روتامتر نمونه، خطوط هواکش و اجزای کالیبراسیون (سیلندرهای گاز، تنظیم کننده ها و روتامترها) است.

محل نمونه برداری (Sampling location) - نقطه‌ای در فضا که گازهای نمونه وارد رابط نمونه می‌شوند.

پوسته پوسته شدن (Scaling) - استفاده از یک عامل ضربی برای مقادیر جذب در یک طیف.

اسکن (Scan) - نمایش دیجیتالی از خروجی آشکارساز

طیف تک پرتو (Single-beam spectrum) - اینترفروگرام تبدیل شده با فوریه، پاسخی در مقابل عدد موج است که نشان دهنده آشکارسازی نسبی می‌باشد.

توجه: اصطلاح "تک پرتو" در جاهای دیگر برای نشان دادن هر طیفی که در آن تداخل‌نگارهای نمونه و پس‌زمینه در یک مسیر جذب فیزیکی ثبت می‌شوند، استفاده می‌شود. چنین استفاده‌ای، چنین طیف‌هایی را از طیف‌هایی که با استفاده از تداخل‌نگارهای ثبت‌شده در امتداد دو مسیر جذب فیزیکی مجزا ثبت شده‌اند، متمایز می‌کند (به «طیف پرتو دوگانه» در بالا مراجعه کنید). در اینجا، این اصطلاح (برای مثال) به دو طیفی که مستقیماً در محاسبه طیف عبور و جذب نمونه استفاده می‌شود، اطلاق می‌گردد.
طیف سیستم صفر (system zero (SZ) spectrum) - طیف جذبی از گاز غیرجذبی (نیتروژن یا هوای صفر) که با استفاده از آن بخش‌هایی از رابط نمونه‌برداری، برای بدست آوردن گازهای نمونه واقعی به دست می‌آید.

انتقال (Transmittance) - نسبت توان تابشی ارسال شده توسط نمونه به توان تابشی وارد بر نمونه. در طیف‌سنجی FTIR با تشکیل نسبت نمونه تک پرتو و طیف پس زمینه بوده و اغلب به صورت $T \times 100\%$ در نمایش‌های طیفی ارائه می‌شود.

عدم قطعیت (Uncertainty) - یک کمیت ریاضی تعیین شده در یک روش LSF، که برای تخمین خطای احتمالی در تعیین غلظت نمونه در یک روش استفاده می‌شود.

طول موج (wavelength, λ) - فاصله فیزیکی بین ماکزیمم‌های متوالی در طیف امواج الکترومغناطیسی است. طول موج و سرعت نور به محیطی که نور از آن عبور می‌کند بستگی دارد.

عدد موج (Wavenumber, w) - عکس طول موج، همچنین تعداد طول موج‌های نور در واحد طول، که معمولاً بر حسب واحد cm^{-1} بیان می‌شود. همانطور که در مورد سرعت و طول موج نور صدق می‌کند، عدد موج به محیطی که نور از آن عبور می‌کند بستگی دارد. (پیوست C، بخش C4 و «فرکانس» را در این پیوست ببینید).

تنظیم عدد موج (Wave number adjustment) - تخصیص مجدد مقادیر cm^{-1} مرتبط با طیف های تک پرتو و یا دو پرتو، تنظیمات ممکن است به صورت محلی با جابجایی یا کشش مقیاس عدد موج انجام شود، یا با تغییر عدد موج لیزر در طول FFT کشیده شود.

سلول سفید (White cell) - نام جایگزین برای یک سلول جذب چند پاسی (به "چند پاس" در بالا مراجعه کنید) که برگرفته از نام مخترع آن است.

پیوست B: تست های مربوط به سیستم

این رویه ها باید حداقل یک بار در سیستم های جدید یا سیستم های تعمیر یا تغییر یافته (تعویض قطعات، جداسازی و مونتاژ مجدد و غیره) انجام شود. آزمایش های شرح داده شده در بخش های B2 و B4 نیز باید در طی مراحل آماده سازی قبل از آزمون یا فرآیندهای

تضمین کیفیت تکرار شوند. در همه موارد، سیستم FTIR را فعال کنید و زمان کافی برای تثبیت منبع مادون قرمز، آشکارساز و (در صورت نیاز) سیستم‌های کنترل دما را فراهم سازید.

B1: طول مسیر جذب

یک یا چند طیف جذبی از یک گاز CTS (اتیلن در 200 ppm·m تا 300 ppm·m) در دما و فشار یک طیف CTS مرجع از همان ترکیب بدست آورید. برای هر طیف، طول مسیر جذب مشخص شده را محاسبه کنید؛

$$L_S = \frac{L_R P_R A_S}{P_S A_R} \quad (\text{فرمول B1})$$

در این فرمول:

L_S = طول مسیر که با طیف CTS نمونه (m) نشان داده شده است،

L_R = طول مسیر طیف CTS مرجع (m)،

A_S = مساحت طیف نمونه CTS (cm^{-1}),

A_R = مساحت طیف مرجع CTS (cm^{-1}),

P_S = فشار طیف CTS نمونه (kPa)،

P_R = فشار طیف مرجع CTS (kPa).

هنگامی که چندین طیف CTS در دسترس است، به میانگین نتایج تک طیفی اختصاص دهید. طول مسیر طیف CTS مرجع و غلظت مورد استفاده باید براساس طیف چندگانه و با کیفیت بالا باشد. استانداردهای گاز و اندازه‌گیری طول فیزیکی را در نظر بگیرید (به پیوست D، بخش D5 مراجعه کنید). تحلیلگر باید معیارهایی را برای انتخاب ناحیه تحلیلی و روش اصلاحی بکار گرفته شده، مستند نماید.

B2: مساحت مربع باقیمانده

توجه: اگر محاسبات زیر در حین آزمایش یا به عنوان بخشی از روش‌های QC انجام شود (مراحل ۱۴، ۱۵، ۱۶، و ۱۷)، آنها را با استفاده از طیف هوای فضای کاری به جای "بخار آب" انجام دهید. از زمان ادغام انتخاب شده برای آزمایش میدانی در ضبط طیف‌های شرح داده شده در زیر استفاده کنید. طیف پس زمینه‌ای از گاز نیتروژن خشک یا هوای صفر را ضبط کنید. با استفاده از ایمپنجر مناسب، نیتروژن را مرطوب کنید. یا جریان هوا را صفر کنید و یک طیف تک پرتو را با فشار مطلق بین ۹۶/۶ کیلو پاسکال و ۱۰۳ کیلو پاسکال (۷۲۵ میلی متر جیوه و ۷۹۵ میلی متر جیوه) ثبت کنید. طیف جذب این نمونه بخار آب را تشکیل دهید.

$$A_{RS} = \frac{w_p - w_q}{q - p + 1} \sqrt{\sum_{i=p}^{i=q} \frac{R_i^2}{q - p}} \quad (\text{فرمول B2})$$

RSA دارای ابعادی (cm^{-1}) است و به عنوان معیاری برای جذب نویزهای طیفی یکپارچه و مصنوعات تفریق آب در ناحیه تحلیلی عمل می‌کند. RSA با جذب کل یک ترکیب در همان ناحیه برای تخمین LOD ترکیب مورد مقایسه قرار می‌گیرد. (به پیوست D، بخش D9 و پیوست E، بخش E1 مراجعه کنید).

در محاسبه‌ای که در بالا توضیح داده شد، فرض می‌شود که علاوه بر آنالیت‌ها، آب تنها جاذب مادون قرمز در نمونه‌ها است و تنها یک آنالیت در هر ناحیه تحلیلی جذب می‌شود. اگر آنالیت‌ها یا تداخل‌کننده‌های دیگر وجود داشته باشند، RSA محافظه‌کارانه‌تر را می‌توان با افزودن جذب ترکیبات اضافی به طیف با استفاده از مجموعه‌ای از طیف‌های مرجع مناسب، سپس کم کردن جذب آنها با استفاده از مجموعه‌ای از طیف‌های مرجع متفاوت، تخمین زد.

B3: حداقل پهنای خط ابزاری

سلول جذب را تا فشار زیر ۱۳/۳ کیلو پاسکال (۱۰۰ میلی متر جیوه) تخلیه کرده و پس زمینه را ثبت کنید. طیف نمونه هوای محیط کار را با فشار مطلق تقریباً ۴۰ کیلو پاسکال (۳۰۰ میلی متر جیوه) است، تهیه نمایید. طیف جذب این نمونه را ثبت کنید. اندازه گیری در پهنای خط FWHM، در حداقل دو خط بخار آب انجام می شود. (برای مثال، خطوط نزدیک به 1918 cm^{-1} و 2779 cm^{-1}). MIL، میانگین اندازه گیری های FWHM است.

B4: تکرارپذیری عدد موج

توجه: اگر این محاسبه در طول آزمایش یا به عنوان بخشی از روش های QC انجام شود (به مراحل ۶ و ۱۰ مراجعه کنید)، این تعیین ها را با استفاده از طیف هوای فضای کاری به جای بخار آب انجام دهید.

طیف جذب شرح داده شده در بخش B2

همانطور که در بخش B2 توضیح داده شده است، با استفاده از یک طیف بخار آب ثبت شده، مقادیر عدد موج مرکزی W_{S1} و W_{S2} را برای جذب بخار آب تعیین کنید. قله های نزدیک به 1918 cm^{-1} و 2779 cm^{-1} پیشنهاد شده اند، اگرچه هر خطوط جدا شده دیگری نیز که دارای عدد موج 500 cm^{-1} یا بیشتر باشند نیز مناسب هستند. این نتایج را با مقادیر عدد موج مرکزی WR_1 و WR_2 برای ویژگی های جذب مشابه در استاندارد شماره موج بخار آب مرتبط با کتابخانه مرجع مقایسه کنید، تا در آنالیزهای کمی به شرح زیر استفاده شود: تکرارپذیری عدد موج RW، را برای هر یک از دو باند جذب به صورت محاسبه نمایید.

$$R_{Wi} = |W_{Ri} - W_{Si}| \quad (\text{فرمول B3})$$

برای $i = 1, 2$ حداکثر این دو مقدار را با MIL برای سیستم FTIR مقایسه کنید. به بخش B3 مراجعه نمایید. اگر تکرارپذیری عدد موج به نسبت MIL از ۲٪ بیشتر شود، ممکن است نیاز به تنظیم مقیاس عدد موج برای طیف های نمونه باشد. تنظیمات ریاضی عدد موج ممکن است به صورت محلی با جابجایی یا کشش مقیاس عدد موج انجام شود، یا با تغییر عدد موج لیزری در طول FFT کشیده شود. با این حال، جابجایی های بزرگ (در حدود ۵٪ یا بیشتر از MIL) نشان می دهد که سیستم به تنظیمات فیزیکی نیاز دارد.

علاوه بر این، تنظیمات عدد موج ریاضی به نوعی به روش درونیابی در ارتباط با آنالیز طیفی کمی نیاز دارد و این روش ها ممکن است منجر به عدم تطابق طیفی شود، که اثرات آن بر دقت آنالیز به راحتی قابل اندازه گیری نیست. ضرورت چنین تنظیم هایی تا حدی به عرض پیک های جذب ترکیبات درگیر در آنالیز طیفی بستگی دارد. از آنجایی که بسیاری از نوارهای جذب آب منجر به یک تداخل در آنالیز IR هوای محیط کار می شوند، یک آنالیز دقیق معمولاً نیازمند محدودیت های نسبتاً دقیقی است که در بالا بر روی نسبت تکرارپذیری عدد موج به MIL گذاشته شده است. با این حال، زمانی که این نسبت از حد توصیه شده فراتر رود، می توان نتایج دقیقی به دست آورد، به خصوص زمانی که فقط ویژگی های جذب گسترده به کار گرفته می شوند. تحلیلگر ممکن است نتایج آنالیز به دست آمده را زمانی که این نسبت از حد توصیه شده فراتر رود، تأیید نماید.

B5: زمان پاسخگویی سیستم

نیتروژن یا هوای صفر را از طریق کل رابط نمونه هدایت کنید و طیف ها را در فواصل تقریباً ۳۰ ثانیه ثبت نمایید. به طور ناگهانی جریان گاز نیتروژن یا هوای صفر را با گاز CTS جایگزین کنید و به ثبت طیف ها ادامه دهید. زمان پاسخ سیستم، زمان بعدی مورد نیاز برای سیستم FTIR است. طیف جذبی که در آن غلظت محاسبه شده ترکیبی از CTS باشد، به ۹۵٪ مقدار غلظت نهایی (پایدار) می رسد.

B6: خطی بودن آشکارساز

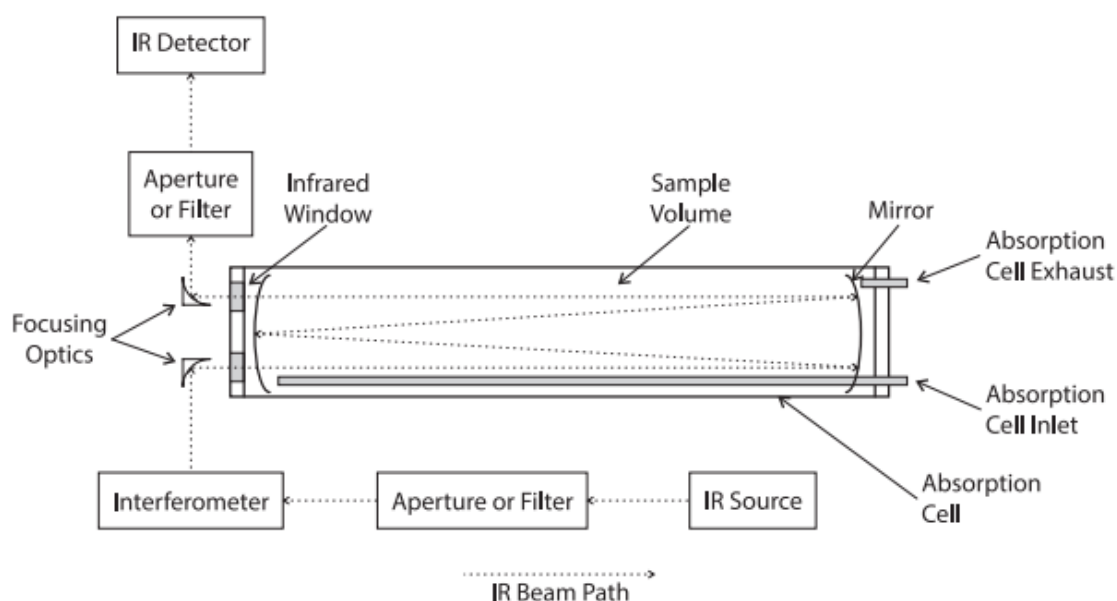
برای پیکربندی اپتیکی انتخاب شده، با ۱) تغییر تنظیمات دیافراگم یا ۲) قرار دادن فیلترها (چگالی خنثی یا مش) در مسیر پرتو مادون قرمز، جریان برق در آشکارساز را کاهش دهید. (شکل C1 را ببینید). تقریباً در ۱۰۰٪، ۵۰٪ و ۲۵٪ از سطح توان مادون قرمز، جفت پس زمینه و طیف CTS جمع‌آوری می‌شود. مساحت باندهای CTS را برای سه طیف مقایسه کنید و بررسی نمایید که آنها برابر با ۵٪ از مقدار میانگین هستند. اگر اینطور نیست، اصلاحات خطی نرم افزار را بر اساس دستورالعمل سازنده، روی داده‌های تداخل سنجی اعمال نمایید. اگر این گزینه در دسترس نیست، لازم است ۱) غیرخطی بودن سیستم را مشخص کنید و/یا اصلاحات غلظت مناسب را اعمال کنید یا ۲) سیستم را برای اطمینان از پاسخ خطی آشکارساز تنظیم نمایید.

پیوست C: توصیف کلی طیف سنجی

C1. اجزای طیف سنج FTIR

شکل C1 تصویری از طیف سنج FTIR مورد نیاز برای آنالیز فاز گازی را نشان می‌دهد. این تابش مادون قرمز ساطع شده از منبع مادون قرمز (IR) شامل طول موج‌های بین ۲ تا ۲۰ میکرومتر است. این بخش از طیف الکترومغناطیس به عنوان مادون قرمز میانی شناخته می‌شود.

در طیف سنجی FTIR (عدد موج یا cm^{-1}) عدد موج معمولاً بین ۵۰۰ تا ۵۰۰۰cm^{-1} است. اشعه IR از درون یک تداخل سنج عبور می‌کند. تداخل سنج معمولاً یک آینه است، که IR از آن عبور می‌کند، سپس پرتو IR تعدیل شده از طریق یک روزنه وارد سل شده و جذب می‌گردد (جنس روزنه معمولاً از برمید پتاسیم یا سولفید روی است) طول فیزیکی که این اتفاقات در آن رخ می‌دهد، طول مسیر جذب نام دارد. در طول مسیر جذب، در سل‌های جذبی «چندوجهی» یا «سفید»، پرتو IR چندین بار مستقیماً از آینه‌های درون سل عبور می‌کند. در چنین سل‌هایی، طول مسیر جذب می‌تواند از ۴ تا ۵۰ برابر یا بیشتر از طول فیزیکی سل باشد. (طول مسیر جذب بیشتر، باعث حساسیت بیشتر می‌شود). سپس پرتو IR از طریق روزنه دوم از سل نمونه خارج شده و روی یک دتکتور IR متمرکز می‌شود. این تکنیک استخراجی، مستلزم انتقال نمونه‌های گازی از طریق سل جذبی FTIR است. بنابراین طراحی و یکپارچگی سیستم نمونه‌برداری از اهمیت بالایی برخوردار است.



شکل C1: اجزای طیف سنج FTIR و مسیر پرتو

شکل C2 سیستم نمونه‌برداری را نشان می‌دهد. یک کامپیوتر عملکرد تداخل خروجی را براساس ولتاژ آشکارساز IR در طول حرکت المنت نوری تداخل سنج، کنترل و ثبت می‌کند. در حالت ایده‌آل، ولتاژ آشکارساز متناسب با توان کل پرتو IR است. کامپیوتر باید با دقت ولتاژ آشکارساز را به عنوان تابعی از موقعیت عنصری متحرک در تداخل سنج ثبت کند. بنابراین یک سیستم نوری ثانویه مبتنی بر لیزر، معمولاً برای اندازه‌گیری موقعیت عنصر متحرک، خیلی دقیق استفاده می‌شود. در بیشتر شرایط حرکت آینه یا سایر عناصر نوری تکرار می‌شود.

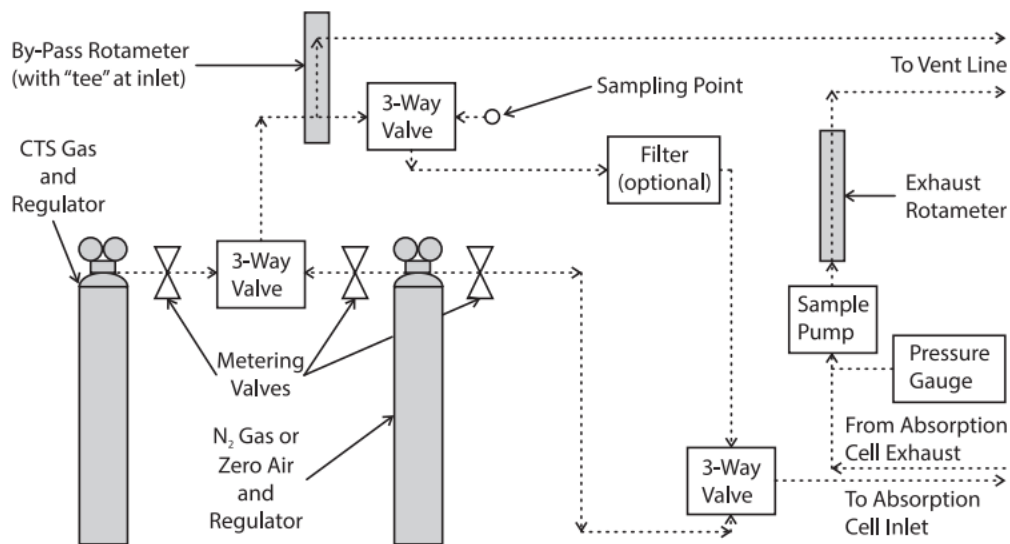


Figure C2. Sampling components and sample paths.

شکل C2: مولفه‌های نمونه‌برداری و مسیرهای نمونه

در شکل C3 قدرت سیگنال مادون قرمز حاصل، در مقابل موقعیت عنصر نوری (تداخل‌گرا) نشان داده شده است. این تداخل نگاشت نتیجه ۶۴ اسکن با گاز نیتروژن (و مقدار کمی سطح بخار آب) موجود در سل جذبی است. نیتروژن یکی از محدود ترکیباتی است که با تشعشعات مادون قرمز واکنش ندارد. توجه داشته باشید که سیگنال در ابتدای تداخل سنج بزرگ است، جایی که تفاوت فاز در وضعیت صفر انفجار (ZPD) قرار دارد. ZPD اغلب با سرعت تخمینی قدرت سیگنال IR در طول تراز سیستم نوری بدست می‌آید.

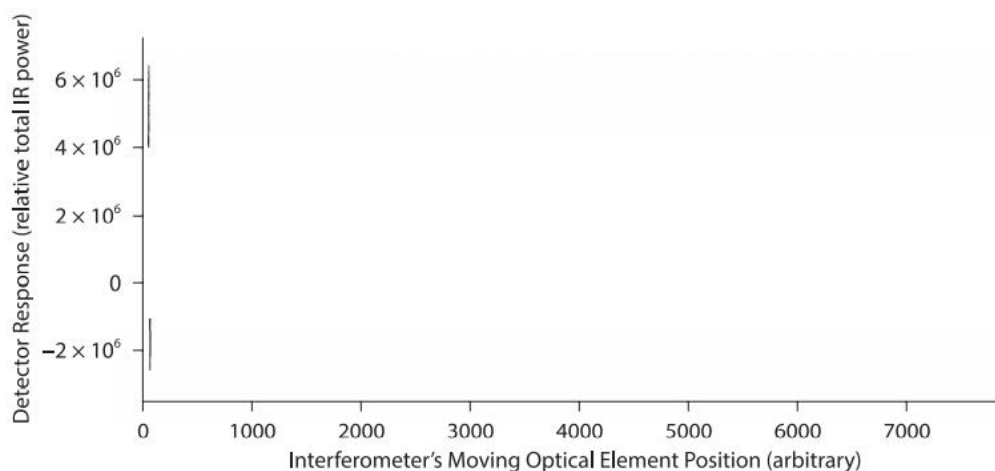


Figure C3. Mid-infrared interferogram.

شکل C3 : اینترفروگرام مادون قرمز میانی

FFT :C2

هر داده در روی اینترفروگرام حاوی اطلاعات شدت طول موج مادون قرمز است که از منبع به آشکارساز منتقل می‌گردد. امکان بازیابی اطلاعات شدت، به صورت تابع طول موج از طریق اعمال یک FFT (نام تکنیک FTIR از آن گرفته شده است) وجود دارد. این تبدیل دیجیتالی اینترفروگرام را می‌توان به عنوان معکوس ریاضی در نظر گرفت. مدولاسیون نوری به پرتو مادون قرمز، هنگام

عبور از تداخل سنج اعمال می شود. عملکرد آن شبیه مغز و گوش انسان است که اطلاعات شدت (بلندی) را در مقابل طول موج سینکال های پیچیده (موج صوتی) که روی پرده گوش وارد می شوند، ارائه می کند. توجه داشته باشید که مانند یک اینترفروگرام، هر نقطه در روی یک موج صوتی پیچیده، حاوی اطلاعات شدت در مورد هر گام موجود در موج است. با این حال گوش و مغز به مخاطب سمفونی این امکان درک فوری را می دهد.

C3 : وضوح ابزار، تابع آپادیزاسیون و MIL

اکثر بسته های نرم افزاری ارائه شده با سیستم های FTIR، چندین گزینه مرتبط با جمع آوری داده ها و کاربرد FTT را ارائه می دهند. این پارامترها در طیف سنجی کمی بسیار مهم هستند و به نوبه خود در زیر به آنها پرداخته می شود. وضوح ابزار، اساسی ترین و مهم ترین پارامتر ابزار است. ابزار نهایی را در هر پیک طیفی در خروجی FWHM با واحد cm^{-1} مشخص می کند. هر ابزار FTIR دارای حداقل FWHM است که توسط حداکثر مسافت طی شده توسط عنصر متحرک تداخل سنج در طول یک اسکن مشخص می شود.

برای تداخل سنج مایلکسون اولیه، FWHM (cm^{-1}) برابر است با $(2d)^{-1}$ ، مسافت d مسافتی است که توسط یک آینه متحرک طی یک اسکن بر حسب سانتی متر طی می شود. واضح است ابزارهایی با FWHM پایین، اطلاعات طیفی بیشتری نسبت به FWHM بالاتر دارد. با این حال، این اطلاعات اضافی با هزینه های بالای طراحی، ساخت، اندازه، پایداری مکانیکی، قابلیت حمل، سرعت و RSA ابزارها بدست می آید.

طیف سنج ها FTIR، ابزارهایی با قدرت تفکیک بالا یا در «رزولوشن بالا» ویژگی های طیفی FWHM پایین را ارائه می کنند. هنگامی که وضوح اسمی بر حسب واحد cm^{-1} مشخص می شود، وقتی از یک cm^{-1} کمتر است، مشخصات مربوط به قدرت تفکیک بالاتر یا رزولوشن بالاتر می باشد. اکثر طیف سنج های تجاری که FTIR مناسب برای استفاده در میدان را دارند، دارای مقادیر FWHM بزرگتر یا مساوی ۰/۵ را ارائه می کنند، یعنی آنها سیستم هایی هستند که وضوح طیفی اسمی آنها بالاتر از ۰/۵ است.

اکثر ابزارهایی که دارای وضوح بالاتر (FWHM کمتر) هستند، فقط برای استفاده در محیط های آزمایشگاهی بسیار پایدار، مناسب هستند. نرم افزار استاندارد FTIR همیشه گزینه هایی را برای ضبط طیف هایی با مقادیر FWHM بالاتر از حد واقعی FWHM دستگاه ارائه می دهند. این گزینه ها به سادگی آینه را حرکت می دهند (یا موارد دیگر عنصر نوری).

طیف وضوح پایین تر (FWHM بالاتر) اطلاعات کمتری ارائه می دهد اما در اغلب موارد می تواند در مدت زمان کمتری، با RSA کمتر، وضوح بالاتر تولید کند. اپراتور ابزار همچنین می تواند تابع آپادیزاسیون را برای استفاده در تولید طیف FTIR انتخاب کند. آپادیزاسیون یک تغییر ریاضی در اینترفروگرام است که می تواند قبل از اعمال FFT انجام شود. چندین تابع تغییر استاندارد ابداع شده اند و هر کدام به روشی متفاوت، بر طیف جذب نهایی گاز نمونه تاثیر می گذارند. همانند انتخاب رزولوشن ابزار، هر انتخاب مزایا و معایبی دارد.

ساده ترین انتخاب که به عنوان تابع «آپادیزاسیون جعبه ای» شناخته می شود، منجر به پایین ترین FWHM و همچنین افت نسبی سینکال به نویز S/N می شود. طیف های تولید شده با عملکرد جعبه ای، اغلب به عنوان طیف های «با وضوح کم» شناخته می شوند. انتخاب های دیگر (مثلی، نورتون — بیر و چندین توابع آپادیزاسیون دیگر) نسبت S/N بالاتری به منظور کسب FWHM بالاتر در طیف سنجی کمی ارائه می دهند. مرجع ۱۲ شرح کامل تری از ویژگی های توابع آپادیزاسیون ارائه می دهد. انتخاب تابع آپادیزاسیون در هر سیستم، FTIR را قادر به تولید نوارهای جذبی با MIL می کند.

C4 : طیف تک پرتو

نتیجه ریاضی FFT (که برای تداخل IR) آپادیزه شده، طیف تک پرتو نامیده می شود. طیف های تک پرتو نشان دهنده قدرت مادون قرمز هستند که از طریق FTIR منتقل می شوند. طیف سنج به عنوان تابعی از عدد موج مادون قرمز است که معمولاً با واحد cm^{-1} نشان داده می شود. عدد موج در واقع اندازه گیری فرکانس نسبت به طول موج تابش مادون قرمز است. در خلاء طول موج و فرکانس از طریق رابطه $v=c/\lambda$ با هم ارتباط دارند. که در آن λ طول موج بر حسب cm، v فرکانس (بر حسب هرتز یا s^{-1}) و C (cm/s) سرعت نور (در خلاء برابر با $2.99792954 \times 10^{10}$) است. براساس این تعریف عدد موج با واحد cm^{-1} بوده و از رابطه $w=1/\lambda=v/c$

بدست می‌آید. شکل C4 طیف تک پرتویی را برای دو نمونه که عمدتاً از گاز نیتروژن ($\geq 99\%$) در غلظت‌های متفاوتی از ($\leq 1\%$) بخار آب تشکیل شده‌اند، نشان می‌دهد.

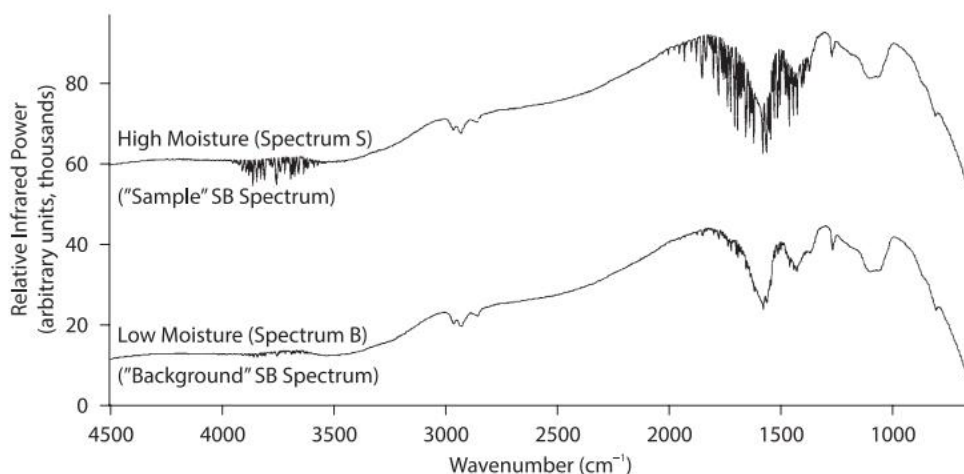


Figure C4. Single-beam spectra of nitrogen at different moisture levels.

شکل C4: طیف تک پرتویی نیتروژن در سطوح مختلفی از رطوبت

C5: طیف دو پرتو، عبور و جذب

ترکیبی از جفت‌های تک پرتو، مانند جفت طیف S و B که در شکل C4 نشان داده شده است، به عنوان طیف دو پرتوی نامیده می‌شود. آنها مبنای کمی را برای طیف سنجی FTIR فراهم می‌کنند. یکی از انواع طیف دو پرتویی، طیف عبوری است. در صد عبور گاز نمونه دارای طیف تک پرتویی S با توجه به طیف تک پرتویی پس زمینه B بدست می‌آید. در رابطه $T = 100 \times \frac{I_S}{I_B}$ که در این رابطه I_S ، I_B هر دو شدت‌های مربوطه هستند، یک مقدار عبور برای هر عدد موج از دو طیف تعریف شده است. از آنجایی که آب تنها ترکیب جاذب موجود در طیف تک پرتویی B است، انتقال طیف (نشان داده شده در شکل C5) تقریباً به درصد طیف عبوری آب نزدیک است.

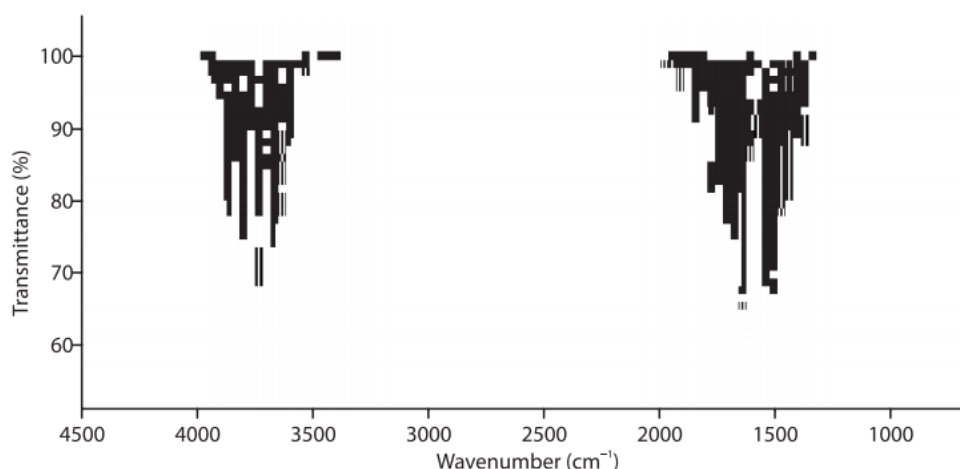


Figure C5. Double-beam transmittance spectrum of water.

شکل C5: طیف انتقال دو پرتویی آب

طیف جذب آب، توسط دو طیف پرتویی S و B در شکل C6 نمایش داده شده است. جذب مقداری است که طبق قانون بیر، براساس یک معادله خطی اتفاق می افتد.

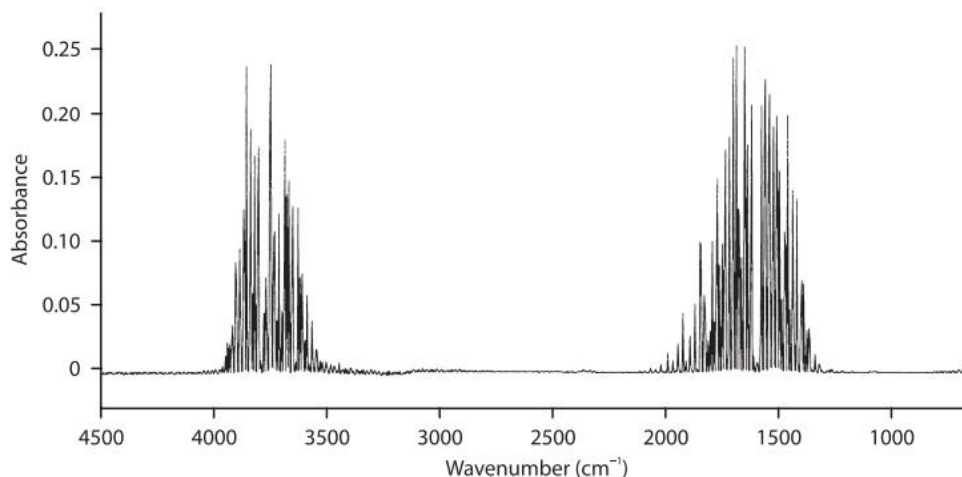


Figure C6. Double-beam absorbance spectrum of water.

شکل C6: طیف جذب آب دو پرتویی

C6: قانون بیر

طیف جذبی یک گاز، از طیف‌های تک پرتویی یک گاز شفاف مادون قرمز و گاز نمونه (به بخش C5 مراجعه کنید) تعیین می شود. رابطه اساسی که طیف جذب گاز نمونه را به غلظت ترکیبات تشکیل دهنده نمونه مرتبط می کند، قانون بیر نامیده می شود.

$$A_i = \sum_{j=1}^{j=M} L_s a_{ij} C_j \quad (\text{فرمول C1})$$

i : شاخصی که فرکانس مقادیر جذب شده را در طیف جذبی نمونه نشان می دهد.

A_i : جذب مشاهده شده در شدت I^{th} عدد موج

L_s : طول مسیر جذب نمونه (m)

j : شاخصی که ترکیبات جذب کننده نمونه را نشان می دهد.

A_{ij} : قابلیت جذب ترکیب j^{th} در عدد موج i^{th} (ppm/m)

C_j : غلظت حجمی ترکیب j^{th} (ppm)

M : تعداد ترکیبات جاذب در نمونه

شیوه‌های توصیف شده در این روش همگی به پارامترهایی مرتبط هستند که قانون بیر را تشکیل می دهند.

لیست زیر این شیوه‌ها و روابط را در یک زمینه کلی توضیح می دهد.

۱- یک طیف جذبی مرجع برای هر ترکیبی از نمونه رقیق شده با نیتروژن، با غلظت و طول مسیر مشخص، ثبت کنید، سپس جذب را در هر نقطه از آن طیف بر CPP تقسیم کنید. این فرآیند طیف جذبی را با طیف مرجع، برای هر ترکیب ایجاد می کند.

۲- جذب مخلوط A_i ترکیبات را اندازه گیری کنید (به مراحل ۵ و ۹ در بالا مراجعه کنید).

۳- طول مسیر L_s را برای اندازه گیری جریان تعیین نمایید (به مراحل ۵ و ۷ در بالا مراجعه کنید).

۴- ناحیه ای از طیف را انتخاب کنید که شامل مجموعه ای از فرکانس های مورد نظر برای فرآیند آنالیز می باشد و برای تعیین غلظت هر ترکیب استفاده شود. سپس معادله C1 را به صورت ریاضی معکوس کنید، تا غلظت های مورد نظر تعیین گردد.

توجه: قابلیت جذب واقعی یک ترکیب گازی، تنها مشخصه ساختاری آن ترکیب را بیان می‌کند. با این حال جزئیات عملکردی سیستم FTIR بر قابلیت جذب و دقت مشاهده شده تاثیر می‌گذارد. به طور مشابه، اندازه‌گیری‌های FTIR تنها تقریبی از طیف جذب واقعی مخلوطی از ترکیبات گازی را ارائه می‌دهند. اگر چه در بسیاری از شرایط، مقادیر تقریبی به اندازه کافی دقیق هستند. این مسئولیت تحلیل‌گر است که تأیید نماید و اطمینان حاصل کند که طیف‌های نمونه با طیف‌های مرجع تطابق کامل دارند. بخش‌های بعدی این پیوست، محاسبات مربوط به تحلیل‌ها را شرح می‌دهند. ضمیمه D به موضوعات توسعه و استفاده از کتابخانه‌های طیفی مرجع می‌پردازد. ضمیمه E یک مثال گویا از طراحی و ارزیابی فرآیند تحلیلی کمی ارائه می‌دهد.

C7. تعیین غلظت با الگوریتم‌های LSF :

هنگامی که یک گاز دارای یک ترکیب جاذب باشد، معادله C1 ساده می‌شود.

$$A_i = L_s a_{ij} C_j \quad (\text{فرمول C2})$$

این بدان معناست که در هر ناحیه از طیف که فقط یک گاز جذب می‌شود، می‌توان از مقادیر طیف جذبی (معمولاً متعدد) برای بدست آوردن غلظت C استفاده کرد.

ناحیه جذبی برای یک طیف تک جزء در یک ناحیه (از $i=p$ تا $i=q$) را می‌توان به صورت زیر نوشت.

$$A_s = \sum_{i=p}^{i=q} A_i = \sum_{i=p}^{i=q} L_s a_{ij} C_j = L_s C_j \sum_{i=p}^{i=q} a_{ij} = L_s C_j A_R \quad (\text{فرمول C3})$$

A_R : ناحیه‌ای در طیف مرجع برای ترکیب مورد نظر است. این مبنای محاسبه طول جذب L_s است که در مرحله V و ضمیمه B، بخش B1 توضیح داده شده است.

از آنجایی که محاسبه ناحیه جذب شامل نقاط زیادی در طیف نمونه می‌باشد، معادله C3 به نتایج بسیار دقیق‌تری نسبت به محاسبه تک نقطه‌ای ارائه شده توسط معادله C2 منجر می‌شود. با این حال هنگامی که بسیاری از ترکیبات جاذب در یک نمونه وجود دارند، الگوهای جذب ترکیبات مختلف اغلب با هم همپوشانی دارند. در این مورد معمولاً یک ناحیه مجزا برای هر ترکیبی که در آن ترکیب فقط تابش مادون قرمز را جذب می‌کند، وجود ندارد. هیچ نقطه جذب واحدی و هیچ ناحیه جذب ساده‌ای برای تعیین غلظت اجزاء، مناسب نیست. در این مورد ساده‌ترین روش برای تعیین غلظت، استفاده از الگوریتم LSF است. الگوریتم‌های LSF از این واقعیت استفاده می‌کنند، که مجموعه‌ای از غلظت‌های تخمینی وجود دارد، که «خطای مربع» را در قانون بیر برای هر ناحیه تحلیلی معین، از ترکیبات به حداقل می‌رساند.

تنها شرط لازم در ناحیه تحلیلی انتخاب شده، این است که باید تعداد کافی نقاط داده را در خود داشته باشند. از آنجایی که هر طیف FTIR حاوی هزاران مقدار جذب است، این نیاز تقریباً همیشه برآورده می‌شود. اگر از غلظت‌های تخمین زده شده (به جای غلظت‌های واقعی) در قانون بیر استفاده کنیم، در هر مقدار i (یعنی در هر نقطه از منطقه تحلیلی ما) مقداری خطا تخمین زده می‌شود.

$$A_i = e_i + \sum_{j=1}^{j=M} L_s a_{ij} D_j \quad (\text{فرمول C4})$$

خطای مجذور تخمینی (یا واریانس) در قانون بیر، با استفاده از غلظت تخمین زده می‌شود.

$$E^2 = \sum_{i=1}^{i=N} e_i^2 = \sum_{i=1}^{i=N} \left[\sum_{j=1}^{j=M} L_s a_{ij} D_j - A_i \right]^2 \quad (\text{فرمول C5})$$

در این فرمول، N تعداد مقادیر جذب در ناحیه تحلیلی را نشان می‌دهد.

مرجع ۱۳ نشان می‌دهد که؛

- (۱) برای $N > M$ مجموعه منحصر به فردی از غلظت‌های D_j تخمینی وجود دارد، که خطای مربع تخمینی را به حداقل می‌رساند.
 - (۲) این مجموعه مقادیر از مقادیر شناخته شده در معادلات C_1, C_2, C_3, C_4 و C_5 قابل محاسبه است.
 - (۳) برآورد عدم قطعیت σ_j در مقادیر D_j نیز از همان مقادیر قابل محاسبه است.
- این مقدار $3\sigma_j$ به طور کلی به عنوان یک تخمین محافظانه کارانه از عدم قطعیت آماری، در غلظت تخمینی LSF مربوطه، پذیرفته می‌شود (به مرجع 4 مراجعه کنید). خطای LSF در هر نقطه در منطقه تحلیلی از معادله C_6 برآورده می‌شود:

$$e_i = A_i - \sum_{j=1}^{j=M} L_{ij} a_{ij} D_j \quad (\text{فرمول } C_6)$$

معمولاً پس از آنالیز، یک طیف باقیمانده ذخیره می‌شود، که می‌تواند تخمینی از LOD برای سایر ترکیبات ارائه دهد. علاوه بر این طیف باقیمانده و عدم قطعیت غلظت، می‌تواند به تحلیلگر اجازه دهد تا ترکیباتی را که در واقع در گاز وجود دارند، اما در ریاضی لحاظ شده‌اند، شناسایی کند، ضمیمه E نمونه‌ای از این روش‌ها را ارائه می‌دهد. توضیحات بالا یک تحلیل LSF ساده و قابل تفسیر را ارائه می‌دهد.

C8. کالیبراسیون انتقال و کتابخانه‌های مرجع

معادلات $C_1, C_2, C_3, C_4, C_5, C_6$ اهمیت کمیت‌های L_s (طول مسیر جذب) و a_{ij} (جذب پذیر) را در طیف‌سنجی FTIR نشان می‌دهد. تخمین دقیق این مقادیر با استفاده از کتابخانه‌های مرجع برای تحلیل‌های کمی، بدون نیاز به کالیبراسیون‌های میدانی خاص ترکیبی امکان‌پذیر است. آزمایش‌های سیستمی که در ضمیمه B شرح داده شده‌اند، برای اطمینان از تناسب پیکربندی سیستم در انتقال‌های کالیبراسیون، برای طیف‌های CTS در میدان کاربرد دارند. ضمیمه D روش‌هایی را برای ضبط و پردازش طیف‌های کتابخانه مرجع توضیح می‌دهد.

C9. اصلاحات انحراف از قانون بیر در طیف‌سنجی FTIR

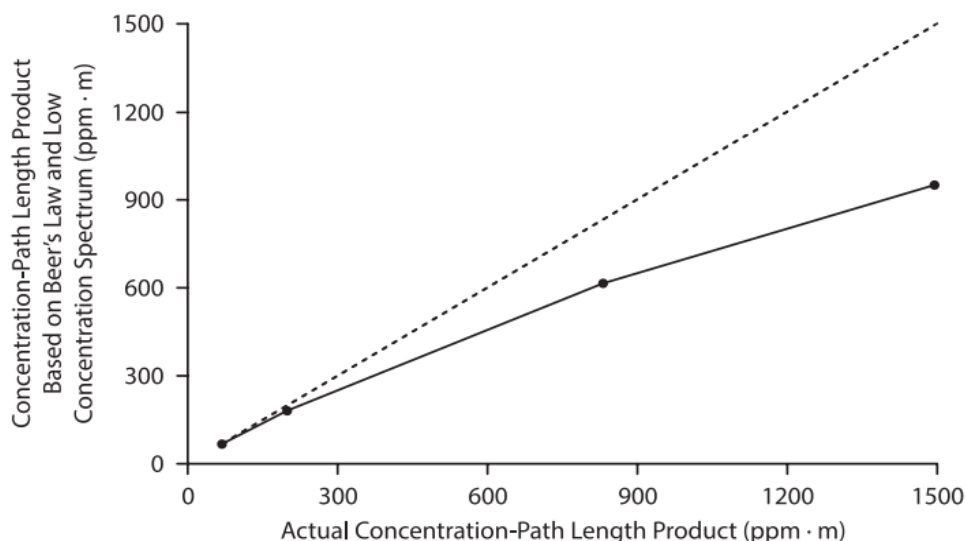
قانون بیر بر مبنای اصول فیزیکی، تثبیت شده است. این کاملاً برای نمونه‌های گازی که در تعادل حرارتی هستند و تحت تاثیر فرآیندهای انتشار و جذب القایی (و نه خود به خودی) قرار دارند، صادق است.

با این حال این بدان معنا نیست که جذب، همانطور که توسط طیف سنج FTIR اندازه‌گیری می‌شود، تحت هر شرایطی از قانون بیر پیروی می‌کند. انحرافات از قانون بیر، در طیف FTIR اغلب مشاهده می‌شود. با این حال آنها نادرستی در طیف FTIR را نشان می‌دهند نه «نقض» قانون بیر را. برای مثال، انحراف از قانون بیر معمولاً توسط مجموعه‌ای از طیف‌های مرجع تک جزئی ثبت شده در طیف وسیعی از سطوح جذب نشان داده می‌شود.

در مقادیر جذب بزرگ، نقاط A_i باندهای قوی‌تری از این طیف هستند که، دیگر صورت خطی با $L_R \cdot C_j$ افزایش نمی‌یابند، به همین دلیل است که جدول ۲ حداکثر مقدار ppm.m را برای طیف‌های مرجع فهرست شده مشخص می‌کند. اگر فرض خطی بودن آشکارساز برقرار نباشد (به ضمیمه B مراجعه کنید)، اثرات مشابه اغلب در طیف مرجع و نمونه وجود دارد. این مبنای آزمایش سیستم در ضمیمه B، بخش B6 داده شده است.

تصحیح ریاضی از تخمین غلظت به دست آمده در قانون بیر، اغلب زمانی که اثر غیرخطی مشاهده شود، می‌تواند منجر به کاهش خطا در آنالیز نمونه گردد.

خط توپر و خط چین نشان‌دهنده رفتار خطی ایده‌آل بر اساس کمترین جذب است. مقادیر دقیق منطقی از موقعیت محور X قابل برداشت است. اگر تحلیل‌گر چنین اصلاحاتی را به کار برد، باید باقیمانده (معادله C_6) را با استفاده از طیف مرجع، که مربع خطا را به حداقل می‌رساند (معادله C_5) محاسبه کند. تحلیل‌گران و سازندگان FTIR روش‌های اصلاحی دیگری را برای بهبود دقت آنالیز نمونه در چنین شرایطی ابداع کرده‌اند، که در برخی از موارد در بسته‌های نرم‌افزار موجود گنجانده شده‌اند.



شکل C7 : مثالی از غیرخطی بودن جذب برای مجموعه‌ای از طیف‌های مرجع تک جزئی

توجه : تشعشعات مادون قرمز شدید، مانند آنچه که توسط برخی لیزرها تولید می‌شود، می‌تواند جمعیت‌های غیر تعادلی حالت‌های انرژی چرخشی — ارتعاشی یک مولکول را القا نماید. با این حال منبع مادون قرمز حرارتی استفاده شده در طیف‌سنج‌های تجاری FTIR بسیار ضعیف‌تر از گونه لیزرها هستند. در گازهای تحت فشار اتمسفری، منابع حرارتی تجاری موجود، نرخ انتقال را القا می‌کنند. حالت‌های انرژی کوانتومی که در مقایسه با فرآیندهای آرام‌سازی، برخوردی کوچک دارند و نمی‌توانند جمعیت‌های حالت انرژی غیرتعادلی را القا کنند.

علاوه بر این نرخ انتقال القایی مربوط به جذب و انتشار در فرکانس‌های مادون قرمز متوسط، بسیار بزرگتر از نرخ انتشار خود به خودی (طبیعی) است. در نتیجه تمام اندازه‌گیری‌های دقیق FTIR در فرانس‌های مادون قرمز میانی از قانون بیر پیروی می‌کنند، تا در عدم قطعیت مربوط به نسبت S/N طیف‌ها را اندازه‌گیری نماید.

D1. اهداف کتابخانه‌های طیفی مرجع

آنالیز FTIR متکی به اطلاعات کتابخانه‌های طیفی مرجع در مورد ترکیبات مورد نظر است. برای گازها، اندازه جذب یک جزء منفرد اغلب مستقل از غلظت گازهای دیگر نمونه است و معمولاً طیف مرجع تک جزئی استفاده می‌شود. (برای فازهای متراکم، اغلب بر همکنش‌های قوی بین اجزاء وجود دارد و معمولاً به کتابخانه‌های طیفی مرجع مخلوط‌ها نیاز است.)

کتابخانه‌های مرجع ممکن است برای اندازه‌گیری کمی غلظت آنالیت، برای حذف ویژگی‌های طیفی تداخل‌کننده‌ها در یک مخلوط، یا صرفاً برای شناسایی ترکیبات در یک مخلوط استفاده شوند. واضح است که میزان دقت کمی کتابخانه مورد نیاز برای این سه کار متفاوت است. بالاترین کیفیت برای تعیین غلظت آنالیت مورد نیاز است، در حالی که هیچ اطلاعات کمی برای حذف تداخل و شناسایی ترکیب، مورد نیاز نیست. یکی از ویژگی‌های مفید طیف سنجی FTIR استخراجی، اندازه‌گیری‌های میدانی دقیقی است که برای بسیاری از ترکیبات فراهم می‌کند، اما روش‌های کالیبرا سون میدانی فقط دو ترکیب را شامل می‌شود. بخار آب موجود در هر نمونه هوای محیط، برای کالیبره کردن محورهای عدد موج (X) طیف جذبی FTIR عمل می‌کند. یک گاز CTS برای کالیبره کردن محورهای مربوط به غلظت آنها (Y) استفاده می‌شود.

هنگامی که این دو کالیبراسیون میدانی با یک کتابخانه طیفی مرجع مناسب، که ترکیبات اضافی را توصیف می‌کند، ترکیب می‌شوند، قابلیت اندازه‌گیری تکنیک عملاً محدود می‌شود. اگر کتابخانه مرجع با دقت آماده شود و به درستی مورد استفاده قرار گیرد. این ویژگی می‌تواند منجر به کاهش شدید هزینه‌های آزمایش میدانی شود، زیرا مواد کالیبراسیون فقط یک بار و فقط در آزمایشگاه باید مورد استفاده قرار بگیرند.

D2. مرجع و پیکربندی سیستم FTIR

در حالت ایده‌آل، کتابخانه مرجع را می‌توان بر روی ابزار میدانی تهیه کرد، اما این اغلب غیرعملی است. کتابخانه مرجع معمولاً بر روی سیستم‌های آزمایشگاهی خاص تهیه شده و به کار گرفته می‌شود. کتابخانه‌های مرجع ضبط شده بر روی یک ابزار خاص، آنالیز کمی دقیقی را برای طیف‌های ضبط شده بر روی ابزارهای دیگر تنها زمانی ارائه می‌دهند که پیکربندی‌های سیستم‌های مختلف با هم سازگار باشند. جدول D1 پارامترهای پیکربندی سیستم مرجع را فهرست می‌کند.

D3. طیف استاندارد عدد موج

به جز در شرایط بسیار خشک، جذب IR توسط بخار آب در هوای محیط کار، حتی در طول مسیر جذب بسیار کوتاه، قابل تشخیص است. موقعیت عدد موج بخار آب نشان داده شده توسط سیستم مرجع، به تحلیل‌گر اجازه می‌دهد تا دقت عدد موج طیف‌های نمونه ثبت شده در سیستم FTIR مختلف را در میدان تایید کند. طیف‌های مرجعی که برای این منظور استفاده می‌شوند به عنوان طیف استاندارد عدد موج نامیده می‌شوند.

هر طیف در یک کتابخانه مرجع باید با یک طیف استاندارد عدد موجی که تحت پیکربندی سیستم یکسان، جمع‌آوری شده است مرتبط باشد. حتی زمانی که سیستم مرجع FTIR در یک محیط پایدار است، توصیه می‌شود که یک طیف استاندارد عدد موج با سیستم ثبت شود. قبل از ثبت طیف‌های مرجع، تحلیل‌گر باید جدیدترین طیف استاندارد عدد موج را در مقابل طیف استاندارد عدد موج قبلی، در کتابخانه بررسی کند. برای محاسبات توصیه شده به ضمیمه B، بخش B4 مراجعه کنید. اگر تکرار پذیری عدد موج سیستم ضعیف باشد، طیف مرجع ممکن است برای استفاده کمی در سایر سیستم‌های میدانی مناسب نباشد.

جدول D1: پارامترهای پیکربندی سیستم مرجع و میدانی

مقدار	الزامات سیستم‌های مرجع و میدانی
حداقل پهنای خطوط	MIL مرجع باید کمتر یا مساوی با MIL میدانی باشد. برای تکنیک اندازه‌گیری MIL به ضمیمه B، بخش B3 مراجعه کنید.
دمای گاز	دمای مرجع در ۲۰ درجه سانتی‌گراد. دمای زمینه چگالی بر اساس قانون گاز ایده‌آل فقط در این محدوده کوچک دمایی دقیق می‌باشد، و میزان دقت آنها وابسته به ترکیب می‌باشد.
فشار گاز	فشار مرجع در ۲۰ درصد فشار میدان مطلق. اصلاحات فشار بر اساس قانون گاز ایده‌آل حداقل در این محدوده دقیق است. اما دقت آنها وابسته به ترکیب است. فشار اتمسفر برای همه اندازه‌گیری‌ها دقیق است.
تابع آپادیزاسیون	توابع رفرنس و آپادیزاسیون میدان باید یکسان باشند. یک مجموعه واحد از اینترفروگرام‌های مرجع (پس‌زمینه و نمونه) می‌تواند برای تولید مجموعه‌ای از طیف‌های جذبی متعدد، با استفاده از توابع آپادیزاسیون مختلف باشد.
ضریب پر شدن صفر	فاکتورهای پر کننده مرجع و فیلد صفر، باید یکسان باشند. یک مجموعه واحد از اینترفروگرام‌های مرجع (پس‌زمینه و نمونه) ثبت شده بدون پر کردن صفر، می‌تواند برای تولید مجموعه‌ای از طیف‌های جذبی متعدد با استفاده از فاکتورهای مختلف پر کننده صفر، استفاده شود.
عدد موج	عدد موج، با موقعیت باندهای جذب در یک طیف استاندارد مشخص می‌شود. اگر به یک کتابخانه موجود اضافه می‌شود، باید دقت شود که عدد موج با محورهای X تمام طیف‌ها تا حد ممکن مطابقت داشته باشد.
ادغام زمان	زمان‌های ادغام مرجع (هم برای پس‌زمینه و هم برای اینترفروگرام‌های نمونه) باید بزرگ‌تر یا مساوی زمان‌های ادغام میدان مورد انتظار باشد. برای کتابخانه‌های مرجع، طولانی‌ترین زمان ادغام عملی توصیه می‌شود.
نوع آشکارساز و شماره سریال	اگر یک MCT یا دیگر آشکارسازهای غیرخطی بالقوه در سیستم مرجع استفاده شود، ممکن است برای اطمینان از خطی بودن، تضعیف IR لازم باشد. به ضمیمه B، بخش B6 مراجعه کنید. چون هر آشکارساز ممکن است خطی بودن را تا حد خاصی از خود نشان دهد، شماره سریال آشکارساز باید در هر مشخصاتی از پیکربندی سیستم گنجانده شود.

D4: تهیه گازهای مرجع استاندارد

دقت هر آنالیز کمی در FTIR به دقت غلظت استانداردهای گاز مورد استفاده در تهیه کتابخانه مرجع محدود می‌شود. بنابراین مهم است که از استانداردهای گاز با بالاترین کیفیت موجود استفاده شود. استانداردهای وزن سنجی قابل ردیابی در NIST از بسیاری از منابع تجاری در دسترس هستند و در بسیاری از شرایط با دقت ۲٪ نقل قول می‌شوند. EPA همچنین دستورالعملی را در مورد تهیه گازها منتشر کرده است.

اگرچه اینها فقط برای تعداد محدودی از ترکیبات در دسترس هستند. کاربران باید مستندات مربوط به تکنیک‌های تحلیلی اعمال شده و محدودیت‌های پایداری (غلظت و زمان) ترکیبات موجود در سیلندرها را از فروشنده‌گان گاز دریافت کنند. در صورت امکان، باید از یک روش تحلیلی جایگزین، برای تأیید غلظت‌ها استفاده کرد، به ویژه برای ترکیباتی که واکنش‌پذیر، خورنده یا دارای نقطه جوش نسبتاً بالایی هستند.

اگر استانداردهای سیلندر برای یک ترکیب در دسترس نباشد، تحلیل‌گر ممکن است گازهای مرجع را بر اساس روش‌های وزن‌سنجی، فشارسنجی یا دینامیکی تهیه کند. در هر صورت جرم، فشار و جریان‌های مربوطه باید با تجهیزات قابل ردیابی NIST تا حد امکان اندازه‌گیری شوند، به طور کلی، روش‌هایی که جریان‌هایی از گازهای استاندارد را ارائه می‌کنند (روش‌های دینامیکی) نتایج مطمئن‌تری نسبت به روش‌های استاتیک ارائه می‌دهند، زیرا غلظت گازهای ساکن ممکن است با استانداردها و سیستم نمونه‌برداری یا سل جذبی واکنش دهد و مستعد تغییر باشد.

D5: تعیین طول مسیر جذب مرجع

دقت هر تحلیل کمی در FTIR به دقتی که در طول مسیر سل جذبی مشخص است، محدود می‌شود. برای سل‌های جذبی تک روزه، که یک پرتو IR همسو شده از آن عبور می‌کند، طول مسیر را می‌توان به صورت فیزیکی با دقت بالا اندازه‌گیری کرد. برای سل‌های چند روزه‌ای، طول مسیر اسمی را می‌توان از طول مسیر پایه و تعداد پالس‌ها تخمین زد. با این حال، از آنجا که پرتوهای متمرکز و آینه‌های منحنی در سل‌های چند روزه‌ای مورد نیاز هستند، طول مسیر تخمین زده شده، به این روش می‌تواند به طور قابل توجهی با طول مسیر واقعی متفاوت باشد. به همین دلیل، ترکیبی از اندازه‌گیری‌های فیزیکی و طیف‌سنجی با استانداردهای گاز

CTS متعدد (به زیر مراجعه کنید) و سل‌های جذبی تک روزه‌ای، باید برای تعیین طول مسیر واقعی سل‌های جذبی چند روزه‌ای استفاده شوند.

D6. ثبت طیف CTS

گاز CTS برای مشخص کردن طول مسیر جذب سیستم‌های مرجع و میدان FTIR استفاده می‌شود. توصیه می‌شود غلظت اتیلن در نیتروژن، بین ۱۰۰ و ۳۰۰ ppm·m برای سیستم‌ها باشد. طیف‌هایی با مقادیر بیشتر از ۳۰۰، برای اتیلن جذب غیر خطی را نشان می‌دهند لذا بایستی به دقت آنالیز شوند (بخش‌های D8 و D9 را در زیر ببینید). طبق استانداردها، این گاز با دقت ۲٪ به راحتی در دسترس بوده و هر دو کتابخانه EPA و NIST حاوی طیف‌های اتیلن هستند که می‌توانند در اندازه‌گیری‌های انجام شده، استفاده شوند. با این حال، تقریباً هر ترکیب پایدار دیگری با ویژگی‌های جذب IR مناسب می‌تواند در توسعه یک کتابخانه مرجع مستقل و برای اندازه‌گیری‌های میدانی دقیق استفاده شود. در میدان، طیف‌های CTS می‌توانند هم قبل و هم بعد از به دست آمدن طیف‌های نمونه، با استفاده از همان پیکربندی سیستمی ثبت شوند (به مراحل ۷ و ۱۱ در بالا مراجعه کنید).

هنگام توسعه طیف‌های مرجع، تحلیلگر باید طیف‌های CTS را حداقل روزانه ثبت نماید. هر طیف مرجع باید حداقل با یک طیف CTS همراه باشد. تحلیلگر باید از همان پیکربندی سیستمی که در ثبت طیف‌های مرجع استفاده می‌شود، استفاده کند. اگر کیفیت طیف‌های CTS حاصل، برای طیف‌های مرجع کافی باشد، زمان ادغام مورد استفاده برای طیف‌های CTS ممکن است کمتر از زمانی باشد که برای تعیین دقیق طول مسیر جذب طیف‌های مرجع استفاده می‌شود. به شدت توصیه می‌شود که تحلیلگر تمام اینترفروگرام‌هایی را که طیف‌های جذب CTS از آن‌ها تولید می‌شوند، از جمله تمام اینترفروگرام‌های پس‌زمینه را ذخیره نماید. مستقیم‌ترین روش برای تأیید محاسبات FFT و یا افزودن طیف جذبی مرجع برای انتخاب سایر تابع آپادیزاسیون، استفاده از داده‌های تداخل سنجی است.

D7: ضبط طیف مرجع

قبل از ثبت طیف‌های مرجع، الزامات مشخص شده برای بررسی سیستم، پارامترهای پیکربندی سیستم، استانداردهای گاز، تعیین طول مسیر جذب و طیف CTS شرح داده شده در بخش‌های مربوط به این پیوست و ضمیمه B را بررسی کنید. همچنین فشار و دمای گاز نمونه نیز باید به صورت دوره‌ای در حین ثبت طیف، بررسی گردد. به شدت توصیه می‌شود که تحلیلگر تمام اینترفروگرام‌هایی را که طیف‌های جذب مرجع، از آنها تولید می‌شود، از جمله تمام اینترفروگرام‌های پس‌زمینه را ذخیره کند. قانون بیر در معادله (C1) خطی بودن جذب مادون قرمز در برابر غلظت را توصیف می‌کند. با این حال، محدودیت‌های مربوط به وضوح ابزارهایی که معمولاً برای تولید طیف‌های FTIR میدانی استفاده می‌شوند، اغلب منجر به رفتار غیرخطی در بسیاری از ترکیبات، حتی در سطوح جذب پایین می‌شوند.

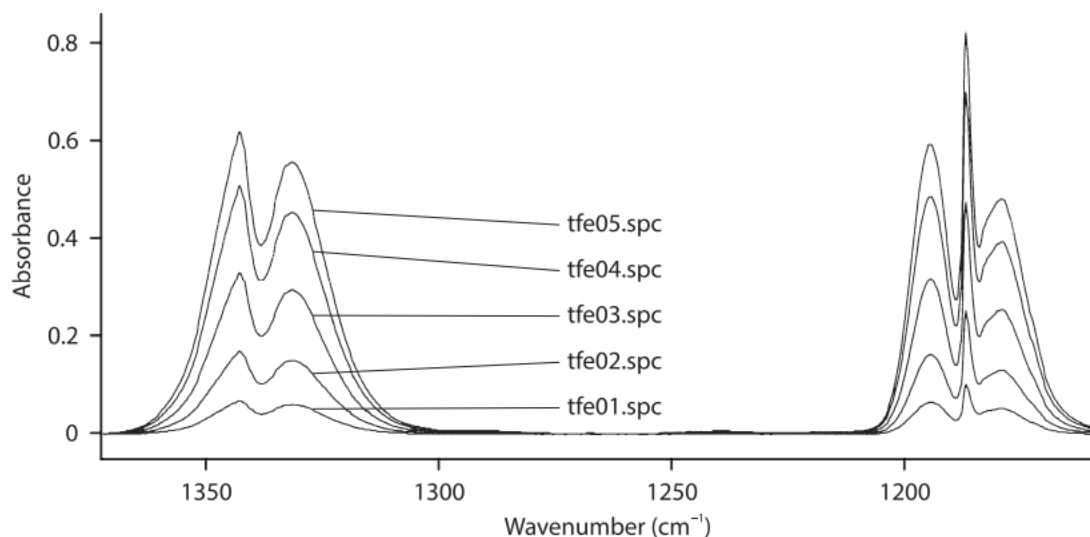
دقت مورد انتظار در نتایج اندازه‌گیری‌های مبتنی بر FTIR برای یک ترکیب خاص تنها زمانی حاصل می‌شود که؛

- (۱) جذب مرجع در تعداد کافی مقادیر CPP تا مقادیر حداکثر مشخص شود.
- (۲) جذب نمونه مربوط به هر ترکیب، نشان دهنده مقداری کمتری از حداکثر مقدار CCP است، که در کتابخانه مرجع برای آن ترکیب ارائه شده است.

تحلیلگر باید برای هر آنالیت دو طیف مرجع را در هر یک از دو مقدار غلظت (یعنی حداقل چهار طیف) در طول مسیر جذب ثبت کند. دو غلظت نباید با ضریب بیش از ۱۰ از هم جدا شوند و حداکثر ضریب ۵ توصیه می‌شود. پس از ثبت این طیف‌ها، تحلیلگر باید ابتدا پارامترهای سیستم و حداکثر CPP اندازه‌گیری شده را ثبت کند. سپس خطی بودن جذب را در محدوده CPP اندازه‌گیری شده مشخص نماید (بخش D8). در صورتی که خطی بودن جذب یا حداکثر مقدار CPP برای اندازه‌گیری‌های میدانی بعدی نامناسب باشد، ممکن است لازم شود که طیف مرجع اضافی برای آنالیت ثبت گردد.

D8: بررسی‌های خطی

عملکرد بررسی‌های خطی روی مجموعه‌ای از طیف‌های مرجع، جنبه مهمی از طیف‌سنجی FTIR است و با یک مثال عملی به بهترین شکل نشان داده می‌شود. مثال زیر بر اساس یک سری اندازه‌گیری‌های مرجع انجام شده بر روی ترکیب تترا فلورواتیلن است، که از این به صورت TFE مشخص می‌شود. پنج طیف جذبی برای TFE در شکل D1 نشان داده شده است. این طیف‌ها در کل محدوده اعداد موج میانی IR ثبت شده هستند، اما فقط قسمتی از طیف که شدیدترین TFE را نشان می‌دهد، مورد نظر است.



شکل D1: طیف جذب مرجع TFE (محور X کوتاه شده است)

جدول D2، پارامترهای پیکربندی سیستم برای طیف مرجع TFE (شکل D1 را ببینید)

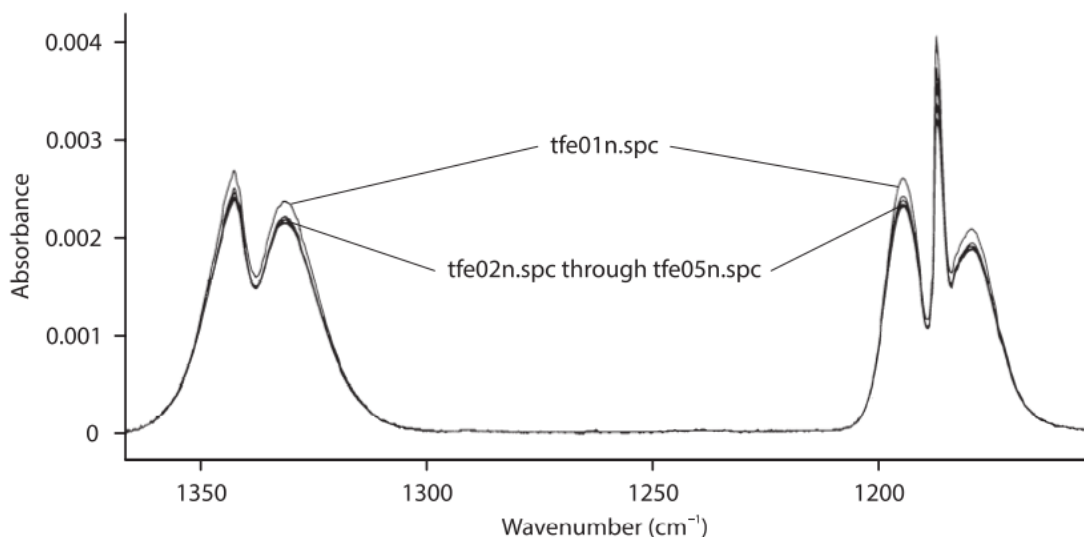
پارامترهای پیکربندی سیستم	مقدارها/یادداشت‌ها
MIL (cm ⁻¹)	0.5
زمان های ادغام (s)	1080 (120 s per spectrum × 9 spectra)
طول مسیر جذب (m)	10.23
دمای گاز (°C)	15
فشار گاز (kPa)	101.3 ± 1.3 (760 mmHg ± 10 mmHg)
تابع آپادیزاسیون	Triangular
ضریب پر شدن صفر	Zero
نوع آشکارساز	MCT
بهره آشکارساز (سخت افزار)	Jumpers B, C, and D
بهره آشکارساز (نرم افزار)	1
طیف CTS مرجع	j2kety.spc
طیف استاندارد عدد موج	j2kety.spc

نمونه‌های گاز مرجع با استفاده از رقیق‌سازی با نیتروژن در یک سیلندر گازی استاندارد تولید شدند. غلظت TFE در سیلندر استاندارد (توسط فرو شنده گاز) با توجه به اندازه‌گیری‌های وزن سنجی، قابل ردیابی در NIST تعیین و نرخ جریان گاز سیلندر با دستگاه حجمی اندازه‌گیری شد.

یک تکنیک برای بررسی خطی بودن این مجموعه، تشکیل یک میانگین نرمال شده از این پنج طیف و سپس استفاده از آن در تحلیل خطی پنج طیف اصلی است. نرمال‌سازی شامل تقسیم هر طیف بر CPP آن است. این مقادیر، بر اساس طول مسیر مشتق شده از CTS برابر ۱۰/۳۳ متر، همراه با غلظت واقعی گاز است. نام فایل‌های طیفی جدید، در جدول D3 آورده شده است. شکل D2 طیف نرمال شده را نشان می‌دهد. طبق قانون بیر، این طیف‌ها تقریباً با یکدیگر برابر هستند. فقط طیف tfe01n.spc بر اساس طیف اصلی ۲۵/۵۳ ppm به راحتی از طیف‌های دیگر، قابل تشخیص است.

جدول D3: عوامل عادی‌سازی برای طیف‌های TFE

طیف اصلی	غلظت (ppm)	طول مسیر (ppm·m)	طیف نرمال شده
tfe01.spc	2.50	25.5	tfe01n.spc
tfe02.spc	6.63	67.8	tfe02n.spc
tfe03.spc	13.3	133	tfe03n.spc
tfe04.spc	20.4	208	tfe04n.spc
tfe05.spc	25.1	257	tfe05n.spc



شکل D2: طیف جذب مرجع نرمال شده برای TFE

جدول D4، نتایج تحلیل حداقل مربعات خطی را با استفاده از میانگین طیف نرمال شده به عنوان یک طیف مرجع منفرد با CPP (1.00 ppm·m) در محدوده طیفی 1050 cm^{-1} تا 1400 cm^{-1} نشان می‌دهد.

تورش در روش خطی، به وضوح در ستون چهارم جدول مشهود است، که آنالیز غلظت‌هایی که در کمترین غلظت، خیلی زیاد و در بالاترین غلظت، بیش از حد پایین هستند را نشان می‌دهد. آخرین ستون جدول که نشان دهنده اختلاف در صد مطلق بین غلظت واقعی و محاسبه شده است، "عدم قطعیت کالبراسیون کسری" نیز برابر ۳/۲٪ است (به مرجع ۳ مراجعه کنید).

این مقدار نشان دهنده میانگین خطای بیش از حد است. محدوده غلظت برای این طیف‌های مرجع تا حداکثر مقدار CPP مورد استفاده در آنالیز را نشان می‌دهد. انتظار می‌رود در صورت نیاز به دقت بیشتر، از آنالیزها یا اصلاحات غیرخطی، مانند آنچه در بالا بحث شد (پیوست B، بخش B6)، استفاده گردد.

جدول D4 : نتایج تحلیل حداقل مربعات خطی برای طیف مرجع TFE

تفاوت درصد مطلق	تمرکز واقعی محاسبه شده (ppm)	تمرکز واقعی (ppm)	تمرکز محاسبه شده (ppm)	طیف مرجع TFE
7.7	0.19	2.50	2.69	tfe01.spc
0.2	0.01	6.63	6.64	tfe02.spc
1.4	-0.2	13.0	12.8	tfe03.spc
2.9	-0.6	20.4	19.8	tfe04.spc
3.7	-0.9	25.1	24.2	tfe05.spc

D9. محاسبه LOD

بر اساس پیکربندی سیستم داده، طیف مرجع، و ناحیه طیفی تحلیلی، که در آن سطح جذب هر ترکیب برابر با RSA است، LODهای تخمینی برای تعیین کمترین غلظت بدست می‌آید. $LOD (L_D)$ برای یک ترکیب از فرمول زیر محاسبه می‌شود؛

(فرمول D1)

$$L_D = \frac{P_{EP} \times A_{RS}}{L \times A_R}$$

RSA از سیستم FTIR و سطح نويز معمولی با ریشه میانگین مربع در جذب و عرض ناحیه طیفی تحلیلی در cm^{-1} تشکیل می‌شود (به ضمیمه B، بخش B2 مراجعه کنید). تخمین RSA باید خطای رخ داده در تفریق تداخلات طیفی شناخته شده را منعکس سازد. ضمیمه E، بخش E1 نمونه‌های مفصلی از محاسبات RSA و LOD را ارائه می‌دهد.

D10. استفاده از کتابخانه‌های مرجع موجود

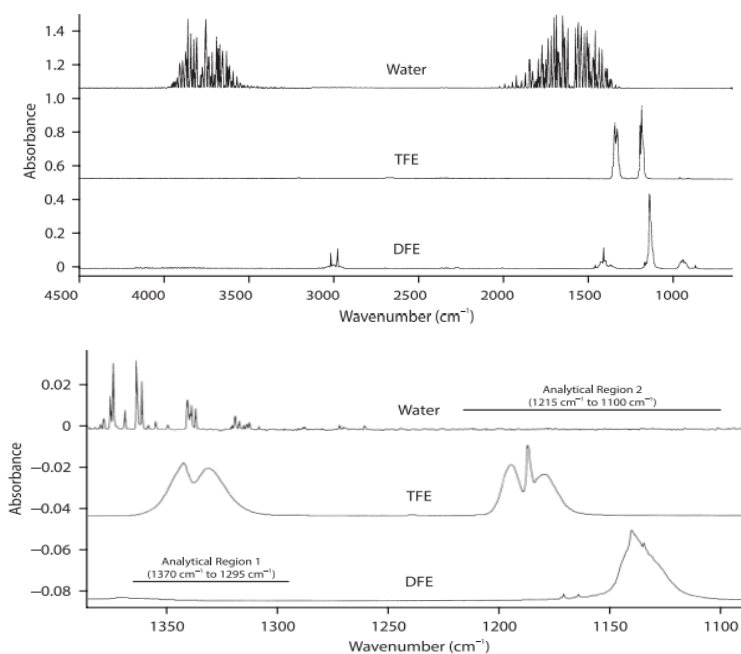
تحلیلگر ممکن است از هر یک از کتابخانه‌های مرجع عمومی در دسترس، برای آنالیز استفاده کند، اما اکیداً توصیه می‌شود که نتایج کمی برای آنالیت‌ها، فقط بر اساس طیف‌های کتابخانه‌هایی باشد که الزامات مورد بحث در این پیوست را برآورده می‌کنند. اگر کتابخانه مرجع، شامل طیف‌هایی باشد که با وضوح طیفی متفاوت از سیستم میدانی ثبت شده باشد، تحلیلگر باید طیف‌ها را از نظر ریاضی با داده‌های میدانی جدا کند و سپس اطمینان حاصل نماید که داده‌های کتابخانه‌ای به طور مناسب در محدوده اندازه‌گیری مورد نظر خطی هستند.

در این پیوست آنالیز TFE و ۱،۱-دی فلوئورو اتیلن (DFE) در هوای محیط کار، همراه با محاسبات RSA و LOD بیان شده است. مباحث طراحی، اعمال و تایید و تصحیح یک طیف آنالیزی نیز در زیر مورد بررسی قرار گرفته است. پیکربندی سیستم FTIR فرض شده برای این مجموعه، در زیر آورده شده است. این پارامترها با مقادیر LOD ارائه شده در جدول ۲ مطابقت دارند.

System Configuration Parameters	Values/Notes
MIL	0.5 (cm ⁻¹)
طول مسیر جذب	10 m
تابع آپادیزاسیون	Triangular
دمای گاز	293 K
فشار گاز	101.3 kPa
ضریب پر شدن صفر	None
تعداد موج نوارهای آب	1918 cm ⁻¹ and 2779 cm ⁻¹
منابع کتابخانه مرجع	NIST, EPA
زمان ادغام:	70 s (64 scans)
نوع آشکارساز	MCT
بهره آشکارساز - سخت افزار	Gain jumpers A, D, and H
بهره آشکارساز - نرم افزار	1.0

E1. آنالیز RSA و LODs

این آنالیز باید در هوای محیط کار انجام شود، بنابراین تنها تداخل طیفی بالقوه مربوط به از آب و دی اکسیدکربن است. شکل E1 نمونه‌ای از طیف مرجع TFE، DFE و آب را نشان می‌دهد. طیف آب نشان داده شده، متعلق به هوای محیط کار است؛ دی اکسیدکربن در هیچ یک از طیف‌ها جذب نمی‌شود. در نتیجه، ناحیه طیفی نشان داده شده در شکل E2 در واقع، طیف DFE و TFE را در هوای محیط کار نشان می‌دهد.



شکل E1. طیف مرجع جذب برای TFE، DFE و آب.

شکل E2. نواحی که ممکن است در طیف تحلیلی ظاهر شود

با جزئیات بیشتر در شکل E2، سه طیف مرجع و دو ناحیه طیفی تحلیلی ممکن، نشان داده شده است. ناحیه طیفی ۱، از cm^{-1} 1370.1 تا 1295 بوده و شامل نوارهای آبی می‌باشد که با جذب TFE در طیف نمونه تداخل دارد. ناحیه طیفی ۲ (cm^{-1} 1215 تا 1100) ممکن است بهترین انتخاب برای هر دو نمونه TFE و DFE باشد. گرچه طیف‌های نزدیک به cm^{-1} 3000 ممکن است، مطلق به DFE باشند، این طیف‌ها از تداخل TFE با آب جلوگیری می‌کنند، اما دارای همپوشانی طیفی بین دو آنالیت هستند. تا زمانی که غلظت نسبی TFE، DFE و آب در نمونه‌ها مشخص نشود، معلوم نیست که کدام یک از دو ناحیه می‌تواند تخمین بهتری از غلظت را برای TFE ارائه دهد. بنابراین محاسبات برای هر دو ناحیه در زیر توضیح داده شده است. تخمین LODها برای TFE و DFE نیازمند محاسبه RSA در طیف نمونه واقعی، بر روی ناحیه طیفی تحلیلی انتخاب شده هستند. از طیف نمونه واقعی برای محاسبه جذب باقیمانده (به معادله C6 مراجعه کنید) جهت تعیین عدم قطعیت غلظت استفاده می‌شود. باید توجه داشت که RSA و LOD مشتق شده تخمینی هستند. اگر ماتریس نمونه واقعی به طور قابل توجهی با ماتریس نمونه فرض شده متفاوت باشد، عدم قطعیت‌های واقعی و LODها ممکن است با مقادیر RSA و LOD بدست آمده در محاسبات، متفاوت باشد. برای نمونه‌های هوای محل کار، آب تنها ترکیب تداخلی است که مطمئناً در هر یک از نواحی طیفی ظاهر می‌شود. بنابراین تخمین واقع‌گرایانه RSA با در نظر گرفتن غلظت‌های مختلف آب، و با استفاده از همان پیکربندی سیستم FTIR در دسترس است.

برای هر آنالیت، فرض می‌شود که فقط آب و آنالیت به طور قابل ملاحظه‌ای در طیف نمونه واقعی جذب می‌شوند. آنالیزهای بعدی براساس ماتریس نمونه واقعی می‌تواند منجر به غلظت کمتر یا بالاتر، عدم قطعیت و تخمین LOD شود. نمونه‌هایی از چنین آنالیزهایی در زیر به تفصیل آمده است.

شکل‌های E3 و E4 دو طیف جذبی را نشان می‌دهند که با استفاده از پیکربندی سیستم شرح داده شده در بالا، ثبت شده‌اند. آنها طیف هوای محیط کار را در رطوبت نسبی ۲۰٪ و ۴۰٪ نشان می‌دهند.

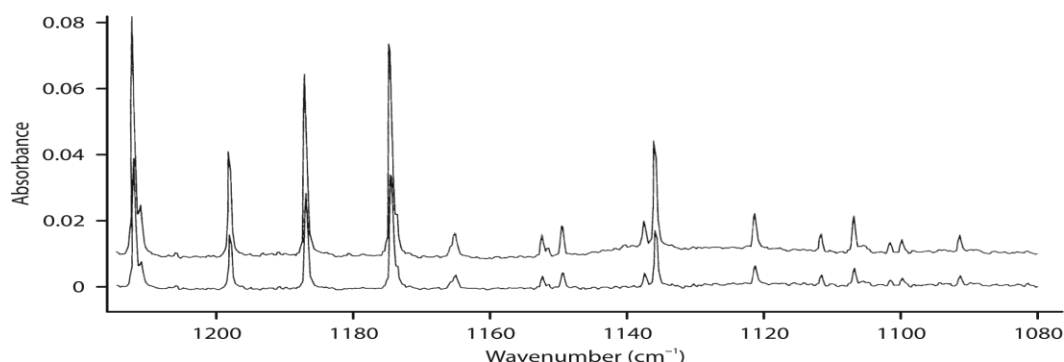


Figure E3. Water spectra 1215 cm^{-1} to 1080 cm^{-1} .

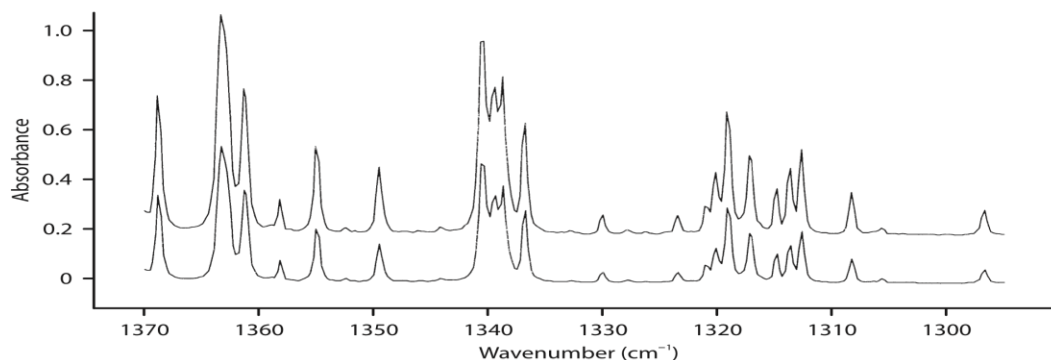
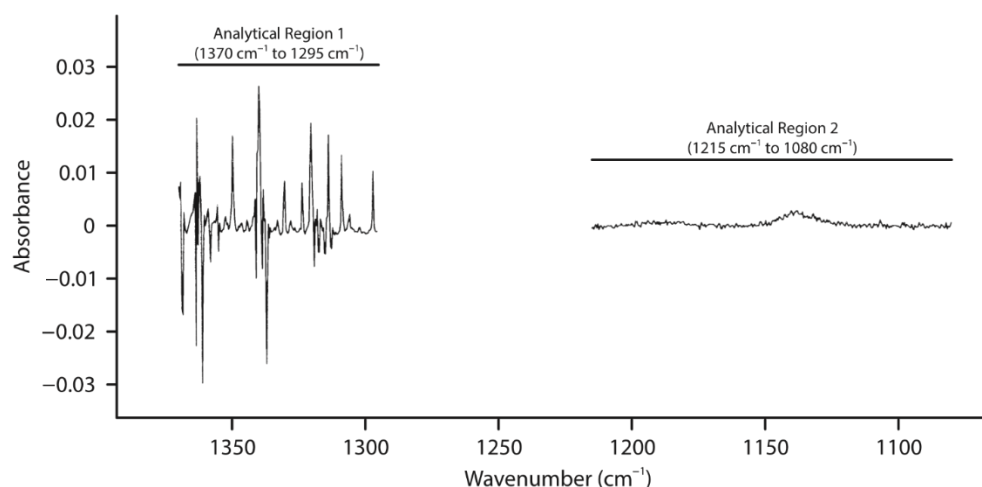


Figure E4. Water spectra 1370 cm^{-1} to 1295 cm^{-1} .

شکل E3 و E4 طیف جذبی آب

شکل E5 دو طیف باقیمانده را نشان می‌دهد. عوامل پوسته پوسته شدن در آنالیز LSF مستقل در دو ناحیه طیفی تحلیلی تعیین شده است. (اصلاحات خطی پایه offset) و شیب نیز در طول آنالیز تعیین شد، بنابراین مقدار میانگین هر طیف باقیمانده صفر است. این محاسبات با استفاده از آزمون ANOVA انجام شده است. مقادیر RSA برای طیف‌های باقیمانده در معادله C2 تعریف شده و محاسبات مربوطه، در جدول E1 ارائه شده است (محاسبات همچنین در برنامه اکسل با اعمال تابع STDEV انجام شد).



شکل E5. طیف باقیمانده آب

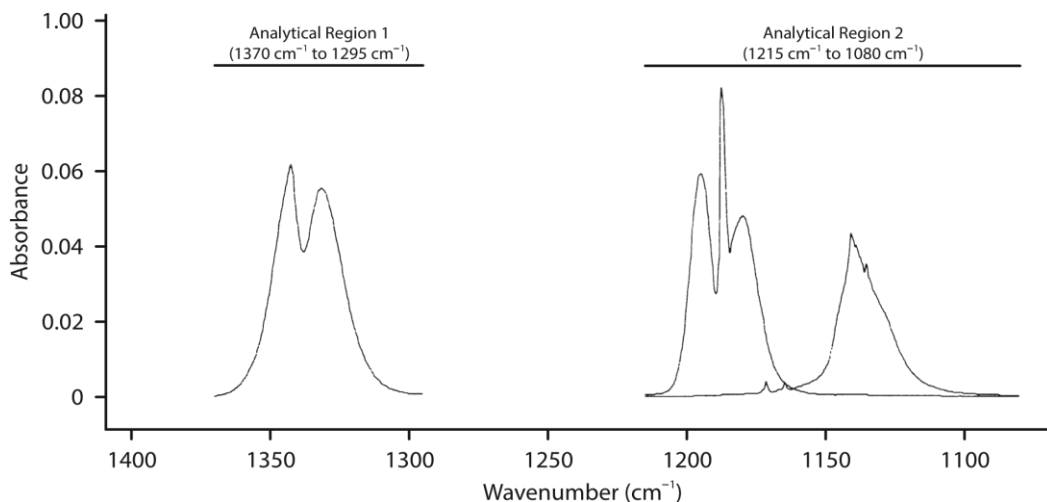
جدول E1. نتایج آنالیز RSA از طیف مرجع آب

Analytical Region (cm ⁻¹)	Calculated Scaling Factor	Scaling Factor Uncertainty (1σ)	Residual RMS Standard Deviation (Absorbance)	RSA; Equation B2(cm ⁻¹)
1370 to 1295	1.636	0.003	0.00575	0.431
1215 to 1080	1.870	0.008	0.00069	0.093

از تخمین LODها (LD, ppm)، نواحی جذب طیف‌های مرجع در محدوده طیف‌های تحلیلی (AR, cm⁻¹)، طیف مرجع CPPs (PCP, ppm·m)، طول مسیر جذب نمونه L(m) و مقادیر RSA (ARS, cm⁻¹)، می‌توان استفاده کرد. نواحی جذب با استفاده از یک تقریب دوزنق‌های استاندارد، بدون اصلاح خط پایه تعیین شد (برای این طیف‌ها، اصلاحات پایه، منجر به مقادیری می‌شود که با مقادیر کمتر متفاوت می‌باشد) (بیش از ۳٪ و کمتر از آن نادیده گرفته شده است). شکل E6 ویژگی‌های طیفی TFE و DFE را نشان می‌دهد، که در آن A_R برابر 256.7 ppm·m و dfeav05.spc برابر (CPP = 197.8) است.

$$L_D = \frac{P_{CP} \times A_{RS}}{L \times A_R} \quad (\text{فرمول E1})$$

از نظر ریاضی، تخمین LOD توسط (فرمول E1) محاسبه می‌شود. جدول E2 مقادیر مربوطه و LODهای حاصل را برای DFE و TFE در دو ناحیه طیفی تحلیلی در نظر گرفته شده نشان می‌دهد. نتایج نشان می‌دهند که در ناحیه طیفی تحلیلی از ۱۲۱۵ cm⁻¹ تا ۱۰۸۰ cm⁻¹ غلظت TFE احتمالاً مقدار دقیق‌تری را ارائه دهد.



شکل E6. طیف TFE و DFE برای محاسبات سطح جذب.

جدول E2. LOD برای TFE و DFE از آنالیز RSA طیف مرجع آب

Reference Spectra			System Configuration				
Analytical Region	Compound	File Name	CPP (ppm·m)	Absorbance Area (cm ⁻¹)	RSA (cm ⁻¹)	L (m)	Estimated LOD (ppm)
1370 to 1295	TFE	tfe05.spc	256.7	16.03	0.431	10.0	0.69
1215 to 1080	TFE	tfe05.spc	256.7	13.97	0.093	10.0	0.17
1215 to 1080	DFE	dfe05.spc	197.8	8.72	0.093	10.0	0.21

E2. LSF برای تعیین غلظت TFE و DFE

در این بخش شرحی از آنالیز LSF برای دو ترکیب TFE و DFE در نمونه‌های هوای محیط کار ارائه شده است. همانطور که همیشه قبل از انجام اندازه‌گیری‌های واقعی انجام می‌شود، هیچ داده واقعی برای مخلوط ترکیبات در ماتریس فرضی (هوای محیط) در هنگام انجام این آنالیزها در دسترس نبود. بر این اساس، توضیحات زیر بر اساس طیف‌های تولید شده از طیف‌های مرجع موجود برای TFE، DFE و آب است. برای اینکه تکنیک FTIR موثر باشد، سطوح نويز در طیف‌های نمونه تحلیل شد و طیف‌های مرجعی استفاده شد که به احتمال زیاد آنالیز بهینه را ارائه می‌دهند. این مرحله، دوره‌ای است که تحلیلگری باید با احتیاط رفتار کند و سعی کند عملکرد روش FTIR را در شرایط اساساً ناشناخته پیش‌بینی نماید.

E2A: تولید و آنالیز طیف نمونه ساخته شده (سنتز شده) TFE و DFE

جدول E3 تولید ریاضی نمونه‌های ساخته شده را برای شرح آنالیز LSF که در ادامه آمده است، توضیح می‌دهد. هر طیف نمونه از مجموع طیف‌های مرجع مقیاس شده برای TFE (tfe4.spc.CPP=208.3ppm.m)، DFE (dfeav05.spc.CPP=197.8ppm.m) و آب (wat02bl.spc) تشکیل شده است. در جدول E3 پارامترهایی برای تولید طیف‌های نمونه ساخته شده در غلظت‌های ذکر شده و طول مسیر جذب فرضی ۱۰ متر ارائه شده است.

جدول E3: پارامترهای مورد استفاده برای تولید طیف‌های نمونه ساخته شده حاوی TFE، DFE و آب

TFE Scaling Factor	TFE Synthetic Concentration (ppm)	DFE Scaling Factor	DFE Synthetic Concentration (ppm)	Water Scaling Factor	Synthetic Sample Spectrum File Name
0	0	0	0	0.6	S001.spc
0	0	0	0	1.2	S002.spc
1.200	25.0	1.264	25.0	0.6	S551.spc
1.200	25.0	0.253	5.00	0.6	S511.spc
0.240	5.00	1.264	25.0	0.6	S151.spc
1.200	25.0	1.264	25.0	1.2	S552.spc
1.200	25.0	0.253	5.00	1.2	S512.spc
0.240	5.00	1.264	25.0	1.2	S152.spc

یک طیف که نشان دهنده نویز جذب تصادفی است، به هر طیف نمونه ساخته شده، اضافه گردید. این طیف نویز با استفاده از تابع RANDOM در برنامه GRAMS/32 V4.11 تولید شد (، Galactic, Inc.; see the Array Basic User's Guide, V4.1, page 316). توابع مشابه نیز در سایر برنامه‌های نرم افزاری در دست‌دسترس هستند. برای طیف نویز R، با مقادیر جذب گسسته برای اعداد موج $i = p - q$ ، ریشه میانگین مربعات (RMS) نویز جذبی (به معادله B2 مراجعه کنید، که RSA را تعریف می‌کند)، براساس نواحی طیفی تحلیلی و با استفاده از معادله زیر، برابر 0.00034 در منطقه 1438 تا 1282 cm^{-1} بود.

$$N_{RMS} = \sqrt{\sum_{i=p}^{i=q} \frac{R_i^2}{q-p}}$$

این مقدار بسیار نزدیک به مقدار واقعی طیف جذب (ارائه شده توسط شرکت MIDAC) است که با پیکربندی سیستم در منطقه 1005 تا 932 ثبت شده است. طیف نمونه ساخته شده، چهار مخلوط مختلف از TFE و DFE (شامل یک "مخلوط" که هیچ ترکیبی ندارد)، را در دو سطح رطوبت متفاوت ارائه می‌دهد. جدول E4 نتایج یک تحلیل LSF (program 4FTIMD V15, Rho) 1080 تا 1215 با استفاده از طیف‌های مرجع TFE3.spc ($\text{CPP} = 133.2 \text{ ppm} \cdot \text{m}$)، dfeav04.spc ($\text{CPP} = 133.3 \text{ ppm} \cdot \text{m}$) و wat01bl.spc ارائه می‌دهد. توجه داشته باشید که این‌ها همان طیف‌های مرجعی نیستند که در تولید طیف‌های نمونه ساخته شده، استفاده شده‌اند و اینکه نتایج برای آب در واحدهای دلخواه است.

نتایج LSF برای طیف‌های TFE و DFE غیر صفر مطلوب، و متفاوت از غلظت‌های ساخته شده و کمتر از 3% در هر مورد است. عدم قطعیت غلظت ذکر شده در جدول E4 مقادیر 3σ آماری تعیین شده از آنالیز LSF می‌باشد. این پارامترهای درصد عدم قطعیت و وضوح طیف‌های باقی‌مانده LSF شاخص‌های مهمی از کیفیت حداقل مربعات در آنالیز هستند که در بخش بعدی بیشتر مورد بحث قرار می‌گیرد. نتایج TFE و DFE برای دو طیف ساخته شده که فاقد ویژگی جذبی TFE و DFE (S001 و S002) هستند، نتایج غلظت LSF را کوچک نشان داد (حداکثر 0.14 ppm). تخمین LOD و عدم قطعیت‌های مربوط به آنالیز LSF نیز کوچکتر هستند. متأسفانه، در محاسبات ریاضی نیز بین LODهای محاسبه شده و عدم قطعیت غلظت 3σ اتفاق نظر وجود ندارد. این بیانیه توسط در بخش A2 بیان شده است، که سه روش مختلف را مورد بحث قرار می‌دهد.

جدول E4 : نتایج LSF اصلی برای طیف‌های نمونه ساخته‌شده حاوی TFE، DFE و آب

Synthetic	TFE*			DFE†			Water‡	
Sample Spectrum File Name	Synthetic Concentration (ppm)	LSF Result	LSF 3 σ Uncertainty (%)	Synthetic Concentration (ppm)	LSF Result	LSF 3 σ Uncertainty (%)	LSF Result (arbitrary)	LSF 3 σ Uncertainty (%)
S001.spc	0	0.02	52.5	0	0.07	13.7	1.12	1.23
S002.spc	0	0.03	32.2	0	0.14	8.95	2.24	0.80
S551.spc	25.0	24.41	0.26	25.0	24.30	0.29	0.87	11.8
S511.spc	25.0	24.43	0.25	5.00	4.88	1.43	0.87	11.5
S151.spc	5.00	4.88	0.41	25.0	24.33	0.09	1.07	3.04
S552.spc	25.0	24.43	0.26	25.0	24.35	0.29	1.99	5.20
S512.spc	25.0	24.45	0.26	5.00	4.95	1.43	1.99	5.11
S152.spc	5.00	4.90	0.43	25.0	24.39	0.10	2.19	1.56

*برای TFE، به استثنای نمونه‌های S001 و S002، میانگین اختلاف غلظت نمونه ساخته‌شده و واقعی، LSF برابر ۲/۲۴٪ بود. میانگین عدم قطعیت در ۳ σ نیز برابر ۰/۳۱٪ بود.

† برای DFE، به استثنای نمونه‌های S001 و S002، میانگین اختلاف بین غلظت نمونه ساخته‌شده و واقعی LSF برابر ۲/۳۴٪ بود. میانگین عدم قطعیت در ۳ σ نیز برابر ۰/۶۱٪ بود.

‡ برای آب، به استثنای نمونه‌های S001 و S002، میانگین عدم قطعیت در ۳ σ نیز برابر ۶/۳۸٪ بود.

E2b: تجزیه طیف‌های نمونه مصنوعی با یک ترکیب تداخلی

در صورت وجود ترکیبات تداخلی، هر روش آنالیز، از جمله روش طیف سنجی FTIR، ممکن با شکست مواجه شود. با این حال، نتایج آنالیز طیفی FTIR در حضور مداخله‌گرها، می‌تواند سرنخ‌هایی را ارائه دهد. یک تحلیلگر باتجربه اغلب می‌تواند فرایند آنالیز را تنظیم نموده و با لحاظ نمودن پارامترهای مداخله‌گر، نتایج دقیقی را بدست آورد.

برای نشان دادن این جنبه مهم از طیف سنجی FTIR، یک تداخل طیفی تشریح شده، در جدول E3 معرفی گردید. نسخه‌های یک طیف مرجع (hfpav06.spc, 256.6 ppm·m) از ترکیب هگزاfluوروپروپیلن (HFP) که این ترکیب را در دو غلظت (۱۰ ppm و ۵) نشان می‌دهد، به طیف نمونه ساخته‌شده اضافه گردید. پارامترهای طیف نمونه ساخته‌شده نهایی، در جدول E5 توضیح داده شده است. آنالیز حداقل مربعات، برای نمونه ساخته‌شده نهایی حاوی TFE، DFE، آب و HFP در جدول E6 بیان شده است.

جدول E5: پارامترهای مورد استفاده برای تولید طیف‌های نمونه ساخته‌شده حاوی TFE، DFE، آب و HFP

Original Synthetic Sample Spectrum File Name	HFP Scaling Factor	HFP Synthetic Concentration (ppm)	Final Synthetic Sample Spectrum File Name
S001.spc	0.195	5.00	S0011.spc
S002.spc	0.390	10.0	S0022.spc
S551.spc	0.195	5.00	S5511.spc
S151.spc	0.195	5.00	S1511.spc
S512.spc	0.195	5.00	S5121.spc
S511.spc	0.390	10.0	S5112.spc
S552.spc	0.390	10.0	S5522.spc
S152.spc	0.390	10.0	S1522.spc

جدول E6 : نتایج اصلی LSF برای طیف‌های نمونه ساخته شده نهایی حاوی TFE ، DFE ، آب و HFP

Synthetic Sample Spectrum File Name	TFE*			DFE†			Water‡	
	Synthetic Concentration (ppm)	LSF Result	LSF 3 σ Uncertainty (%)	Synthetic Concentration (ppm)	LSF Result	LSF 3 σ Uncertainty (%)	LSF Result (arbitrary)	LSF 3 σ Uncertainty (%)
S0011.spc	0	1.00	39.6	0	-1.58	26.5	1.65	0.89
S0022.spc	0	2.01	39.5	0	-3.16	26.4	3.29	1.78
S5511.spc	25.0	25.06	1.51	25.0	22.65	1.89	1.43	43.3
S5112.spc	25.0	25.73	2.90	5.00	1.57	53.8	1.99	61.4
S1511.spc	5.00	5.53	6.64	25.0	22.67	1.84	1.63	37.0
S5522.spc	25.0	25.73	2.90	25.0	21.05	4.01	3.10	39.2
S5121.spc	25.0	25.09	1.52	5.00	3.29	13.1	2.55	24.4
S1522.spc	5.00	6.20	11.87	25.0	21.09	3.96	3.30	36.4

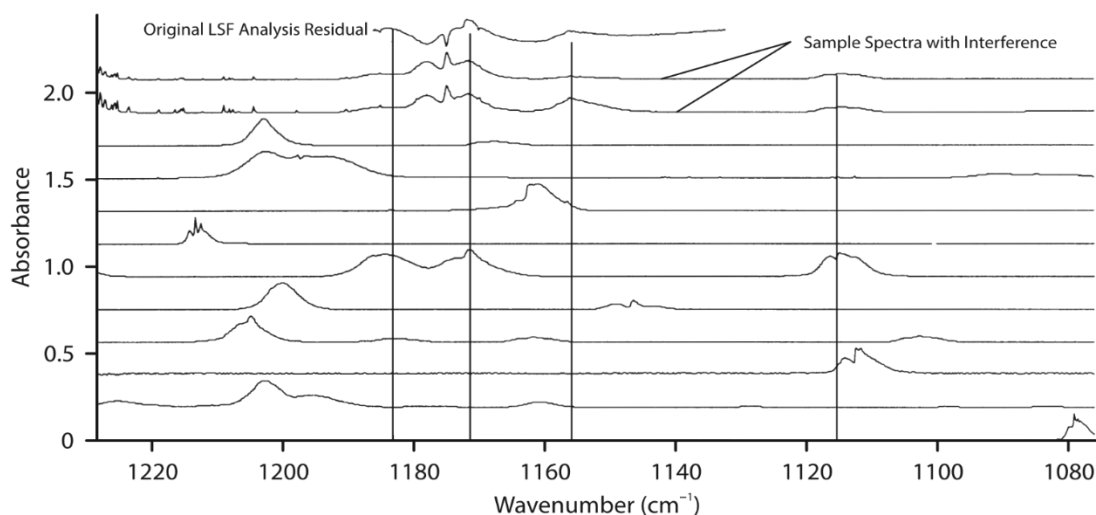
*برای TFE، به استثنای نمونه‌های S001 و S002، میانگین عدم قطعیت ۳۵ ، ۴/۵۶٪ بود.

†برای DFE، به استثنای نمونه‌های S001 و S002، میانگین عدم قطعیت ۳۵ ، ۱۳/۱٪ بود.

‡برای آب، به استثنای نمونه‌های S001 و S002، میانگین عدم قطعیت ۳۵ ، ۳/۴۰٪ بود.

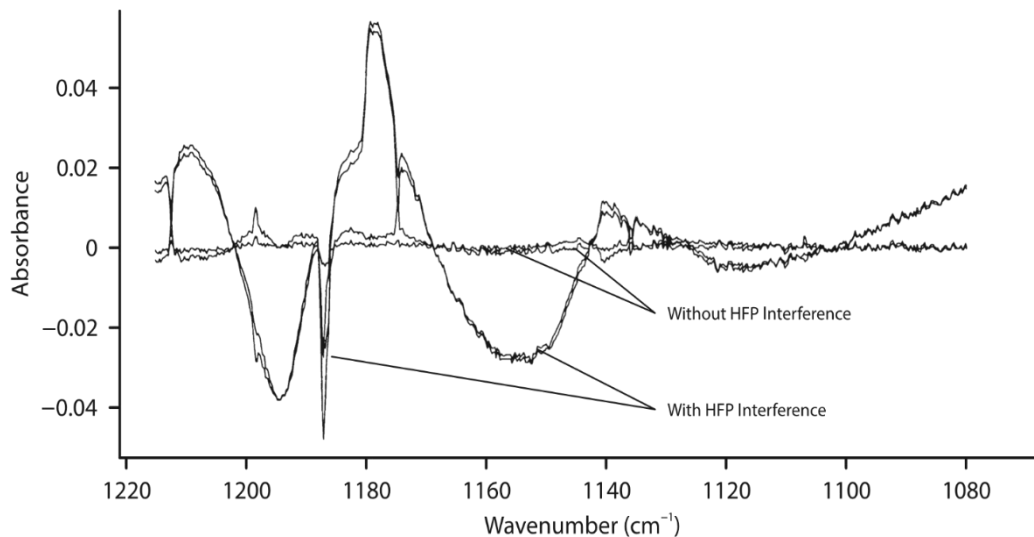
در میانگین بیش از شش طیف نمونه ساخته شده، حاوی TFE و DFE، درصد عدم قطعیت غلظت برای TFE ، DFE، و آب هنگام وجود طیف مداخله HFP، بیشتر است. برای TFE و DFE، میانگین درصد عدم قطعیت جدول E6 بیش از ده برابر، نسبت به جدول E4 است. این روش نشان می‌دهد که؛

- برای طیف‌های نمونه حاوی غلظت‌های قابل توجه TFE و DFE، تداخل HFP باعث افزایش زیادی در عدم قطعیت غلظت TFE و DFE می‌شود.
- برای طیف‌های نمونه حاوی غلظت‌های کم یا صفر از TFE و DFE، عدم قطعیت‌ها، شاخص قابل اعتمادی برای تداخل HFP نیستند. توجه داشته باشید که غلظت در مقایسه با برآورد LOD برای این ترکیب منفی و بزرگ هستند (نتایج غلظت منفی به معنی کوچکتر بودن آن در مقایسه با LOD است. این نتایج از نظر آماری معتبر هستند و لزوماً نشان دهنده شکست در آنالیز نیستند).



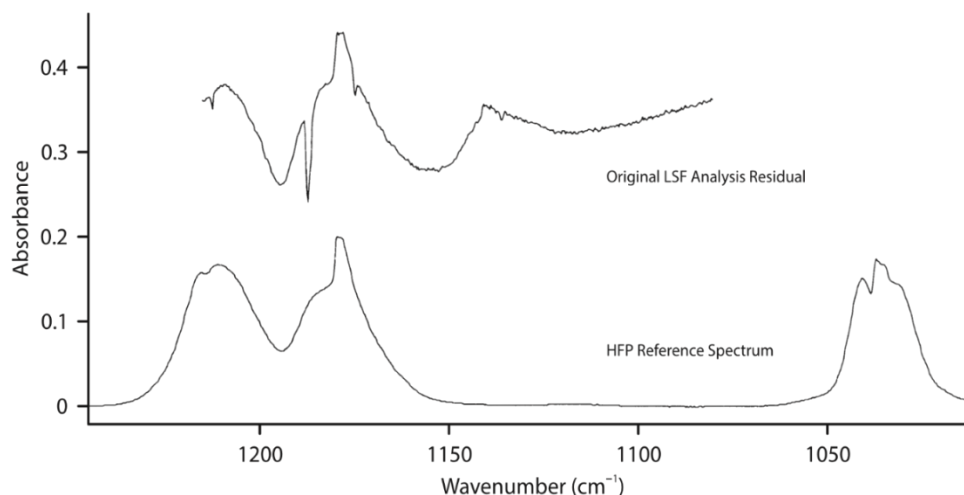
شکل E7. طیف باقیمانده با و بدون وجود تداخل HFP

اگر نتایج غلظت ناهنجاری‌هایی مانند موارد ذکر شده در بالا را نشان دهد، طیف‌های باقی‌مانده از آنالیزها نیز رفتار غیرعادی نشان می‌دهند، شکل E7 طیف باقیمانده را برای چهار آنالیز نشان می‌دهد. در مقایسه با طیف‌های باقی‌مانده حاصل از آنالیز طیف‌های بدون تداخل HFP، آن‌هایی که تداخل HFP دارند، ویژگی‌های جذب زیادی را نشان می‌دهند که نمی‌توانند توسط سه طیف مرجع مورد استفاده مدل‌سازی شوند. تحلیلگر باید قبل از اقدام، ترکیب مزاحم را شناسایی کند. این اغلب می‌تواند با مقایسه بصری طیف‌های باقی‌مانده مشکوک، با طیف مرجع تعدادی از تداخل‌کننده‌های احتمالی، انجام شود (شکل E8).



شکل E8. مقایسه طیف‌های باقیمانده، نمونه و مرجع

شکل E8 نشان می‌دهد که موقعیت‌های سه پیک نسبی در طیف باقی‌مانده (ردپای بالا) به خوبی تنها با یکی از ۹ طیف مرجع مطابقت دارند (طیف‌های نه‌گانه نشان داده شده همگی از هیدروکربن‌های سبک، تا حدی یا کاملاً فلوئوردار هستند). یک نوار جذب اضافی از این طیف منفرد نیز با یک پیک بزرگ در هر دو طیف نمونه مطابقت دارد (ردپایی دوم و سوم از بالای شکل). بررسی دقیق‌تر این طیف مرجع در شکل E9 نشان داده شده است. این به وضوح یک رابطه نزدیک بین شکل طیف باقیمانده و ویژگی‌های جذب HFP را نشان می‌دهد.



شکل E9. طیف مرجع LSF باقیمانده و HFP

اگرچه این شناسایی آزمایشی است، اما می‌توان آن را با گنجاندن HFP در آنالیز LSF آزمون کرد. جدول E7 غلظت‌های TFE، DFE و آب را توضیح می‌دهد.

جدول E7. نتایج نهایی LSF برای طیف‌های نمونه ساخته‌شده نهایی حاوی TFE، DFE، آب

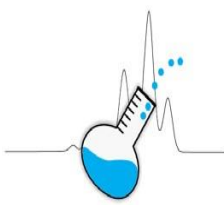
Synthetic Sample Spectrum File Name	TFE*			DFE†			Water*	
	Synthetic Concentration (ppm)	LSF Result (ppm)	LSF 3 σ Uncertainty (%)	Synthetic Concentration (ppm)	LSF Result (ppm)	LSF 3 σ Uncertainty (%)	LSF Result (arbitrary)	LSF 3 σ Uncertainty (%)
S0011.spc	0	1.00	39.6	0	-1.58	26.5	1.65	0.89
S0022.spc	0	2.01	39.5	0	-3.16	26.4	3.29	1.78
S5511.spc	25.0	24.43	0.27	25.0	24.27	0.33	0.87	12.1
S5112.spc	25.0	24.45	0.27	5.00	4.81	1.72	0.88	12.34
S1511.spc	5.00	4.91	0.44	25.0	24.27	0.11	1.08	3.23
S5522.spc	25.0	24.46	0.28	25.0	24.27	0.35	1.99	5.51
S5121.spc	25.0	24.45	0.27	5.00	4.92	1.63	1.99	5.25
S1522.spc	5.00	4.94	0.57	25.0	24.29	0.14	2.20	2.05

*برای TFE، به استثنای نمونه‌های S0011 و S0022، میانگین عدم قطعیت ۳۵، ۳٪ بود.

†برای DFE، به استثنای نمونه‌های S0011 و S0022، میانگین عدم قطعیت ۳، ۷۱٪ بود.

‡برای آب، به استثنای نمونه‌های S0011 و S0022، میانگین عدم قطعیت ۳، ۶/۷۴٪ بود.

نتایج گنجاندن HFP در آنالیز نتایج با کیفیت (بالا) در جدول E3 برای TFE، DFE و آب نشان داده شده است. درصد عدم قطعیت‌های نسبی در تحلیل نهایی، کمی بیشتر از تحلیل اصلی است. از آنجایی که همان مقدار اطلاعات طیفی برای تعیین یک پارامتر اضافی در تحلیل نهایی استفاده می‌شود، این نتایج قابل انتظار می‌باشد. کیفیت آنالیز را احتمالاً می‌توان با گسترش ناحیه طیفی تحلیلی برای دربرگرفتن کل باند جذب HFP که در شکل E9 نشان داده شده است، بهبود بخشید.

	ترکیبات آلی فرار، C1 تا C10، روش کانِیستر Volatile Organic Compounds, C1 to C10, Canister Method	شماره روش: ۳۹۰۰ تاریخ انتشار: ۲۰۱۸/۰۸/۳۰
جدول ۱: CAS جدول ۱: RTECS		فرمول شیمیایی: جدول ۱ وزن مولکولی: جدول ۱
آنالیت‌ها: اتانول، ۲-پروپانول، استون، ۲،۳-بوتاندیون، ۲،۳-پنتاندیون، ۲،۳-هگزان دیون، دی کلرومتان، تری کلرومتان، هگزان، بنزن، تولوئن، اتیل بنزن، o-m-p زایلن، متیل متاکریلات، α-پینن، دی لیمونن ویژگی‌ها: جدول ۱ نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز: [۳-۱] OSHA: جدول ۳ NIOSH: جدول ۳		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی، طیف سنجی جرمی ترکیبات آنالیت: ترکیبات جدول ۱ حجم پیش تغلیظ: تزریق ۲۵ تا ۵۰۰ میلی لیتر (در سطوح ppb) برای یک کانِیستر ۶ لیتری، تزریق ۲۵ تا ۲۵۰ میلی لیتر (در سطوح ppb) برای یک کانِیستر ۴۵۰/۴۰۰ میلی لیتری، حلقه ۱ میلی لیتری (در سطوح ppm) شرایط پیش تغلیظ: - ماژول ۱ (خالی): متمرکز در ۲۰°C-، جذب در ۱۰°C پخت در دمای ۱۵۰°C (۷ دقیقه)؛ - ماژول ۲ (دانه‌های شیشه‌ای): متمرکز در ۸۰°C-، جذب در دمای ۱۸۰°C، پخت در ۱۹۰°C - ماژول ۳ (متمرکز کننده): متمرکز در ۱۵۰°C- شرایط GC/MS: - تزریق: ۱۰۰°C - آشکارساز: ۲۸۰°C - ستون: ۳۵°C (۲ دقیقه نگه داشتن) تا ۱۷۰°C (شیب دما ۸°C/min)، شیب دما ۲۰°C/min تا ۲۲۰°C (۳ دقیقه نگه داشتن) - منبع MS: ۲۳۰°C - چهار قطبی: ۱۵۰°C	نمونه برداری نمونه بردار: کانِیستر استیل ضد زنگ با روکش سیلیس ذوب شده با حجم‌های ۶ لیتر، ۴۵۰ یا ۴۰۰ میلی لیتر دبی: ۰/۰۶ تا ۵۰ میلی لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: وابسته به حجم کانِیستر روش انتقال نمونه: معمول پایداری نمونه: ۲۵°C (۳۰ روز برای اتانول، ۲-پروپانول و استون با غلظت ۱۰ ppb)، ۲۱ روز برای α-پینن و دی لیمونن در غلظت ۰/۸ ppm نمونه‌های شاهد: ۱ نمونه شاهد در هر مرتبه نمونه برداری	

- مدت زمان تاخیر حلال: ۴/۵ دقیقه - اسکن MS: 35-350 amu - گاز حامل: هلیوم، ۱ میلی لیتر بر دقیقه ستون: Capillary, fused silica, 60 m x 0.32-mm ID; 1-μm film 100% dimethylpolysiloxane کالیبراسیون: آنالیت‌های فاز گازی در کانیستر گستره: جداول ۴a و ۴b حد تشخیص: جداول ۴a و ۴b دقت نمونه بردار: جداول ۴a و ۴b	
احتیاط‌های ویژه دی کلرومتان و تری کلرومتان، سرطان‌زاهای حیوانی تایید شده و بنزن یک سرطان‌زای تایید شده برای انسان است (IARC). تری‌ها قابل اشتعال هستند و محرک محسوب می‌شوند. آماده‌سازی تمامی محلول‌های استاندارد با ایستای در مکانی با تهویه مناسب انجام شود. در طول فعالیت‌های نمونه برداری و تجزیه، از تجهیزات حفاظت فردی مناسب استفاده شود. هنگام کار با مواد شیمیایی، استفاده از دستکش مناسب، محافظ چشم، روکش آزمایشگاهی و غیره ضروری است.	صحت محدوده مطالعه: جداول ۴a و ۴b تورش: جداول ۴a و ۴b دقت کلی (S_{IT}): جداول ۴a و ۴b صحت: جداول ۴a و ۴b
کاربرد این روش برای اندازه‌گیری طیف وسیعی از ترکیبات آلی فرار در محیط‌های مراقبت‌های بهداشتی [۴] توسعه یافته است، اما ممکن است در سایر محیط‌های شغلی نیز مورد استفاده قرار گیرد. این روش برای اندازه‌گیری آنالیت‌های زیر ایجاد شده است: اتانول، استون، ۲-پروپانول، دی کلرومتان، هگزان، تری کلرومتان، ۲،۳-بوتانادیون، ۲،۳-پنتانادیون، و ۲،۳-هگزان دیون، بنزن، متیل متاکریلات، تولوئن، اتیل بنزن، ۵-m-p زایلن، متیل متاکریلات، α-پینن، دی لیمونن. گستره کاری، بسته به آنالیت (جدول ۴a)، از ۰/۲۴ تا ۲۲ ppb، برای تجزیه در سطح ppm و ppb ۰/۷ - ۲ در سطح ppm قابل استفاده است. این روش ممکن است برای سایر ترکیبات آلی فرار که پایداری، میل، دقت و صحت قابل قبولی را نشان می‌دهند، قابل استفاده باشد. آشکار سازهای جایگزین (به عنوان مثال، آشکار ساز یونیزاسیون شعله، آشکار ساز جذب الکترون، آشکار ساز هدایت حرارتی، زمان پرواز (time-of-flight) و طیف‌سنج جرمی زمان پرواز)، حجم‌های کانیستر، ستون‌های GC، استانداردهای داخلی و تجهیزات، ممکن است پس از ارزیابی و احراز عملکرد در محدوده قابل قبول، مورد استفاده قرار گیرند. آموزش تکنیک‌های رقیق سازی فشار و سیستم‌های پیش تغلیظ و همچنین آزمایش مهارت، باید به‌طور دوره‌ای انجام شود تا اطمینان حاصل گردد که بهینه روش کانیستر حفظ شده است.	
مداخله‌گرها سایر ترکیبات و یون‌های با زمان ماند یکسان، ممکن است منجر به تداخل شوند (مانند الکل‌ها، کتون‌ها، آروماتیک‌ها، بتا پینن). به عنوان مثال، وینیل استات دارای وزن مولکولی یکسان با ۲،۳-بوتانادیون بوده و زمان شستشوی مشابهی در ستون برای آن توصیه شده است. نمونه‌های با رطوبت بالا که تحت فشار هستند، ممکن است آب متراکم تشکیل دهند و منجر به از بین رفتن ترکیبات محلول در آب شوند. محتوای آب در طول پیش تغلیظ نمونه، باید با پاکسازی تله‌ها با هلیوم، کاهش حجم تزریق نمونه به پیش تغلیظ کننده، یا شکافتن جریان نمونه قبل از تغلیظ و/یا تزریق کروماتوگرافی گازی مدیریت شود.	
روش‌های دیگر این روش برای تعیین VOCs (C1 تا C10) و جهت ارزیابی مواجهه در محیط‌های حاوی مخلوطی از ترکیبات فوق می‌باشد. این روش اصلاح شده‌ی روش EPA-TO-15 است و شامل تجزیه مواد شیمیایی خاص و فرار با غلظت پایین در سطح ppm می‌باشد [۵]. همچنین ASTM D546 به عنوان راهنمایی برای نمونه برداری و تجزیه کانیستر شناخته می‌شود [۶].	

مواد شیمیایی مصرفی	تجهیزات
۱. اتانول، درجه معرف*	۱. کروماتوگراف گازی/سیستم طیف سنج جرمی با قابلیت اتصال به سیستم پیش تغلیظ کننده
۲. پروپانول، درجه معرف*	۲. سیستم پیش تغلیظ کننده هوا، با قابلیت تزریق از ۲۵ تا ۵۰۰ میلی لیتر
۳. استون، درجه معرف*	۳. نمونه بردار خودکار کانیستر با سیستم تزریق حلقه ۱ میلی لیتری
۴. ۲،۳ - بوتاندیون، درجه معرف*	۴. سیستم رقیق سازی گاز با قابلیت اندازه گیری انتقال فشار
۵. ۲،۳ - پنتاندیون، درجه معرف*	۵. سیستم تمیز کردن گرم که قادر به ایجاد فشار خلاء در کانیستر به میزان ۰/۰۰۶۶ کیلو پاسکال قبل از نمونه برداری و چرخش خلاء و گاز مرطوب باشد.
۶. ۲،۳ - هگزادیون، درجه معرف*	۶. رگولاتور دبی مویرگی یا دیافراگمی برای نمونه برداری جریان محدود، متناسب برای نمونه برداری فوری با فیلتر ذرات فولاد ضد زنگ با تخلخل ۲ میکرومتر
۷. دی کلرومتان*	۷. کانیسترهای روکش دار ۴۰۰ میلی لیتری، ۴۵۰ میلی لیتری یا ۶ لیتری با پوشش سیلیس ذوب شده
۸. تری کلرمتان، درجه معرف*	۸. سرنگ های گاز، ۲/۵ میلی لیتر، ۱ میلی لیتر، ۲۵۰ میکرولیتر، ۱۰۰ میکرولیتر، ۲۵ میکرولیتر و ۱۰ میکرولیتر
۹. هگزان، درجه معرف*	۹. پیپت شیشه ای یکبار مصرف
۱۰. بنزن، درجه معرف*	۱۰. ظرف شیشه ای ۲ لیتری
۱۱. تولوئن، درجه معرف*	
۱۲. اتیل بنزن، درجه معرف*	
۱۳. ۰-زایلین، درجه معرف*	
۱۴. m-زایلین، درجه معرف*	
۱۵. p-زایلین، درجه معرف*	
۱۶. متیل متاکریلات، درجه معرف*	
۱۷. α - پینن، درجه معرف*	
۱۸. دی لیمونن، درجه معرف*	
۱۹. هوا با خلوص فوق العاده بالا.	
۲۰. نیتروژن با خلوص فوق العاده بالا	
۲۱. هلیوم با خلوص فوق العاده بالا	
۲۲. سیلندر استاندارد داخلی - 20 ppb @ - (بروموکلرومتان؛ ۱،۴-دی فلورو بنزن؛ کلرو بنزن d5؛ و بروموفلوئورو بنزن)	
۲۳. آب مقطر، دیونیز (18MOhm, low VOC content)	
*به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.	

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری: به مورد خاصی اشاره نشده است.

نمونه برداری

۱. کانیستر را تا ۰/۰۰۶۶ کیلو پاسکال قبل از نمونه برداری تخلیه کنید.
۲. نمونه برداری ممکن است با یک کنترل کننده جریان (به عنوان مثال، دیافراگمی یا مویرگی) در یک کانیستر بزرگ (مثلاً ۶ لیتر) برای نمونه برداری از سطح، یا یک کانیستر کوچک (مثلاً ۴۰۰ یا ۴۵۰ میلی لیتر) برای نمونه برداری شخصی انجام شود. انتخاب کنترل کننده جریان و نرخ جریان مناسب، به اندازه کانیستر مورد استفاده و دوره نمونه برداری که برای مشخص کردن مواجهه ضروری است، بستگی دارد.
۳. برای کنترل کننده های جریان دیافراگمی، قبل از نمونه برداری در هر روز، رویه های سازنده را برای کالیبراسیون با دبی مناسب دنبال کنید (مثلاً ۱۰ میلی لیتر در دقیقه برای یک کانیستر ۶ لیتری در یک شیفت کاری ۸ ساعته) دنبال کنید. فشار نهایی در کانیستر باید کمتر از ۱/۸۴ کیلو پاسکال باشد.

۴. برای کنترل کننده‌های جریان مویرگی، جریان توسط طول و قطر داخلی مویرگ کنترل می‌شود. از یک کنترل کننده جریان استفاده کنید که حجم کانیستر را تا ۳۰/۴ کیلو پاسکال در طول دوره نمونه‌برداری پر نماید و از فشار نمونه نهایی ۵۰/۶ کیلو پاسکال تجاوز نکند.

۵. از فیلتر ذرات باجنس فولاد ضد زنگ و تخلخل ۲ میکرومتر، برای محافظت از کنترل کننده‌های جریان و کانیسترها هنگام نمونه برداری در محیط‌های غبارآلود استفاده کنید.

آماده سازی نمونه

۶. برای تجزیه در سطح ppb، کانیستر را از طریق یک نمونه‌بردار خودکار یا مستقیم به پیش تغلیظ کننده متصل کنید. اگر نمونه نیاز به تحت فشار قرار دادن برای افزایش حجم، قبل از آنالیز دارد، رقت سازی فشار را با نیتروژن خلوص فوق العاده بالا (UHP) یا هوا انجام دهید و ضرایب رقت را در محاسبه اعمال کنید. فشار نمونه نهایی پس از تجزیه، باید بیشتر از ۵۰/۶ کیلو پاسکال باشد تا پتانسیل رقت نمونه به دلیل نشت سیستم محدود شود.

۷. برای تجزیه در سطح ppm، کانیستر را تحت فشار قرار دهید (مثلاً ۱۵۲ کیلو پاسکال یا براساس توصیه سازنده) تا فشار کافی برای شستشوی حلقه ۱ میلی لیتری به دست آورید. یک جایگزین برای استفاده از حلقه جهت کمی سازی، می‌تواند تزریق با حجم کم از کانیستر برای بررسی محدوده غلظت آنالیت است. سپس، رقت‌های فشار را در منحنی کالیبراسیون در سطح ppb انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۸. طیف سنج جرمی را تنظیم کنید و با استانداردهایی در محدوده ۱ تا ۲۰ ppb (۲۵ تا ۵۰۰ میلی لیتر حجم اسمی تزریق) و ۰/۲ تا ۲ (۱ میلی لیتر حلقه شسته شده با ۱۰۰ میلی لیتر نمونه) کالیبره کنید. از پنج تا هفت نقطه کالیبراسیون در محدوده دینامیکی باید استفاده شود. استاندارد داخلی (۵۰ میلی لیتر در ۲۰ ppb) قبل از انتقال نمونه به پیش تغلیظ کننده اضافه می‌شود.

۹. مخلوطی از آنالیت‌ها باید قبل از آماده سازی استاندارد فاز گازی تولید شود.

۱۰. استانداردهای فاز گازی را می‌توان در حباب شیشه‌ای ۲ لیتری با افزودن حجم مشخصی از مخلوط شیمیایی (به بخش محاسبه مراجعه کنید) به ظرف تهیه کرد. جرم تزریق شده به ظرف از غلظت آنالیت در مخلوط و حجم مخلوط تعیین می‌شود.

نکته: الکل‌ها و کتون‌ها، ممکن است در حضور گرما واکنش نشان دهند. روش تهیه حباب گرم شده برای الکل‌ها و کتون‌ها توصیه نمی‌شود زیرا واکنش باعث تغییر غلظت گاز تولید شده، می‌شود. دو روش جایگزین برای روش آماده سازی حباب گرم، تولید بدون گرما در یک کیسه بی اثر بزرگ (مثل تدار) مقاوم در برابر نور، یا خرید یک سیلندر کالیبراسیون است.

۱۱. ظرف به مدت ۳۰ دقیقه تا دمای ۶۰ درجه سانتیگراد گرم می‌شود و اجازه داده می‌شود تا دمای اتاق خنک گردد. قبل از اینکه حجم گاز (از طریق یک سرنگ مخصوص تزریق گاز) به کانیسترهای کالیبراسیون تخلیه شده، منتقل شود، یک جایگزین برای آماده سازی نمونه استاندارد توسط حباب شیشه‌ای گرم شده، خرید استانداردهای گاز در غلظت‌های شناخته شده و استفاده از سیستم رقیق سازی گاز برای اندازه گیری انتقال فشار لازم است. استانداردهای اندازه گیری گاز باید از یک تولید کننده مرجع معتبر خریداری شوند (برای مثال، گواهینامه ISO 17034 توصیه می‌شود) [7]. یک استاندارد گازی تقریباً ۲ ppm از ۱۷ ترکیب (نیتروژن متعادل)، به مدت ۲ سال، در یک سیلندر آلومینیومی تحت فشار با انحراف ۲٪ ± از مقدار تایید شده اصلی پایدار می‌باشد.

۱۲. ۸۰ میکرولیتر آب مقطر تمیز را به یک کانیستر ۶ لیتری خلاء شده اضافه کنید، گاز استاندارد را اضافه نموده و با نیتروژن UHP یا هوا تا ۱۷۲ کیلو پاسکال (یعنی ۴۰٪ RH) رقیق کنید.

۱۳. فاکتورهای پاسخ را برای هر آنالیت، به نزدیکترین استاندارد داخلی، با استفاده از نرم افزار کمی سازی طیف سنج جرمی و یون کمی (اولیه) مناسب محاسبه نمایید. فاکتورهای پاسخ (RF) به صورت زیر محاسبه می‌شوند [۸].

$$RF = \frac{A_x \times C_{is}}{A_{is} \times C_x}$$

A_x = مساحت یون کمی برای آنالیت (شمارش)

Ais = مساحت یون کمی برای استاندارد داخلی (شمارش)

Cis = غلظت استاندارد داخلی (ppb)

Cx = غلظت آنالیت (ppb)

۱۴. یک نمونه شاهد آزمایشگاهی خیس (مثلاً $RH \sim 40\%$) و یک نمونه استاندارد بررسی کننده (استاندارد چک) ۱۰ ppb خیس (مثلاً $RH \sim 40\%$)، باید در یک دوره ۲۴ ساعته تجزیه شوند. زمانی که نمونه استاندارد چک، خارج از معیارهای پذیرش تعیین شده توسط آزمایشگاه توسعه یافته باشد، کالیبراسیون کامل را انجام دهید. بررسی کنید که بازیابی استاندارد ۹۰٪ تا ۱۱۰٪ قابل دستیابی باشد، اما بسته به ابزار، ممکن است بیشتر یا کمتر شود. تا حد امکان، ارزیابی تکرارپذیری باید برای ۱۰ نمونه انجام شود. یک استاندارد چک، باید در نزدیکی انتهای توالی تحلیلی، آنالیز شود تا اطمینان حاصل گردد، که بازیابی هر ترکیب بین ۸۰٪ تا ۱۲۰٪ است.

سنجش

۱۵. دستگاه GC/MS را بر اساس توصیه شرکت سازنده و تحت شرایط ارائه شده در این استاندارد تنظیم کنید.

۱۶. ۵۰ میلی لیتر استاندارد داخلی با غلظت ۲۰ ppb را تزریق کنید.

۱۷. بین ۲۰۰ تا ۵۰۰ میلی لیتر نمونه برای آنالیز در سطح ۱۰ ppb و ۱ میلی لیتر نمونه برای آنالیز در سطح ppm تزریق کنید. تا زمانی که کارایی قبل از آنالیز نمونه تایید شده باشد، می توان از حجم های تزریق جایگزین استفاده کرد.

نکته ۱: اگر مساحت پیک بالاتر از محدوده خطی استانداردهای کاری باشد، با نیتروژن UHP با استفاده از یک سیستم گازی، رقیق نمایید یا حجم نمونه های کوچکتر را تزریق کنید، سپس دوباره آنالیز نموده و ضریب رقت مناسب را در محاسبات اعمال کنید.

نکته ۲: ایزومرهای m-xylene و p-xylene که در ستون، با هم شستشو داده می شوند، باید با هم آنالیز و گزارش شوند.

محاسبات

۱۸. محاسبه غلظت آنالیت برای کالیبراسیون (Cbulb;ppm) در حباب (ظرف) شیشه ای

$$C_{bulb} = \frac{C_a V_m Y \times 22.4}{MW_s \times V_{bulb}} \times \frac{T_{lab}}{273.15} \times \frac{760}{P_{lab}}$$

در آن:

Ca = غلظت آنالیت در مخلوط (mg/mL)

Vm = حجم مخلوط تزریق شده در حباب (mL)

Y = خلوص آنالیت (مقیاس ۰ تا ۱)

MWs = وزن مولکولی آنالیت (g/mol)

Vbulb = حجم حباب شیشه ای (m³) که به صورت تجربی تعیین می شود.

Tlab = دمای آزمایشگاه (K)

Plab = فشار آزمایشگاه (mm Hg)

توجه: فشار اتمسفر استاندارد برابر ۷۶۰ است. ۲۷۳/۱۵ °K دمای استاندارد تعیین شده توسط اتحادیه بین المللی شیمی محض و کاربردی (IUPAC) و ۲۲/۴ لیتر، حجم مولی در STP است.

۱۹. مقدار کمی از گاز داخل حباب را به یک کانیستر خلاء شده، جهت کالیبراسیون انتقال دهید.

۲۰. غلظت نهایی در کانیستر (Cfinal; ppb) را بر اساس فرمول زیر محاسبه کنید؛

$$C_{final} = C_{bulb} \times 1000 \times \frac{V_{inj}}{V_{can}} \times \frac{P_{atm}}{P_f}$$

در آن :

Cbulb = غلظت در حباب شیشه‌ای (ppm)

Vinj = حجم منتقل شده به کانیستر (mL)

Vcan = حجم کانیستر (mL)

Patm = فشار اتمسفر (kPa)

Pf = فشار نهایی کانیستر (kPa)

غلظت آنالیت (Cx) را بر حسب ppb یا ppm با توجه به معادله زیر تعیین کنید:

$$C_x = \frac{A_x \times C_{is}}{A_{is} \times RF}$$

A_x = مساحت یون کمی برای آنالیت (شمارش)

A_{is} = مساحت یون کمی برای استاندارد داخلی (شمارش)

C_{is} = غلظت استاندارد داخلی (ppb)

RF = ضریب پاسخ که با استفاده از رگرسیون خطی محاسبه شده است.

توجه: به شرطی که اطلاعات کالیبراسیون در پایگاه داده‌های کمی نرم افزارهای آنالیز داده وارد شوند، اکثر آن نرم افزارها می‌توانند غلظت آنالیت را محاسبه کنند. هنگامی که نتایج بالاتر از حد تشخیص آنالیت باشد، ممکن است اصلاح ضروری نیاز باشد.
۲۱. در صورت لزوم، ضرایب رقت (نسبت حجم نهایی به حجم اولیه) باید در استانداردها یا نمونه‌ها اعمال شود.

ارزیابی روش

تورش، دقت، صحت و پایداری برای ۱۴ ترکیب آلی فرار (اتانول، استون، ۲-پروپانول، دی کلرومتان، هگزان، تری کلرومتان، بنزن، متیل متاکریلات، تولوئن، اتیل بنزن، o-m-p زایلن، متیل متاکریلات، α -پینن، دی لیمونن) در غلظت‌های ppm و ppb [۴] توسط کندی و همکاران تعیین شده است [۹]. پس از این مطالعه، سه آنالیت اضافی (۲،۳-بوتاندیون، ۲،۳-پنتاندیون، و ۲،۳-هگزان دیون) به لیست اضافه شده و دقت در طی مطالعات ارزیابی گردیده است. حد اطمینان ۹۵٪ بالا و پایین و میانگین تورش محاسبه شده است (یعنی خطای استاندارد برابر ۱/۹۶±). برای قابل قبول بودن، هر دو حد خطا، باید قدر مطلق کمتر از ۱۰٪ داشته باشند، یا قدر مطلق حدود ۱۰٪ داشته باشند. برای اینکه روشی با معیار NIOSH، "دقت ۲۵٪" را برآورده نماید، فاصله اطمینان ۹۵٪، با فرمول تقریب هذلولی باید زیر ۲۵٪ باشد. پایداری معیاری از تورش است که میانگین غلظت را در روز ۳۰ یا بیشتر با میانگین غلظت در روز صفر مقایسه می‌کند. مقدار مطلق پایداری باید کمتر از ۱۰٪ باشد، تا قابل قبول گردد. پایداری روز ۳۰ از مطالعات LeBouf و همکاران به دست آمده است [۴]. پایداری روز ۵۸ از روش NIOSH به دست آمده است [۱۰]. در حالی که عملکرد روش بر اساس آنالیت متفاوت است، نتایج اعتبارسنجی نشان می‌دهد که این روش یک روش نمونه‌برداری از هوا و روش آنالیز مناسب برای اندازه‌گیری طیف وسیعی از ترکیبات آلی فرار انتخابی، در محیط‌های مواجهه است.

باروش پیش تغلیظ مورد استفاده، جهت اندازه‌گیری غلظت‌های سطح ppb، تمام معیارهای دقت برای ۱۶ مورد از ۱۷ آنالیت هدف، در محدوده قابل قبولی بودند (جدول ۴a). ۲-پروپانول معیار دقت ۹۵٪ را در غلظت‌های سطح ppb رد کرد و نتایج اعتبارسنجی صحت غیرقطعی را نشان داد. شاید به این دلیل که مرحله پیش تغلیظ توسط آب، غلظت این آنالیت را به دلیل ماهیت قطبی آن تحت تأثیر قرار داده است. با این حال، اتانول با وجود قطبیت مشابه، معیار دقت را رد کرد. تورش برای همه ۱۷ آنالیت قابل قبول بود. میانگین مقادیر تورش برای ۲-پروپانول و متیل متاکریلات بیشتر از ۱۰٪ بود، اما همچنان قابل قبول بوده و در حدود اطمینان ۹۵٪ محاسبه شده است. ارزیابی بیشتر برای تأیید یا رد نتیجه تورش بیش از حد ضروری است، به ویژه به این دلیل که مقادیر تورش ممکن است تحت تأثیر خطای ارائه شده در طول تهیه استانداردها (مانند تزریق مایع به حباب شیشه‌ای یا رقیق سازی غلظت) قرار گرفته باشد. پایداری ذخیره سازی ۱۷

آنالیت، به مدت ۵۸ روز در حدود ۱۰ ppb برای اکثر آنالیت‌ها به استثنای اتانول، ۲-پروپانول و استون (پایدار برای ۳۰ روز) تایید شده است (جدول ۴a) [۱۰،۴].

از آنجایی که تری کلرومتان در آزمون همگنی بارتلت [۹] (یعنی دقت متفاوت در غلظت‌های متفاوت) برای سطح ppb ناموفق بود، مقدار دقت برای این آنالیت (نشان داده شده در جدول ۴a) بر اساس مقداری برای دقت که در تمام غلظت‌های بررسی شده ادغام شده بود، محاسبه نشد. در عوض، مقدار دقت بر اساس بدترین حالت دقت و تورش خاص غلظت و یک محاسبه دقت اصلاح شده که درجه‌های آزادی کاهش یافته را به حساب می‌آورند، محاسبه شد. بررسی بیشتر در مورد دقت تری کلرومتان با استفاده از روش سطح ppb ضروری است. در این میان، روش را می‌توان برای تعیین کمیت این آنالیت استفاده کرد، اما تحلیلگر باید از وابستگی به غلظت متغیرهای اندازه‌گیری، آگاه باشد. برای روش حلقه مورد استفاده جهت اندازه‌گیری غلظت‌های سطح ppm، تمام معیارهای دقت و تورش در محدوده‌های قابل قبول برای هر آنالیت بودند (جدول ۴b). آزمایش بارتلت نشان داد که دقت اندازه‌گیری برای غلظت‌های دی‌کلرومتان و متیل متاکریلات غیرهمگن است. مقادیر دقت برای این دو آنالیت بر اساس بدترین حالت دقت و تورش خاص غلظت و یک محاسبه دقت اصلاح شده که کاهش درجه آزادی را به حساب می‌آورد، محاسبه شد. همه آنالیت‌ها به مدت ۳۰ روز پایدار بودند، به جز α -پینن و دی-لیمونن، که به مدت ۲۱ روز پایدار ماندند (جدول ۴b). زمان نگهداری کمتر برای α -پینن و دی‌لیمونن ممکن است، به دلیل تلفات ناشی از واکنش‌های شیمیایی با سایر محتویات کانیستر، به ویژه وجود گونه‌های اکسید کننده، مانند ازن یا رادیکال‌های هیدروکسیل و نیترات باشد، که به طور طبیعی در هوای داخل خانه یافت می‌شوند [۱۲،۱۱].

- مطالعه بین آزمایشگاهی

یک مطالعه بین آزمایشگاهی برای تخمین دقت از ۹ آزمایشگاه انجام شد [۱۰]. آزمایشگاه‌ها از آزمایشگاه‌های معتبر انجمن بهداشت صنعتی آمریکا (AIHA) یا برنامه اعتباربخشی آزمایشگاه ملی محیط زیست (NELAP) که تجربه و تجهیزات لازم برای آنالیز نمونه‌های کانیستر را داشتند، انتخاب شدند. تخمین‌های دقیق برای تکرارپذیری از ۰/۴ تا ۰/۵۵ در غلظت ppb و از ۰/۱ تا ۰/۴۷ برای غلظت ppm متغیر بود. برآوردهای دقیق برای بازتولیدپذیری از ۰/۱ تا ۰/۶۲ در غلظت ppb و از ۰/۱۹ تا ۰/۵۸ در غلظت ppm بسته به آنالیت و سطح اسمی متغیر بود. نمودارهای آماری h و k که نتایج بین و درون آزمایشگاهی را اندازه‌گیری می‌کند، ناسازگاری نتایج گزارش شده در بین آزمایشگاه‌های ۵، ۶ و ۷ را نشان می‌دهند. این آزمایشگاه‌ها برای تعیین علت نتایج ناسازگار مورد بررسی قرار گرفتند. نتایج نشان داد که مشکلات مربوط به زمان نگهداری و رعایت روش دلیل آن بودند. اما نتایج به دلیل تعداد کم آزمایشگاه‌های شرکت کننده، حفظ گردید. آموزش تکنیک‌های رقیق‌سازی فشار و سیستم‌های پیش تغلیظ و همچنین تست مهارت، باید به‌طور دوره‌ای انجام شود تا اطمینان حاصل گردد، که آزمایشگاه‌ها، شرایط بهینه‌سازی در روش کانیستر را دارند.

- مطالعات چمبر

روش کانیستر در مطالعات محفظه آزمایشگاهی [۱۰] تحت شرایط محیطی مختلف و غلظت آلفا دیکتون‌ها، برای ارزیابی نمونه‌برداری و صحت آنالیز در روش ASTM D6246، به چالش کشیده شد. در این روش شرایط زیر ارزیابی گردید؛ دما، رطوبت، سرعت باد و غلظت. آزمایش‌های تورش برای ارزیابی‌های مرتبط با افت نرخ جریان ($\sim 13\%$ در طول دوره نمونه‌برداری) برای کنترل‌کننده‌های جریان مویرگی انجام شد. تورش نرخ جریان، با استفاده از تفاوت در اندازه‌گیری‌ها، برای زمان‌های اوج مواجهه، در ابتدا و انتهای دوره نمونه‌برداری ارزیابی شد. آزمایش‌هایی نیز برای ارزیابی تنوع بین روز و بین نمونه‌برداران انجام شد. یک سیستم تولید و نمونه‌برداری از ترکیبات آلی فرار، برای تولید غلظت‌های شناخته شده در یک محفظه نمونه‌برداری شیشه‌ای با ۱۸ پورت نمونه‌برداری استفاده شد. این سیستم در یک محفظه کنترل محیطی بزرگ، برای تنظیم دما قرار داده شد. کنترل‌کننده‌های جریان مویرگی با استفاده از اتصالات Swagelok و لوله‌های سیلیس ذوب شده غیرفعال، برای جمع‌آوری نمونه‌های هوا با سرعت ۱۵ میلی‌لیتر در دقیقه به مدت ۱۵ دقیقه در یک کانیستر ۴۵۰ میلی‌لیتری ساخته شدند، تا حداکثر فشار پر کردن نمونه توصیه شده، ۵۰/۶ کیلو پاسکال را آزمایش نمایند. کانیسترها با نیتروژن خلوص فوق‌العاده بالا تحت فشار قرار گرفتند و با استفاده از یک سیستم نمونه‌بردار خودکار/پیش تغلیظ‌کننده، متصل به کروماتوگرافی گازی/طیف سنج جرمی آنالیز شدند. نتایج برای رقت فشار تصحیح شد و با غلظت نظری محاسبه شده از رقت جریان استاندارد گاز مورد استفاده در سیستم تولید

مقایسه گردید. صحت برای هر آنالیت در شرایط ترکیبی محاسبه شد. برآوردهای واریانس برای هر عامل مؤثر بر صحت، برای تقسیم تأثیر نسبی هر شرط آزمون بر عملکرد کلی روش استفاده شد. حد اطمینان بالای دقت (A95) برای همه آنالیت‌ها زیر ۰/۲۵ بود: ۰/۸۵ برای دی استیل، ۰/۱۴۲ برای ۲،۳-pentanedione-، و ۰/۱۹۴ برای ۲،۳-hexanedione- در نظر گرفته شد. صحت کلی برای ۲،۳-هگزان دیون در ۰/۰۶۱ با ۲۷/۴٪ از کل واریانس به دلیل تنوع بین روز بیشترین بود. شرایط اوج مواجهه (یعنی اثر یک پالس تورش با توجه به افت سرعت جریان در طول دوره نمونه‌برداری) کمتر از ۰/۰۶٪ از تغییرپذیری را بدون در نظر گرفتن آنالیت به خود اختصاص داده است، به این معنی که افت شناخته شده در سرعت جریان از کنترل‌کننده جریان مویرگی بیش از حد نبوده است. برای ارزیابی تأثیر رطوبت بر عملکرد روش، سایر VOCs (اتانول، استون، ایزوپروپیل الکل، دی کلرومتان، تری کلرومتان، متیل متاکریلات، هگزان، بنزن، تولوئن، زایلن ها، α -پینن، دی لیمونن) در طول آزمایش با رطوبت کم و بالا در نظر گرفته شدند. برای آزمایش رطوبت بالا (تعداد = ۱۰)، A95 برای VOC های اضافی زیر ۰/۲۵ به جز اتانول و متیل متاکریلات بود. برای آزمایش رطوبت کم (به تعداد ۵)، A₉₅، به جز برای اتانول و ایزوپروپیل الکل کمتر از ۰/۲۵ بود. روش کانستر یک روش نمونه برداری و آنالیز قابل اعتماد و قوی بوده که ممکن است برای انواع آنالیت‌ها (مانند C1 تا C10) تحت شرایط محیطی متفاوت استفاده شود.

- کنترل‌کننده‌های جریان برای نمونه‌برداری فردی

کنترل‌کننده‌های جریان دیافراگمی، به دلیل بدنه فولادی ضد زنگ که دیافراگم را نگه می‌دارد، سنگین هستند و آنها را برای نمونه‌برداری شخصی ناخوشایند می‌کند. کنترل‌کننده‌های جریان مویرگی، وزن سبکی دارند و محدوده دینامیکی وسیعی از نرخ‌های جریان را فراهم می‌کنند تا امکان جمع‌آوری نمونه با شیفیت کامل (۸-۱۲ ساعت) را در یک کانیستر ۴۵۰/۴۰۰ میلی‌لیتری فراهم نمایند [۸]. کنترل‌کننده‌های جریان مویرگی، جریان توسط طول و قطر داخلی مویرگ و فشار در داخل کانیستر را کنترل می‌کنند [۱۴]. همانطور که کانیستر با نمونه پر می‌شود، اختلاف فشار بین جو و داخل کانیستر کاهش می‌یابد. این کاهش باعث کاهش جزئی و غیرخطی دبی در طول زمان می‌شود. اثر تغییر را می‌توان با نگه داشتن حجم نمونه نهایی در کانیستر در حدود ۳۰٪ (نه بیشتر از ۵۰٪) کاهش داد. اثر کاهش شناخته شده در جریان نرخ تورش ارزیابی شده است، نتایج نشان داده‌است که این کاهش بر اندازه‌گیری‌های یکپارچه زمانی غلظت آنالیت تأثیر نمی‌گذارد، حتی زمانی که اوج غلظت در آغاز یا پایان دوره نمونه‌برداری باشد [۱۴، ۱۰].

راهنمای اضافی دستورالعمل‌های EPA را برای تمیز کردن کانیسترها، نمونه‌برداری و آزمایش نشت و فشار کانیستر [۵، ۱۵] مطالعه نمایید. کانیسترهای سیلیکا ذوب شده را با هوای مرطوب و حرارت بالای ۸۰ درجه سانتی‌گراد تمیز نکنید. از نیتروژن مرطوب شده و دما برای تمیز کردن کانیسترهای سیلیکا ذوب شده استفاده کنید. همچنین به عنوان راهنمایی برای نمونه‌برداری و آنالیز کانیستر استفاده نمایید [۶].

منابع:

- [1] ACGIH [2018]. TLVs® and BEIs® based on the documentation of the Threshold Limit Values for chemical substances and physical agents and Biological Exposure Indices. Cincinnati, Ohio: American Conference of Governmental Industrial Hygienists.
- [2] Permanent Senate Commission for the Investigation of Health Hazards of Chemical Compounds in the Work Area [2016]. List of MAK and BAT values 2016; Maximum Concentrations and Biological Tolerance Values at the Workplace. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., <https://dx.doi.org/10.1002/9783527805983>.
- [3] Institute for Occupational Safety and Health of the German Social Accident Insurance (IFA) [2017]. GESTIS international limit values, <http://limitvalue.ifa.dguv.de/>.
- [4] LeBouf RF, Stefaniak AB, Virji MA [2012]. Validation of evacuated canisters for sampling volatile organic compounds in healthcare settings. J Environ Monit 14(3):977-983.
- [5] EPA [1999]. Compendium Method TO-15: Determination of volatile organic compounds (VOCs) in air collected in specially-prepared canisters and analyzed by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS). Cincinnati, OH, U.S. Environmental Protection Agency, EPA/625/R-96/010b.

- [6] ASTM [2015]. Standard test method for determination of volatile organic compounds in atmospheres (canister sampling methodology). West Conshohocken, PA: ASTM International, ASTM D5466 – 15.
- [7] ISO [2016]. General requirements for the competence of reference material producers. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization, ISO 17034.
- [8] Rossner A, Farant JP [2002]. Development of a flow controller for long-term sampling of gases and vapors using evacuated canisters. *Environ Sci Technol* 36:4912-4920.
- [9] NIOSH [1995]. Guidelines for air sampling and analytical method development and evaluation. By Kennedy ER, Fischbach TJ, Song R, Eller PM, Shulman SA. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 95-117.
- [10] NIOSH [2018]. NIOSH 3900 Backup Data Report. By LeBouf RF, Feng A, Shulman SA. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, <https://www.cdc.gov/niosh/nmam/datadoc.html>.
- [11] Atkinson R, Arey J [2003]. Gas-phase tropospheric chemistry of biogenic volatile organic compounds: a review. *Atmos Environ* 37:S197-S219.
- [12] Forester C, Wells J [2009]. Yields of carbonyl products from gas-phase reactions of fragrance compounds with OH radical and ozone. *Environ Sci Technol* 43:3561-3568.
- [13] ASTM [2013]. Standard practice for the evaluating the performance of diffusive samplers. West Conshohocken, PA: ASTM International, ASTM D6246 – 08.
- [14] Rossner A, Wick DP [2005]. A field study to assess the long-term sampling feasibility of evacuated canisters and the development of a mathematical model to analyze potential sampling bias. *J Occ Environ Hyg* 2:474-480.
- [15] EPA [1999]. Compendium Method TO-14A: Determination of volatile organic compounds (VOCs) in ambient air using specially prepared canisters with subsequent analysis by gas chromatography. Cincinnati, OH, US Environmental Protection Agency, EPA/625/R-96/010b.
- [16] Code of Federal Regulations [2017]. Title 29 (Labor), Part 1910 (Occupational Safety and Health Standards); 29 CFR 1910.1000 Table Z-1; US Government Printing Office, Washington DC.
- [17] NIOSH [2010]. Pocket guide to chemical hazards. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 2010-168c.

نویسنده روش:

Ryan F LeBouf, PhD, CIH. CDC/NIOSH, Respiratory Health Division

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استاد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

جدول ۱. مترادف‌ها، فرمول‌ها، وزن‌های مولکولی و ویژگی‌های فیزیکی

نام آیوپاک / مترادف	CAS # / RTECS	فرمول تجربی	وزن مولکولی	نقطه جوش (°C)	فشار بخار در دمای ۲۰ °C بر حسب (mm Hg)	فشار بخار در دمای ۲۰ °C بر حسب (kPa)
اتانول / اتیل الکل	۶۴-۱۷-۵ / KQ ۶۳۰۰۰۰	C ₂ H ₆ O	۴۶,۰۷	۷۸,۳	۴۴	۵,۸۷
۲-پروپانول / ایزوپروپیل الکل	۶۷-۶۳-۰ / NT ۸۰۵۰۰۰	C ₃ H ₈ O	۶۰,۱	۸۲,۳	۳۳	۴,۴
استون / ۲-پروپانون	۶۷-۶۴-۵ / AL ۳۱۵۰۰۰	C ₃ H ₆ O	۵۸,۰۸	۵۶,۱	۱۸۰	۲۴
۲,۳-بوتاندیون / دی استیل	۴۳۱-۰۳-۸ / EK ۲۶۲۵۰۰۰	C ₄ H ₆ O ₂	۸۶,۰۹	۸۸	۵۲,۲	۶,۹۶
۲,۳-پنتاندیون / استیل پروپیونیل	۶۰۰-۱۴-۶ / SA ۱۸۵۰۰۰۰	C ₅ H ₈ O ₂	۱۰۰,۱۲	۱۱۰-۱۱۲	۲۱,۴	۲,۸۵
۲,۳-هگزان دیون / استیل بوتیریل	۳۸۴۸-۲۴-۶	C ₆ H ₁₀ O ₂	۱۱۴,۱۴	۱۲۸	۱۰	۱,۳۳
دی کلرومتان / متیلن کلراید	۷۵-۰۹-۲ / PA ۸۰۵۰۰۰۰	CH ₂ Cl ₂	۸۴,۹۳	۴۰	۳۵۰	۴۶,۷
تری کلرومتان / کلروفرم	۶۷-۶۶-۳	CHCl ₃	۱۱۹,۳۸	۶۱,۳	۱۶۰	۲۱,۳
هگزان / n-هگزان	۱۱۰-۵۴-۳ / MN ۹۲۷۵۰۰۰	C ₆ H ₁₄	۸۶,۱۸	۶۸,۷	۱۲۴	۱۶,۵
بنزن / بنزول	۷۱-۴۳-۲ / CY ۱۴۰۰۰۰۰	C ₆ H ₆	۷۸,۱۱	۸۰,۱	۷۵	۱۰
تولوفن / متیل بنزن	۱۰۸-۸۸-۳ / XS ۵۲۵۰۰۰۰	C ₇ H ₈	۹۲,۱۴	۱۱,۶	۲۲	۲,۹۳
اتیل بنزن / فنیل اتان	۱۰۰-۴۱-۴ / DA ۰۷۰۰۰۰۰	C ₈ H ₁₀	۱۰۶,۱۷	۱۳۶,۲	۷	۰,۹۳
o-زایلین / ۱,۲-دی میتیل بنزن	۹۵-۴۷-۵ / KQ ۲۴۵۰۰۰۰	C ₈ H ₁₀	۱۰۶,۱۷	۱۴۴,۲	۷	۰,۹۳
m-زایلین / ۱,۳-دی میتیل بنزن	۱۰۸-۳۸-۳ / ZE ۲۲۷۵۰۰۰	C ₈ H ₁₀	۱۰۶,۱۷	۱۳۹,۱	۹	۱,۲
p-زایلین / ۱,۴-دی میتیل بنزن	۱۰۶-۴۲-۳ / ZE ۲۶۲۵۰۰۰	C ₈ H ₁₀	۱۰۶,۱۷	۱۳۸,۲	۹	۱,۲
متیل-۲-متیل-۲-پروپنات / متیل متاکریلات	80-62-6 / OZ5075000 ۸۰-۶۲-۶ / OZ ۵۰۷۵۰۰۰	C ₅ H ₈ O ₂	۱۰۰,۱۲	۱۰۰,۵	۲۹	۳,۸۷
۶,۶,۴-تری میتیل بی سیکلو[۳,۱,۱]هپت-۳-ان-α / پینن / ۲-پینن	۸۰-۵۶-۸ / DT ۷۰۰۰۰۰۰	C ₁₀ H ₁₆	۱۳۶,۲۳	۱۵۶,۲	۴,۷۵ (۲۵ °C)	۰,۶۳
(۴R)-۱-متیل-۴-پروپ-۱-ان-۲-ایل سیکلوهگز-۱-ایمون / پی-منا-۱,۸-دی ان, ("R")	۵۹۸۹-۲۷-۵ / OS ۸۱۰۰۰۰۰	C ₁₀ H ₁₆	۱۳۶,۲۳	۱۷۸	۱,۴۳	۰,۱۹

جدول ۲. مشخصات جرمی (M/Z) مورد استفاده برای کمی سازی

یون ثانویه	یون اولیه	ماده
۴۶,۴۳	۴۵	اتانول
۴۳	۴۵	۲-پروپانول
۵۸	۴۳	استون
۴۳	۸۶	۲,۳-بوتاندیون
۵۷,۴۳	۱۰۰	۲,۳-پنتاندیون
۴۳,۱۱۴	۷۱	۲,۳-هگزان دیون
۴۹,۸۶	۸۴	دی کلرومتان
۸۵,۴۷	۸۳	تری کلرومتان
۴۱,۴۳	۵۷	هگزان
۷۷,۵۲	۷۸	بنزن
۹۲	۹۱	تولوئن
۱۰۶	۹۱	اتیل بنزن
۱۰۶,۱۰۵	۹۱	۰-زایلین
۱۰۶,۱۰۵	۹۱	m,p-زایلین
۴۱	۱۰۰	متیل متاکریلات
۹۱,۹۲	۹۳	α-پینن
۹۳,۶۷	۶۸	دی-لیمونن
۴۹,۹۳	۱۳۰	بروموکلرومتان ^A
۹۳,۸۸	۱۱۴	۱,۴-دی فلورو بنزن ^A
۸۲,۱۱۹	۱۱۷	کلرو بنزن دی ^A

^A استانداردهای داخلی

جدول ۳. حدود مواجهه بر حسب (PPM) [۱۶،۱۷]

ماده	OSHA TWA	OSHA Peak	NIOSH TWA	NIOSH STEL	mg/m ³ per ppm
اتانول	۱۰۰۰	-	۱۰۰۰	-	۱,۸۹
۲-پروپانول	۴۰۰	-	۴۰۰	۵۰۰	۲,۴۶
استون	۱۰۰۰	-	۲۵۰	-	۲,۳۸
۲,۳-بوتانادیون	-	-	۰,۰۰۵	۰,۰۲۵	۳,۵۲
پنتانادیون	-	-	۰,۰۰۹۳	۰,۰۳۱	۴,۰۹
۲,۳-هگزان دیون	-	-	-	-	۴,۶۷
دی کلرومتان	۲۵	۱۲۵	N/AA	(ca ^B)	۳,۴۷
تری کلرومتان	-	۵۰	-	۲(۶۰ min)	۴,۸۸
هگزان	۵۰۰	-	۵۰	-	۳,۵۳
بنزن	۱	۵	۰,۱ (ca)	۱ (ca)	۳,۱۹
تولوئن	۲۰۰	۵۰۰	۱۰۰	۱۵۰	۳,۷۷
اتیل بنزن	۱۰۰	-	۱۰۰	۱۲۵	۴,۳۴
o-زایلین	۱۰۰	-	۱۰۰	۱۵۰	۴,۳۴
m-زایلین	۱۰۰	-	۱۰۰	۱۵۰	۴,۳۴
p-زایلین	۱۰۰	-	۱۰۰	۱۵۰	۴,۳۴
متیل متاکریلات	۱۰۰	-	۱۰۰	-	۴,۰۹
α-پینن	-	-	-	-	۵,۵۷
دی-لیمونن	-	-	-	-	۵,۵۷

^AN/A = غیر کاربردی

^Bca = سرطانزا

جدول ۴. حدود، تورش کل، دقت و صحت برای مقادیر در سطح (PPb) [۱۰، ۴]

ماده	محدوده غلظت نمونه های تولید شده	بایاس کلی (%)	دقت کلی (S _{IT})	صحت کلی (%)	ثبات ۵۸ روزه (%)
اتانول	۱,۳-۹,۹	-۹,۳	۰,۰۵۸	± ۲۲,۲	(۳۰روز) ۰,۵ -
۲-پروپانول	۱,۳-۱۰,۰	-۱۲,۳	۰,۰۹۸	± ۲۸,۹	(۳۰روز) ۷,۸
استون	۱,۳-۱۰,۰	-۳,۲	۰,۰۶۴	± ۱۸,۶	(۳۰روز) ۳,۱
۲,۳-بوتاندیون	۲۱,۵-۳۸۱	۲,۲	۰,۰۳۲	± ۸,۵	۴,۱
۲,۳-پنتاندیون	۲۰,۸-۳۷۷	۴,۸	۰,۰۴۸	± ۱۴,۲	۲,۷
۲,۳-هگزان دیون	۲۰,۴-۳۶۸	-۶,۰	۰,۰۶۱	± ۱۹,۴	-۲,۹
دی کلرومتان	۱,۳-۹,۸	۲,۹	۰,۰۱۷	± ۷,۱	۰,۲۲
تری کلرومتان	۱,۳-۹,۸	-۰,۳	۰,۰۲۰*	± ۱۶,۵*	۳,۱
هگزان	۱,۳-۹,۹	-۰,۱	۰,۰۲۰	± ۵,۵	۳,۶
بنزن	۱,۳-۹,۸	-۳,۰	۰,۰۲۲	± ۸,۳	۳,۶
تولوئن	۱,۳-۹,۹	-۴,۰	۰,۰۲۰	± ۸,۶	۱,۶
اتیل بنزن	۱,۳-۹,۹	-۴,۴	۰,۰۲۰	± ۹,۱	-۰,۶
O-زایلین	۱,۳-۹,۸	-۶,۰	۰,۰۲۷	± ۱۲,۳	-۳,۵
m,p-زایلین	۱,۳-۹,۸	-۶,۷	۰,۰۲۵	± ۱۲,۶	-۸,۱
متیل متاکریلات	۱,۳-۹,۹	-۱۰,۲	۰,۰۶۶	± ۲۴,۹	۱,۵
α-پنین	۱,۳-۹,۸	-۴,۷	۰,۰۲۸	± ۱۱,۴	-۳,۳
دی- لیمون	۱,۳-۹,۸	-۴,۶	۰,۰۶۹	± ۲۱,۱	-۱,۹

*بدترین برآورد دقیق از زمان شکست آزمون بارتلت در مورد همگنی واریانس بین غلظت‌ها

S_{IT} = دقت تلفیقی به عنوان انحراف استاندارد نسبی در سطوح چندگانه غلظت

صحت کلی = حد بالای اطمینان در صحت، A_{95}

پایداری (%) = $100 \times (1 - \text{غلظت در روز } 0) / (\text{غلظت در روز ذخیره سازی})$

جدول ۴. حدود، تورش کل، دقت و صحت برای مقادیر در سطح (PPM) [۴]

ماده	محدوده غلظت نمونه های تولید شده	بایاس کلی (%)	دقت کلی (S_{RT})	صحت کلی (%)	ثبات ۵۸ روزه (%)
اتانول	۰,۸۱-۱,۸	۹,۴	۰,۰۲۸	۱۷,۰	-۹,۲
۲-پروپانول	۰,۸۲-۱,۸	۸,۹	۰,۰۲۷	۱۶,۱	-۲,۹
استون	۰,۸۲-۱,۸	۸,۷	۰,۰۱۹	۱۳,۸	-۱,۶
دی کلرومتان	۰,۷۹-۱,۸	۳,۰	۰,۰۴۱*	۱۷,۸*	-۴,۷
تری کلرومتان	۰,۸۰-۱,۸	۵,۷	۰,۰۱۲	۸,۹	-۱,۹
هگزان	۰,۸۱-۱,۸	۶,۱	۰,۰۱۲	۹,۴	۰,۱
بنزن	۰,۸۰-۱,۸	۶,۳	۰,۰۱۱	۹,۳	۷,۳
تولون	۰,۸۱-۱,۸	۵,۵	۰,۰۱۵	۹,۳	۶,۴
اتیل بنزن	۰,۸۱-۱,۸	۴,۷	۰,۰۱۷	۹,۲	۰,۸
o-زایلین	۰,۸۰-۱,۸	۵,۴	۰,۰۱۹	۱۰,۳	-۰,۳
m,p-زایلین	۰,۸۰-۱,۸	۳,۹	۰,۰۱۹	۸,۸	-۲,۱
متیل متاکریلات	۰,۸۱-۱,۸	۵,۷	۰,۰۱۶*	۱۵,۶*	۱,۴
α -پینن	۰,۸۱-۱,۸	۶,۷	۰,۰۲۲	۱۲,۵	۰,۱ (۲۱روز)
دی-لیمونن	۰,۸۰-۱,۸	۱۳,۱	۰,۰۳۹	۲۴,۰	۷,۸ (۲۱روز)

*بدترین برآورد دقت از زمان شکست آزمون بارتلت در مورد همگنی واریانس بین غلظت‌ها

S_{RT} = دقت تلفیقی به عنوان انحراف استاندارد نسبی در سطوح چندگانه غلظت

صحت کلی: حد بالای اطمینان در صحت، A_{95}

پایداری (%) = $100 \times (1 - \text{غلظت در روز } 0) / (\text{غلظت در روز ذخیره سازی})$

جدول ۵A. محدودیت‌های تشخیص (LOD)، محدوده اندازه‌گیری، و صحت برای سطوح PPB، [۴,۱۰]

ضریب همبستگی خطی R2	دقت (RMSE ^A)	Range (ppb)	LOD (ppb)	ماده
۰,۹۹۹	۰,۲۷۲	۲۱,۴-۰,۲۵	۰,۴	اتانول
۰,۹۹۸	۰,۰۷۷	۲۲,۰-۰,۲۷	۰,۵	۲-پروپانول
۰,۹۹۹	۰,۰۸۰	۲۰,۶-۰,۲۷	۰,۴	استون
۰,۹۹۹	۰,۰۳۳	۲۱,۰-۰,۲۶	۰,۳	۲,۳-بوتانادیون*
۰,۹۹۹	۰,۱۴۸	۱۸,۴-۰,۲۶	۰,۲	۲,۳-پنتانادیون*
۰,۹۹۹	۰,۲۳۸	۱۸,۰-۰,۲۴	۰,۴	۲,۳-هگزان دیون*
۰,۹۹۹	۰,۰۴۹	۲۰,۸-۰,۲۶	۰,۲	دی کلرومتان
۰,۹۹۹	۰,۰۴۴	۲۱,۶-۰,۲۷	۰,۱	تری کلرومتان
۰,۹۹۹	۰,۰۳۰	۲۱,۸-۰,۲۷	۰,۲	هگزان
۰,۹۹۹	۰,۰۳۲	۲۱,۶-۰,۲۷	۰,۲	بنزن
۰,۹۹۹	۰,۰۲۳	۲۱,۴-۰,۲۷	۰,۳	تولون
۰,۹۹۹	۰,۰۱۹	۲۱,۰-۰,۲۶	۰,۳	اتیل بنزن
۰,۹۹۹	۰,۰۱۹	۲۱,۰-۰,۲۶	۰,۳	o-زایلین
۰,۹۹۹	۰,۰۱۵	۲۲,۰-۰,۲۷	۰,۴	m,p-زایلین
۰,۹۹۹	۰,۰۳۵	۲۰,۴-۰,۲۵	۰,۵	متیل متاکریلات
۰,۹۹۹	۰,۰۱۹	۲۱,۰-۰,۲۶	۰,۵	α-پینن
۰,۹۹۹	۰,۱۳۶	۲۰,۸-۰,۲۶	۰,۸	دی-لیمونن

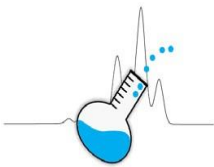
*حالت پایش یون انتخاب شده، برای بهبود محدودیت‌های تشخیص استفاده می‌شود.

A: ریشه میانگین مربعات خطا

جدول ۵B. محدودیت‌های تشخیص (LOD)، محدوده اندازه‌گیری، و صحت برای سطوح PPM، [۴]

ماده	LOD (ppb)	Range (ppm)	دقت (SEE ^A)	ضریب همبستگی خطی R ²
اتانول	۰٫۲	۱٫۹-۰٫۰۷	۰٫۰۵۸	۰٫۹۹۸
۲-پروپانول	۰٫۲	۲٫۰-۰٫۰۷	۰٫۰۶۶	۰٫۹۹۸
استون	۰٫۳	۱٫۹-۰٫۰۸	۰٫۰۷۱	۰٫۹۹۸
دی کلرومتان	۰٫۴	۱٫۹-۰٫۱۵	۰٫۰۹۹	۰٫۹۹۹
تری کلرومتان	۰٫۳	۰٫۱۹-۰٫۱۱	۰٫۰۹۳	۰٫۹۹۹
هگزان	۰٫۲	۲٫۰-۰٫۱۱	۰٫۰۷۲	۰٫۹۹۹
بنزن	۰٫۲	۰٫۱۹-۰٫۱۱	۰٫۰۶۴	۰٫۹۹۹
تولوئن	۰٫۳	۰٫۱۹-۰٫۱۱	۰٫۱۰۱	۰٫۹۹۸
اتیل بنزن	۰٫۳	۰٫۱۹-۰٫۱۱	۰٫۱۰۸	۰٫۹۹۸
o-زایلین	۰٫۱	۱٫۳-۰٫۱۱	۰٫۰۳۱	۰٫۹۹۸
m,p-زایلین	۰٫۳	۰٫۱۹-۰٫۱۱	۰٫۱۱۰	۰٫۹۹۸
متیل متاکریلات	۰٫۲	۰٫۱۹-۰٫۱۱	۰٫۰۸۹	۰٫۹۹۸
α-پینن	۰٫۳	۰٫۱۹-۰٫۱۱	۰٫۱۱۶	۰٫۹۹۹
دی-لیمونن	۰٫۴	۰٫۱۹-۰٫۱۱	۰٫۱۵۶	۰٫۹۹۹

A: خطای استاندارد برآورد از منحنی رگرسیون

	هیدروکینون HYDROQUINONE	شماره روش: ۵۰۰۴ تاریخ انتشار: ۲۶ فوریه ۲۰۱۶
CAS: ۱۲۳-۳۱-۹	RTECS: MX۳۵۰۰۰۰۰	فرمول شیمیایی: HOC6H4OH وزن مولکولی: ۱۱۰/۱۱
اسامی مترادف: ۱،۴-بنزندیول؛ هیدروکینول؛ کینول؛ ۱،۴-دی هیدروکسی بنزن ویژگی ها: جامد، دمای ذوب ۱۷۰°C، دمای جوش ۲۸۵°C در فشار ۷۳۰ mmHg، فشار بخار 0.11 mg/m³؛ 1.8 × 10⁻⁵ mm Hg در دمای ۲۵°C نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: ۲ mg/m³ NIOSH: ۲ min/۱۵mg/m³		
سنجش روش سنجش: HPLC مجهز به آشکار ساز ماوراء بنفش ترکیبات آنالیت: هیدروکینون استخراج: ۱۰ میلی لیتر اسید استیک ۱٪ حجم تزریق: ۱۰۰ میکرولیتر فاز متحرک: اسید استیک ۱٪ در آب: یک میلی لیتر در دقیقه ستون: ستون 25 cm × 4.6-mm ID C18/USP L1، دمای محیط، ۴۰۰ تا ۶۰۰ psi (2800-4100 kPa) آشکار ساز: آشکار ساز ماوراء بنفش در طول موج ۲۹۰ نانومتر کالیبراسیون: محلول هیدروکینون در اسید استیک آبی ۱٪ گستره کالیبراسیون: ۰/۸-۰/۰۶ میلی گرم به ازای هر نمونه حد تشخیص: ۰/۰۶-۰/۰۸ mg در هر نمونه [۲] دقت نمونه بردار: ۰/۰۳ [۱]	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر غشایی استر سلولزی ۰/۸ میکرومتر دبی: ۱-۴ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۳۰ لیتر در غلظت ۲ میلی گرم بر متر مکعب حداکثر حجم نمونه: ۱۸۰ لیتر روش انتقال نمونه: فیلتر را بلافاصله به شیشه حاوی ۱۰ میلی - لیتر اسید استیک ۱٪ منتقل کنید. پایداری نمونه: حداقل ۷ روز در دمای ۲۵°C نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر بار نمونه برداری	
احتیاط های ویژه به مورد خاصی اشاره نشده است.	صحت گستره مطالعه: ۴ mg/m³ - ۰/۸ [۱] (نمونه ۹۰ لیتری) بایاس: ۴،۴٪ دقت کلی: ۰/۰۶۱ صحت: ±۱۵٪	

کاربرد

گستره کاری ۰/۷ تا ۸ میلی گرم بر متر مکعب برای نمونه هوای ۹۰ لیتری، یا ۲ تا ۲۵ میلی گرم بر متر مکعب برای نمونه هوای ۳۰ لیتری است. این روش زمانی قابل استفاده است که غلظت قابل توجهی از بخار هیدروکینون وجود نداشته باشد.

مداخله گر ها

شناخته شده نیست. هیدروکینون روی محیط جمع آوری ناپایدار بوده و باید بلافاصله پس از جمع آوری در اسید استیک ۱٪ تثبیت شود.

روش های دیگر

این روش، همان روش S57 [۲] اصلاح شده است. این روش همچنین در استاندارد توصیه شده NIOSH وجود دارد [۴].

مواد شیمیایی مصرفی	تجهیزات
۱. هیدروکینون، درجه معرف ۲. آب مقطر ۳. اسید استیک (جامد) ۴. اسید استیک ۱٪، ۱۰ میلی لیتر اسید استیک را با آب مقطر ۱ لیتری رقیق کنید. توجه: این محلول در محل نمونه برداری برای نمونه ها مورد نیاز است. ۵. محلول استوک برای کالیبراسیون، با غلظت ۳/۶ میلی گرم در میلی لیتر. ۰/۹ گرم هیدروکینون را در ۲۵ میلی لیتر اسید استیک ۱٪ حل کنید. محلول را به صورت روزانه و در دو مرتبه به شکل تازه تهیه کنید.	۱. نمونه بردار: کاست ۳۷ میلی متری حاوی فیلتر غشایی استر سلولزی ۰/۸ میکرومتر و پد پشتیبان سلولزی ۲. پمپ نمونه برداری فردی، ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه، با شیلنگ های اتصال انعطاف پذیر ۳. کروماتوگراف مایع با فشار بالا، متصل به آشکار ساز UV در طول موج ۲۹۰ نانومتر به همراه ستون کروماتوگرافی مربوطه ۴. ظرف شیشه ای ساده با حجم ۶۰ میلی لیتر، دارای واشر PTFE و درپوش پیچی ۵. سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری، یا سیستم نمونه برداری خودکار برای تزریق نمونه ۶. سرنگ های میکرولیتری برای آماده سازی نمونه ای استاندارد ۷. بالن های حجمی ۱۰ و ۲۵ میلی لیتری و ۱ لیتری.

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری: به مورد خاصی اشاره نشده است.

نمونه برداری

۱. پمپ های نمونه برداری فردی را با ست نمونه برداری تعیین شده، کالیبره کنید.
۲. نمونه برداری با سرعت جریان بین ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه، برای حجم نمونه ای ۳۰ تا ۱۸۰ لیتری انجام می شود.
- توجه:** در این روش هیدروکینون تنها بصورت آئروسل جمع آوری می شود. فشار بخار معادل (که ممکن است عامل مهمی در دماهای بالا باشد) برابر ۰/۱۱ میلی گرم بر متر مکعب، در دمای ۲۵°C است.
۳. بلافاصله پس از نمونه برداری، فیلتر (شامل پد پشتیبان نباشد) را با پنس به ظرف شیشه ای ۶۰ میلی لیتری منتقل نمایید. ۱۰ میلی لیتر استیک ۱٪ به آن اضافه کنید.
۴. فیلترها را در ظرف شیشه ای ارسال کنید.

آماده سازی نمونه

۵. محلول نمونه را از ظرف شیشه ای، به یک بالن حجمی ۲۵ میلی لیتری منتقل کنید.
۶. ظرف شیشه ای را دو بار با ۵ میلی لیتر اسید استیک ۱٪ شست و شو داده و به بالن حجمی اضافه کنید. با اسید استیک ۱٪ محلول را به حجم برسانید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۷. کالیبراسیون بصورت روزانه با حداقل شش نمونه استاندارد در محدوده ۰/۸-۰/۱ میلی گرم هیدروکینون در هر نمونه انجام شود.
- آ. مقادیر شناخته شده از محلول استوک برای کالیبراسیون را به اسیداستیک ۱٪ در بالن‌های حجمی ۲۵ میلی لیتری اضافه کنید و با به حجم رساندن رقیق نمایید.
- ب. به همراه نمونه‌های اصلی، نمونه‌های شاهد را آنالیز کنید (مرحله ۹ و ۱۰).
- ج. نمودار کالیبراسیون (مساحت پیک در مقایسه با میلی گرم هیدروکینون) را تهیه کنید.
- د. نمودار باز یافت (باز یافت در مقایسه با میلی گرم هیدروکینون) را تهیه کنید.
۸. باز یافت را حداقل با سه نمونه شاهد اسپایک (spike media blanks) در هر مجموعه بررسی کنید.
- آ. مقدار کمی از محلول ذخیره کالیبراسیون را با یک سرنگ میکرولیتری، مستقیماً به فیلتر اضافه نمایید. فیلتر را به ظرف شیشه‌ای ۶۰ میلی لیتری منتقل کنید، ۱۰ میلی لیتر اسید استیک ۱٪ به آن اضافه نموده و بگذارید یک شب بماند.
- ب. تهیه و آنالیز نمونه همراه با استانداردهای کاری (مرحله ۵، ۶، ۹ و ۱۰).
- ج. محاسبه باز یافت [(میلی گرم اضافه شده/میلی گرم شاهد) - میلی گرم باز یافت].

سنجش

۹. HPLC را روی شرایط ارائه شده تنظیم نمایید. نمونه ۱۰۰ میلی لیتری را تزریق کنید.
۱۰. مساحت پیک را اندازه‌گیری نمایید (زمان ماند در این شرایط حدود ۵/۲ دقیقه است).

محاسبات

۱۱. جرم هیدروکینون را برحسب میلی گرم در نمونه اصلی (W) و میانگین جرم آن را در شاهد واسطه نمونه برداری (B) محاسبه کنید.
۱۲. غلظت هیدروکینون (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V)، بر حسب لیتر محاسبه کنید.

$$C (mg/m^3) = \frac{(W - B) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش S57 در ۲۶ نوامبر ۱۹۷۶ ارائه شد و در گستره ۰/۸ تا ۴ میلی گرم بر متر مکعب، در دمای °C ۲۰ و فشار ۷۶۲ میلی متر جیوه، با استفاده از نمونه‌های هوای ۹۰ لیتری اعتبارسنجی شده است [۵، ۱]. دقت کلی (S_{RT})، ۰/۶۱ با میانگین باز یافت ۱۰۵٪ بود، که نشان دهنده یک تورش ناچیز است. اتمسفر با اتمیزه کردن محلول آبی هیدروکینون و انتقال آن به هوای خشک تولید گردید. غلظت آئروسول به طور مستقل توسط اسپکتروفتومتری UV مستقیم بر روی نمونه‌های فیلتر تأیید گردید. میانگین راندمان جمع‌آوری در غلظت 4 mg/m^3 ، ۱۰۰٪ بود. هیچ افتی در فیلتر نمونه‌های اسپایک (که ۷۲۰ میکروگرم هیدروکینون به آنها اضافه شده بود و سپس برای نمونه برداری از هوای تمیز با حجم ۱۸۰ لیتری استفاده شده بود)، مشاهده نگردید. این نشان می‌دهد فشار بخار هیدروکینون در این شرایط قابل توجه نبود. با این حال، در دمای بالا، سهم بخار ممکن است قابل توجه باشد. مطالعات ذخیره‌سازی با نگهداری فیلترهای مواجهه یافته با ۱٪ اسید استیک در دمای محیط، به مدت هفت روز انجام گرفت. هیچ تغییری در غلظت هیدروکینون مشاهده نشد.

منابع:

- [1] NIOSH [1976]. Backup data report No. S57. In: Ten NIOSH analytical methods, set 2. Unpublished. Available as Order No. PB 271-464, from NTIS, Springfield, VA.
- [2] NIOSH [1977]. Hydroquinone: Method S57. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. (vol 2) Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-157-B.
- [3] A.D. Little, Inc. [1983]. User check. NIOSH Sequence #4121Q. Unpublished.
- [4] NIOSH [1978]. Criteria for a recommended standard-occupational exposure to hydroquinone. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 78-155.

5. [5] NIOSH [1980]. NIOSH research report-development and validation of methods for sampling and analysis of workplace toxic substances. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 80-133

نویسنده روش:

6. Jerome Smith, Ph.D., NIOSH; S57 originally validated under NIOSH Contract 210-76-0123

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	شماره روش: ۵۰۰۵ تاریخ انتشار: ۱۵ مارس ۲۰۱۶	تیرام THIRAM	
CAS: ۱۳۷-۲۶-۸		RTECS: JO۱۴۰۰۰۰	فرمول شیمیایی: ((CH ₃) ₂ NC(=S)S) ₂ وزن مولکولی: ۲۴۰/۴۳
اسامی مترادف: بیس (دی متیل تیوکاربامویل) دی سولفید؛ تترامتیل تیورام دی سولفید؛ تترامتیل تیوپروکسی دی آمید ویژگی ها: پودر کریستالی سفید؛ با چگالی ۱/۲۹ گرم در میلی لیتر؛ نقطه ذوب ۱۵۵°C، فشار بخار ناچیز نوع ارزیابی: کامل			
حدود مجاز			
OSHA: ۵ mg/m ³ NIOSH: ۵ mg/m ³ ، گروه یک آفت کشها			
سنجش		نمونه برداری	
سنجش: HPLC مجهز به آشکارساز ماوراء بنفش ترکیبات آنالیت: تیرام استخراج: ۱۰ میلی لیتر اسید استیک ۱٪ حجم تزریق: ۱۰۰ میکرولیتر فاز متحرک: ۶۰٪ استونیتریل/۴۰٪ آب، ۱ میلی لیتر در دقیقه ستون: ستون C18 (30 cm × 3.9-mm-ID stainless steel)، دمای محیط آشکارساز: آشکار ساز ماوراء بنفش در طول موج ۲۵۴ نانومتر، سلول ۱ سانتی متری کالیبراسیون: محلول استاندارد تیرام در استونیتریل گستره کالیبراسیون: ۰/۱ - ۳ میلی گرم به ازای هر نمونه حد تشخیص: ۰/۰۰۵ mg در هر نمونه [۱] دقت نمونه بردار: ۰/۰۱۲ [۱]		نمونه بردار: فیلتر غشایی PTFE ۱ میکرومتری دبی: ۱-۴ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۱۰ لیتر حداکثر حجم نمونه: ۴۰۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: حداقل ۷ روز در دمای ۲۵ °C نمونه شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه برای هر نمونه برداری نمونه فله (توده ای): ۱ تا ۵ گرم (مطلوب)	
احتیاط های ویژه		صحت	
استونیتریل سمی و قابل اشتعال است. تنها در زیر هود با آن کار کنید. تیرام محرک پوست و غشاهای مخاطی، حساس کننده پوست و مشکوک به تراژون است [۵].		گستره مطالعه: ۱۲-۳ mg/m ³ [۱] (نمونه ۲۴۰ لیتری) تورش: ۰/۱۸٪ - دقت کلی: ۰/۰۵۵ صحت: ۱۰/۶۷ ±٪	
کاربرد			
گستره کاری ۰/۵ تا ۱۵ میلی گرم بر متر مکعب برای نمونه هوای ۲۰۰ لیتری. محققان مؤسسه NIOSH از این روش زمانی که از تیرام به عنوان حشره کش استفاده می شود، بهره می گیرند.			

مداخله گر ها	
شناخته شده نیست.	
روش های دیگر	
این همان روش S57 [۲] است، که بازنگری شده است. روش اسپکتروفتومتری قبلی (P&CAM 228) [۳]، به دلیل تنوع زیاد روش تجزیه، بازنگری نشده است [۴].	
مواد شیمیایی مصرفی	تجهیزات
۱. استو نیتریل، درجه معرف. ۲. آب مقطر یا آب دیونیزه ۳. اسید استیک، (جامد) ۴. هوا یا نیتروژن تحت فشار، برای خشک کردن سرنگ ۵. محلول استوک برای کالیبراسیون در ۰/۷۵ میلی گرم در میلی لیتر. ۷/۵ میلی گرم تیرام با وزن دقیق را در استونیتریل حل کرده و تا ۱۰ میلی لیتر رقیق نمایید. این محلول را روزانه دو بار تهیه نمایید. * به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.	۱. نمونه بردار: فیلتر غشایی پلی تترا فلوئورواتیلن (PTFE) ۱ میکرومتری با قطر ۳۷ میلی متر، نگهدارنده فیلتر کاست پلی استایرن دو تکه ای با پد پشتیبان، که بوسیله نوار مخصوص از نظر نشتی، نفوذ ناپذیر شده باشد. ۲. پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه و اتصالات انعطاف پذیر. ۳. کروماتوگراف مایع با فشار بالا دارای آشکارساز UV در طول موج ۲۹۰ نانومتر، به همراه ستون کروماتوگرافی مربوطه ۴. فیلترهای PTFE (13mm × 5 μm) و نگهدارنده فیلتر فولادی ضد زنگ برای محافظت از ستون LC. ۵. ویال ۲۰ میلی لیتر، شیشه با درپوش پیچی PTFE ۶. سرنگ ۱ میلی لیتری، با اتصالات لوئر لاک (luer lock) ۷. پیپت حبابدار ۱۰ میلی لیتری ۸. پنس ۹. بالن های حجمی ۱۰ میلی لیتری
آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری: به مورد خاصی اشاره نشده است.	
نمونه برداری	
۱. پمپ های نمونه برداری فردی را با ست نمونه برداری تعیین شده، کالیبره کنید. ۲. نمونه برداری با سرعت جریان بین ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه، برای حجم ۱۰ تا ۴۰۰ لیتر انجام شود. کل گرد و غبار روی فیلتر از ۲ میلی گرم تجاوز نکند. ۳. یک نمونه فله ای (۱ تا ۵ گرم) را در یک ویال شیشه ای با درپوش PTFE جمع آوری نموده و به صورت جدا از فیلترها ارسال شود.	
آماده سازی نمونه	
۴. فیلتر را با پنس از کاست خارج کرده و در یک ویال ۲۰ میلی لیتری قرار دهید. ۵. ۱۰ میلی لیتر استونیتریل به آن اضافه نموده و درب ویال را ببندید. ۶. قسمت بالای فیلتر کاست را با ۱۰ میلی لیتر استونیتریل شسته و آنرا در یک ویال ۲۰ میلی لیتری بریزید. درب ویال را ببندید. ۷. نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه، جهت جداسازی کامل، هم بزنید.	
کالیبراسیون و کنترل کیفی	
۸. کالیبراسیون بصورت روزانه با حداقل شش نمونه استاندارد، در محدوده ۰/۰۰۵ تا ۳ میلی گرم تیرام در هر نمونه انجام شود. آ. مقادیر شناخته شده محلول استوک برای کالیبراسیون استونیتریل، در بالن های حجمی ۱۰ میلی لیتری اضافه نموده و با به حجم رساندن رقیق کنید. ب. به همراه نمونه های اصلی، نمونه های شاهد را آنالیز کنید (مرحله ۹ و ۱۰). ج. نمودار کالیبراسیون (مساحت پیک در مقایسه با میلی گرم تیرام) را تهیه کنید.	

سنجش

۹. HPLC را روی شرایط ارائه شده تنظیم نموده و نمونه ۱۰ میکرو لیتری را تزریق کنید. بین هر تزریق سرنگ را بشویید و خشک کنید.
۱۰. مساحت قله را اندازه گیری کنید.

محاسبات

۱۱. جرم تیرام را برحسب میلی گرم نمونه اصلی (Wf) و حجم شستشو شده در مرحله قبل (Wt)، با لحاظ کردن مقادیر شاهد واسطه‌ای نمونه (B)، از نمودار کالیبراسیون بخوانید.

۱۲. غلظت تیرام (C) بر حسب mg/m^3 را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

$$C(\text{mg/m}^3) = \frac{(Wf + Wt - B) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش S256 در ۸ ژوئن ۱۹۷۹ منتشر گردید [۲]. در این روش با جمع‌آوری ۱۸ نمونه (شش نمونه با غلظتهای ۰/۵، ۱ و ۲ برابر استاندارد OSHA) از اتمسفرهای دینامیک تولید شده، با استفاده از تیرام ۶۵ (Thiram: Mayer Chemical Co. 65%) و همچنین مجموعه‌ای از شش نمونه، که برای ایجاد پایداری به مدت هفت روز در دمای اتاق نگهداری شده بود، اعتبارسنجی شد [۴، ۱]. نتایج نمونه ذخیره شده در ۲/۱٪ از نمونه‌های آنالیز شده پس از یک روز، نشان‌دهنده‌ی پایداری ذخیره‌سازی کافی برای هفت روز بود. ۱۸ نمونه‌بردار دیگر به طور مستقیم به عنوان نمونه اسپایک تهیه شد (هر کدام شش نمونه با ۰/۵، ۱ و ۲ برابر استاندارد OSHA). انحراف استاندارد نسبی تلفیقی برای این سه مجموعه از نمونه‌ها ۰/۱۲٪ به دست آمد. میانگین بازیافت برای هر سه سطح ۹۹/۸٪ بود. بنابراین، هیچ تورشی برای این روش وجود ندارد. انحراف استاندارد نسبی تلفیقی برای سه مجموعه نمونه جمع‌آوری شده از اتمسفر آزمایشی ۰/۲۲٪ بود. اتمسفرهای آزمایشی با غلظت ۱۲ میلی گرم بر متر مکعب تیرام، همراه با فیلترهای PTFE و سپس با بلرهای حاوی استونیتریل نمونه برداری شدند. هیچ مقدار از تیرام در حباب‌ها قابل تشخیص نبود (LOD = 0.005) که نشان می‌دهد فشار بخار تیرام ناچیز است.

منابع:

1. Stanford Research Institute [1979]. Backup Data Report: Method S256. Menlo Park, CA: Stanford Research Institute. NIOSH contract 210-76-0123. Available as order no. PB-81-244634 from NTIS.
2. [2] NIOSH [1979]. Thiram in air: Method S256. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd. ed. (Vol 5). Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) 79-141.
3. [3] NIOSH [1976]. Thiram in air: Method P&CAM 228. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. (Vol 1). Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-157-A.
4. [4] IIT Research Institute [1976]. Failure Report: Method S256. Chicago, IL: IIT Research Institute. NIOSH contract no. 99-74-45. Unpublished.
5. [5] NIOSH [1978] NIOSH criteria for a recommended standard: occupational exposure during manufacture and formulation of pesticides, Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 78-174.
6. [6] NIOSH [1980]. NIOSH research report – development and validation of methods for sampling and analysis of workplace toxic substances. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for

نویسنده روش:

Yvonne T. Gagnon, NIOSH; S256 originally validated under NIOSH Contract 210-76-0123.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	روتنون ROTENONE	شماره روش: ۵۰۰۷ تاریخ انتشار: ۲۶ فوریه ۲۰۱۶
CAS: ۸۳-۷۹-۴	RTECS: DJ۲۸۰۰۰۰	فرمول شیمیایی: C23H22O6 وزن مولکولی: ۳۹۴/۴۳
اسامی مترادف: توباتوکسین؛ مکعب ویژگی‌ها: جامد، دمای ذوب ۱۶۳°C یا ۱۸۱°C، دمای جوش ۲۲۰°C در فشار ۰/۵ mmHg با چگالی ۱ g/cm³. فشار بخار ناچیز. نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: ۵ mg/m³ NIOSH: ۵ mg/m³، گروه دو آفت‌کش‌ها		
سنجش روش سنجش: HPLC مجهز به آشکارساز ماوراء بنفش ترکیبات آنالیت: روتنون استخراج: ۴ میلی لیتر استونیتریل، ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۱۰ میکرولیتر فاز متحرک: ۶۰٪ متانول / ۴۰٪ آب، ۲ میلی لیتر در دقیقه ستون: ستون C18 (30 cm × 3.9-mm-ID stainless steel) آشکار ساز: UV @ 290 nm; 0.1A full-scale; 1-cm cell کالیبراسیون: محلول استاندارد روتنون در استونیتریل گستره‌ی کالیبراسیون: ۰/۴-۱ میلی گرم به ازای هر نمونه حد تشخیص: ۴ μg برای هر نمونه [۱،۲] دقت نمونه بردار: ۰/۰۲۴ [۱]	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر (غشایی PTFE با پورسایز ۱ میکرومتر) دبی: ۴-۱ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۸ لیتر حداکثر حجم نمونه: ۴۰۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: حداقل ۷ روز در دمای ۲۵ °C و در تاریکی نمونه شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری نمونه فله‌ای (توده‌ای): ۱ گرم (مطلوب)	
احتیاط‌های ویژه از تنفس بخارات استونیتریل اجتناب شود؛ ممکن است باعث تحریک پوست گردد.	صحت گستره مطالعه: ۱۲-۳ mg/m³ [۱] (نمونه ۲۴۰ لیتری) تورش: ۰/۱۸٪ - دقت کلی: ۰/۵۵ صحت: ۱۰/۶۷ ±٪	
کاربرد گستره کاری ۰/۴ تا ۱۰ میلی گرم بر متر مکعب، برای نمونه هوای ۱۰۰ لیتری. این روش برای فرمولاسیون‌های تجاری قابل استفاده است.		
مداخله گر‌ها ناشناخته. روتنون، یک حشره کش طبیعی است که می‌توان آن را توسط HPLC از سایر ترکیبات، مانند، سوماترول، α-توکسیکارول، دگولین، الیپتون، مالاکول و تفروزین [۳] موجود در ترکیبات جدا نمود [۴]. روتنون به تجزیه نوری حساس است.		

روش های دیگر

این همان روش S300 [۲] است، که بازنگری شده است.

تجهیزات	مواد شیمیایی مصرفی
۱. نمونه بردار: فیلتر غشایی پلی تترا فلوئورواتیلن (PTFE)، با قطر منافذ ۱ میکرومتر و قطر ۳۷ میلی متر، نگهدارنده فیلتر کاست پلی استایرن دو تکه ای با پد پشتیابان	۱. استونیتریل مناسب برای HPLC
توجه: از یک کاست مات استفاده کنید، در غیر این صورت فیلتر را در برابر نور محافظت نمایید تا تجزیه نوری روتنون در طول و بعد از نمونه برداری به حداقل برسد.	۲. متانول مناسب برای HPLC
۲. پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه و اتصالات انعطاف پذیر.	۳. روتنون با خلوص ۹۷٪
۳. کروماتوگراف مایع با فشار بالا متصل به آشکارساز UV به همراه ستون کروماتوگرافی مربوطه	۴. آب مقطر مناسب برای HPLC
۴. ظرف شیشه ای ۶۰ میلی لیتری با درپوش PTFE	۵. محلول استوک برای کالیبراسیون ۳ میلی گرم در میلی لیتر. این محلول با حل کردن ۰/۰۷۵ میلی گرم روتنون در ۲۵ میلی لیتر استونیتریل آماده شده و تا ۱۰ میلی لیتر رقیق می شود. این محلول را روزانه تهیه کنید.
۵. ویال ۴ میلی لیتر، با درپوش PTFE	۶. محلول باز یافت، ۵۰ میلی گرم در میلی لیتر که با حل کردن ۰/۵ گرم روتنون در استون و تا ۱۰ میلی لیتر به حجم رساندن آماده می شود. این محلول را روزانه تهیه کنید.
۶. سرنگ ۵ میلی لیتری	* به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.
۷. سیستم فیلتراسیون مجهز به فیلترهای PTFE با قطر ۱۳ میلی متر، با منافذ ۱ میکرومتری، یا سرنگ با فیلترهای PTFE.	
۸. بالن های حجمی ۱۰ میلی لیتری	
۹. سرنگ با مقیاس میکرولیتر، برای تزریق نمونه و آماده سازی نمونه های استاندارد	
۱۰. پیپت حبابدار ۴ میلی لیتری	

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری: به مورد خاصی اشاره نشده است.

نمونه برداری

۱. پمپ های نمونه برداری فردی را با ست نمونه برداری تعیین شده کالیبره کنید.
۲. نمونه برداری با سرعت جریان بین ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه، برای حجم ۸ تا ۴۰۰ لیتر انجام شود. کل گرد و غبار روی فیلتر از ۲ میلی گرم تجاوز نکند.
۳. یک نمونه فله ای (۱ گرم) را در یک ویال شیشه ای با درپوش PTFE جمع آوری کنید و جدا از فیلترها ارسال نمایید.

آماده سازی نمونه

۴. فیلتر را از کاست خارج کرده و در ظرف شیشه ای قرار دهید.
۵. ۴ میلی لیتر استونیتریل به آن اضافه نمایید. درب ویال را ببندید.
۶. هر نمونه را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری با فیلتر سرنگی PTFE یا سیستم فیلتراسیون فیلتر نمایید. فیلتر را در یک ویال ۴ میلی لیتری تحویل دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۷. کالیبراسیون بصورت روزانه، با حداقل شش نمونه استاندارد در محدوده ۰/۱ تا ۱ میلی گرم برای روتنون در هر نمونه انجام شود.
- آ. مقادیر شناخته شده محلول استوک، جهت کالیبراسیون استونیتریل را در بالن های حجمی ۱۰ میلی لیتری اضافه نموده و با به حجم رساندن، رقیق کنید.
- ب. به همراه نمونه های اصلی، نمونه های شاهد را آنالیز کنید (مرحله ۹ و ۱۰).

ج. نمودار کالیبراسیون (مساحت پیک در مقایسه با میلی گرم روتنون) را تهیه کنید. ۸. بازیافت (R) را با حداقل سه نمونه شاهد برای هر نمونه در محدوده کالیبراسیون (مرحله ۷) بررسی نمایید. الف. مقدار کمی محلول بازیافت را با یک سرنگ میکرولیتری، به فیلترهای خالی اضافه نموده و در هوا خشک نمایید. ب. آنالیز نمونه‌ها همراه با نمونه‌های استانداردهای کاری انجام شود (مرحله ۴ تا ۶، ۹ و ۱۰). ج. بازیافت [(میلی گرم بازیافت - میلی گرم خالی)/میلی گرم اضافه شده] را محاسبه نمایید. د. نمودار بازیافت (R) را آماده کنید.
سنجش ۹. HPLC را بر اساس توصیه شرکت سازنده و تحت شرایط ارائه شده، تنظیم نمایید. نمونه ۱۰ میکرو لیتری را تزریق کنید. توجه: اگر مساحت پیک، بالاتر از محدوده خطی نمودار کالیبراسیون است، نمونه را رقیق کرده و دوباره آنالیز کنید و ضریب رقت مناسب را در محاسبات اعمال کنید. ۱۰. مساحت قله را اندازه‌گیری کنید.
محاسبات ۱۱. جرم روتنون (تصحیح شده برای بازیابی) را برحسب میلی گرم در نمونه اصلی (W) و میانگین جرم آن را در شاهد واسطه‌ای نمونه‌برداری (B) از نمودار کالیبراسیون بخوانید. ۱۲. غلظت روتنون (C) را بر حسب mg/m^3، در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر، محاسبه کنید. $C (\text{mg/m}^3) = \frac{(W - B) \times 10^3}{V}$
ارزیابی روش روش S300 در ۱۱ مه ۱۹۷۹ منتشر شد [۲]. در این روش محدوده ۱/۱۶ تا ۱۱/۱ میلی گرم بر متر مکعب، در دمای 25°C و فشار ۷۶۰ میلی متر جیوه، با استفاده از نمونه‌های ۱۰۰ لیتری اعتبارسنجی شد [۱، ۵]. دقت کلی (SfT) ۰/۰۷۹ با میانگین بازیابی ۱۰۰/۴٪ بود؛ که نشان دهنده یک تورش ناچیز است. غلظت روتنون (تولید شده توسط دستگاه سازنده گرد و غبار رایت با استفاده از گرد و غبار Ortho Rotenone [شرکت Chevron Chemical ۱٪]) ۱۰٪ روتنون رسید و به طور مستقل با جمع‌آوری و تجزیه دی اکسان در HPLC تأیید شد.. بازیافت برابر ۰/۹۸٪ در محدوده ۲۵۰ تا ۱۰۰۰ میکروگرم روتنون برای هر نمونه بود. راندمان جمع‌آوری فیلتر PTFE بیشتر از ۹۹٪ بود و هیچ روتنون قابل تشخیصی ($\text{LOD} = 4$) روی جاذب‌های کروموزورب ۱۰۲ حاوی فیلترهای PTFE در غلظت ۱۱/۸ میلی گرم بر متر مکعب، یافت نشد. هیچ افتی در فیلترهای حاوی نمونه اسپایک، که به مدت هفت روز در تاریکی و در دمای اتاق ذخیره شده بودند، نیز مشاهده نشد.
منابع: [1] NIOSH. Backup data report. Unpublished. Available as Order No. PB 82-114729 from NTIS, Springfield, VA. [2] NIOSH [1979]. Rotenone: Method S300. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. (Vol 5). Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 79-141. [3] Gunther FA, Blinn RG [1975]. Analysis of insecticides and acaricides. NY: Interscience, pp 419-420. [4] Bushway RJ, Engdahl BS, Colvin BM, Hanks AR [1975]. Separation of rotenoids and the determination of rotenone in pesticide formulations by high-performance liquid chromatography. J Assoc Off Anal Chem 58(5):965-970. [5] NIOSH [1980]. NIOSH research report-development and validation of methods for sampling and analysis of workplace toxic substances. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 80-133.

Jerome Smith, Ph.D., NIOSH; S300 originally validated under NIOSH Contract 210-76-0123.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	پیرتروم PYRETHRUM	شماره روش: ۵۰۰۸ تاریخ انتشار: ۲۵ فوریه ۲۰۱۶
CAS: ۸۰۰۳-۳۴-۷	RTECS: UR۴۲۰۰۰۰۰	فرمول شیمیایی: C ₂₀ H ₂₈ O ₃ to C ₂₀ H ₃₀ O ₃ وزن مولکولی: ۳۱۶/۴-۳۷۲/۴
اسامی مترادف: ترکیبات فعال عبارتند از، پیرترین I و II، جاسمولین I و II و سینرین I و II . ویژگی ها: رزین قهوه‌ای چسبناک یا جامد؛ فشار بخار ناچیز. نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: ۵ mg/m³ NIOSH: ۵ mg/m³، گروه دو آفت کش‌ها		
سنجش روش سنجش: HPLC مجهز به آشکار ساز ماوراء بنفش ترکیبات آنالیت: شش جزء فعال پیرتروم استخراج: ۱۰ میلی لیتر استونیتریل، ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۲۵ میکرولیتر فاز متحرک: ۸۵٪ استونیتریل / ۱۵٪ آب، ایزوکراتیک، ۱ میلی لیتر در دقیقه، دمای اتاق، ۲۰۰۰ کیلو پاسکال (۴۰۰ psi) ستون: ستون C18, reverse phase, 10-μm packing, 25 to 30 cm آشکار ساز: آشکار ساز ماوراء بنفش در ۲۲۵ نانومتر کالیبراسیون: محلول استاندارد پیروتروم در استونیتریل گستره کالیبراسیون: ۱/۸ - ۰/۱ mg به ازای هر نمونه حد تشخیص: ۰/۰۱ μg در هر نمونه [۱،۲] دقت نمونه بردار: ۰/۰۴ [۱]	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر (فایبرگلاس با پورسایز ۱ میکرومتر) دبی: ۱-۴ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۲۰ لیتر حداکثر حجم نمونه: ۴۰۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمولی، نمونه‌های فله، جداگانه ارسال شوند. پایداری نمونه: حداقل ۷ روز در دمای ۲۵°C نمونه شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه در هر نمونه برداری	
احتیاط‌های ویژه P- کلروفنول از راه جذب پوستی، استنشاق یا بلعیدن سمی است، و یک محرک قوی برای بافت‌ها محسوب می‌شود. نقطه اشتعال ۱۲۱ درجه سانتیگراد داشته و قابل احتراق است.	صحت گستره مطالعه: ۱۲-۳ mg/m³ [۱] (نمونه ۲۴۰ لیتری) تورش: ۰/۱۸-٪ دقت کلی: ۰/۵۵ صحت: ۱۰/۶۷±٪	
کاربرد گستره کاری ۰/۵ تا ۱۰ میلی گرم بر متر مکعب برای نمونه‌های ۲۰۰ لیتری		
مداخله گر ها ناشناخته. ممکن است برای تایید به طیف سنجی جرمی یا کروماتوگرافی گاز- مایع با آشکار ساز جذب الکترون نیاز باشد [۱].		

روش های دیگر

این همان روش S298 [۲] است، که بازنگری شده است. برای نمونه های حجیم، کروماتوگرافی گاز-مایع با آشکارساز جذب الکترونی توصیه شده است [۳]. یک روش HPLC اصلاح شده (با استفاده از ستون C8، برنامه ریزی شده با متانول/آب یا استونیتریل، ایزوکراتیک نیز مورد استفاده قرار گرفته است [۴].

مواد شیمیایی مصرفی	تجهیزات
۱. پیروتروم توجه: دور از نور مستقیم خورشید نگهداری شود. اجزای فعال پیروتروم در هوا اکسید و تجزیه می شوند. ۲. استونیتریل مناسب برای HPLC ۳. آب مقطر مناسب برای HPLC ۴. ایزوپروپانول ۵. محلول استوک جهت کالیبراسیون ۶۰ میلی گرم در ایزوپروپانول * به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.	۱. نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس با قطر ۳۷ میلی متر، با پد سلولزی در نگهدارنده فیلتر که بصورت یکپارچه درآمده اند. ۲. پمپ نمونه برداری فردی، با دبی ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه و اتصالات انعطاف پذیر. ۳. کروماتوگراف مایع با فشار بالا مجهز به آشکارساز UV در طول موج ۲۲۵ نانومتر ۴. ظرف شیشه ای ۲ اونس (۶۰ میلی لیتری) با درپوش PTFE پیچی ۵. پنس ۶. پیپت حبابدار ۱۰ میلی لیتری ۷. بالن های حجمی ۱۰ میلی لیتری ۶. سرنگ ۱۰ میلی لیتری همراه با فیلتر سرنگ ۷. سرنگ یا پیپت، ۵ تا ۱۰۰ میکرولیتری

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری: به مورد خاصی اشاره نشده است.

نمونه برداری

۱. پمپ های نمونه برداری فردی را با ست نمونه برداری تعیین شده کالیبره کنید.
۲. نمونه برداری با سرعت جریان بین ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه، برای حجم کل نمونه ۲۰ تا ۴۰۰ لیتر انجام شود.

آماده سازی نمونه

۳. فیلتر را با دقت بوسیله پنس در ظرف شیشه ای قرار دهید.
۴. ۱۰ میلی لیتر استونیتریل به آن اضافه نمایید. درب شیشه ای را ببندید و به آرامی بچرخانید، تا فیلتر خیس شود. حدود ۳۰ دقیقه فیلتر را در این حالت نگهدارید و گهگاهی ظرف را بچرخانید.
۵. محلول نمونه را از طریق فیلتر سرنگی صاف کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۶. کالیبراسیون بصورت روزانه با حداقل شش استاندارد کاری، در محدوده ۰/۱ تا ۱/۸ میلی گرم پیروتروم به ازای هر نمونه انجام شود.
- آ. مقادیر مشخصی از محلول استوک جهت کالیبراسیون استونیتریل را در بالن های حجمی ۱۰ میلی لیتری اضافه نموده و آن را رقیق نمایید.
- ب. به همراه نمونه های اصلی، نمونه های شاهد را آنالیز کنید (مرحله ۹ و ۱۰).
- ج. نمودار کالیبراسیون (مساحت پیک در ۱۰ میلی لیتر پیروتروم) را تهیه کنید.
۷. بازیافت (R) را حداقل یک بار برای هر دسته از فیلترهای مورد استفاده در نمونه برداری تعیین کنید. سه فیلتر در هر یک از پنج سطح به اضافه سه نمونه شاهد آماده کنید.
- الف. مقدار مشخصی از محلول ذخیره کالیبراسیون یا رقیق شده ی آن را روی فیلترها بریزید. اجازه دهید فیلترها در هوا خشک شوند.
- ب. نمونه ها را یک شب در ظرف شیشه ای نگهداری کنید.
- ج. آماده سازی (مرحله ۴ و ۵) و تجزیه همراه با استانداردهای کاری (مرحله ۹ تا ۱۱) انجام دهید.

د. نموداری از R نسبت به میلی گرم پیرتروم تهیه کنید.

۸. برای اطمینان از درستی نمودار کالیبراسیون و نمودار R، سه نمونه اسپایک نامعلوم، جهت کنترل کیفیت و سه نمونه اسپایک جهت تجزیه را تعیین مقدار کنید.

سنجش

۹. دستگاه HPLC را بر اساس توصیه شرکت سازنده و تحت شرایط ارائه شده تنظیم کنید.

۱۰. مقدار کمی از نمونه را با استفاده از سرنگ، یا سیستم نمونه برداری خودکار تزریق کنید.

۱۱. مساحت قله را اندازه گیری کنید.

نکته: پیرتروم مخلوطی از حداقل شش ترکیب است که در دو پیک اصلی (دقیقه ۷ - ۵ = tr) تشخیص و تعیین مقدار می شود. در روش طیف سنجی جرمی قله های جزئی نشان داده شده پیرتروم نیستند. ترکیبات پیرتروم ممکن است با کروماتوگرافی گازی جدا شوند [۱،۴].

محاسبات

۱۲. با استفاده از نمودار کالیبراسیون، جرم پیرتروم (تصحیح شده برای بازیافت) را برحسب میلی گرم در نمونه اصلی (W) و میانگین جرم آن را در شاهد واسطه ای نمونه برداری (B) پیدا کنید.

۱۳. غلظت پیرتروم (C) بر حسب mg/m^3 را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

$$C (\text{mg/m}^3) = \frac{(W - B) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش S298 در ۳ آگوست ۱۹۷۹ منتشر شد [۲]. اعتبار سنجی این روش در محدوده ۱/۴ تا ۸/۵ میلی گرم بر متر مکعب، با استفاده از اتمسفرهای تولید شده از ترکیب (Premium Pyrocid 175 (McLaughlin Gormley King Co.)) انجام شد [۱]. استانداردها و نمونه های فیلتر توسط GC/MS آنالیز شدند. تست آزمایشگاهی با فیلترهایی که به عنوان نمونه و اتمسفرهای دینامیک ایجاد شده بود به روش متمایز کردن محلول هیدروکربنی انجام گرفت. صحت آن به روش فیلتر PTFE و بابلر حاوی ایزواکتان و آنالیز کروماتوگرافی گازی مجهز به آشکارساز جذب الکترون تأیید شد (عدم وجود پیرتروم در بابلر توسط طیف سنجی جرمی تأیید شد). نمونه های حاوی ۰/۷ میلی گرم پیرتروم جمع آوری شده از اتمسفر آزمایشی، به مدت هفت روز در شرایط محیطی پایدار بودند (میانگین بازیابی = ۹۸/۲٪). راندمان جمع آوری برای نمونه های ۱۲۰ لیتری جمع آوری شده، با ۱ لیتر در دقیقه، در ۹ میلی گرم بر متر مکعب، برابر با ۹۹/۷٪ است.

منابع:

[1] NIOSH [1979]. Backup Data Report: Method S298. Unpublished.

[2] NIOSH [1980]. Pyrethrum: Method S298. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. (Vol 6) Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 80-125.

[3] Association of Official Analytical Chemists (AOAC) [1982]. Changes in official methods of analysis. J Assoc Off Anal Chem 65: 455-456.

[4] Hultquist A, Izumi RM [1982]. NIOSH sequence reports 3481-J and 4151-J. Salt Lake City, UT: Utah Biomedical Test Laboratory. Unpublished.

[5] NIOSH [1981]. Occupational health guidelines for chemical hazards. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 81-123.

نویسنده روش:

James E. Arnold, NIOSH.

جدول ۱. ترکیبات فعال Pyrethrum

ترکیب	فرمول	جرم مولکولی	CAS #
Cinerin I	$C_{20}H_{28}O_3$	۳۱۶,۴۴	۶-۰۶-۲۵۴۰۲
Cinerin II	$C_{21}H_{28}O_5$	۲۶۰,۴۵	۰-۲۰-۱۲۱
Jasmolin I	$C_{21}H_{30}O_3$	۳۳۰,۴۷	۲-۱۴-۴۴۶۶
Jasmolin II	$C_{22}H_{30}O_5$	۳۷۴,۴۸	۰-۶۳-۱۱۷۳
Pyrethrin I	$C_{21}H_{28}O_3$	۳۲۸,۴۵	۱-۲۱-۱۲۱
Pyrethrin II	$C_{22}H_{28}O_5$	۳۷۲,۲۶	۹-۲۹-۱۲۱

	بنزویل پروکساید BENZOYL PEROXIDE	شماره روش: ۵۰۰۹ تاریخ انتشار: ۲۵ فوریه ۲۰۱۶
CAS: ۹۶-۳۴-۰۰	RTECS: DMA۵۷۵۰۰۰۰	فرمول شیمیایی: (C ₆ H ₅ CO) ₂ O ₂ وزن مولکولی: ۲۴۲/۲۲
اسامی مترادف: دی بنزوئیل پراکسید، بنزوئیل سوپراکسید ویژگی ها: جامد، دمای ذوب ۱۰.۳°C، چگالی ۱/۳۳۴ g/ml در دمای ذوب ۲۵°C، فشار بخار ناچیز، دمای احتراق خود بخودی ۸۰°C نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز		
OSHA: ۵ mg/m ³ NIOSH: ۵ mg/m ³ , گروه دو آفت کش ها		
سنجش روش سنجش: HPLC مجهز به آشکار ساز ماوراء بنفش ترکیبات آنالیت: بنزویل پروکساید استخراج: ۱۰ میلی لیتر اتیل اتر فشار ستون: ۹۰۰۰ کیلوپاسکال (۱۳۰۰ psi) فاز متحرک: آب و اتانول با نسبت ۷۰ حجم اتانول و ۳۰ حجم آب ستون: 250 mm x 3 mm-ID stainless steel; spherical silica particles with 5% bonded coating of octadecyl groups, US Pharmacopeia (USP) L1 آشکارساز: آشکاز UV در ۲۵۴ نانومتر کالیبراسیون: بنزویل پروکساید در اتیل اتر گستره کالیبراسیون: ۱/۷ - ۰/۲ mg به ازای هر نمونه حد تشخیص: ۰/۰۱ mg در هر نمونه [۲] دقت نمونه بردار: ۰/۰۲۴ [۱]	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر (غشایی استر سلولزی با پورسایز ۰/۸ میکرومتر) دبی: ۱-۳ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۴۰ لیتر در غلظت ۵ mg/m³ حداکثر حجم نمونه: ۴۰۰ لیتر روش انتقال نمونه: در دمال یخچال پایداری نمونه: ۹۰٪ افت در وزن فیلتر، پس از ۷ روز در دمای ۲۵°C نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر نمونه برداری	
احتیاط های ویژه بنزوئیل پراکسید یک جامد قابل اشتعال است و ممکن است هنگام گرم شدن منفجر گردد. با برخی از پلاستیک ها، لاستیک ها و پوشش ها واکنش می دهند [۴]. اتیل اتر بسیار قابل اشتعال است و در تماس با هوا پراکسیدهای انفجاری تشکیل می دهد.	صحت گستره مطالعه: ۳ - ۹ mg/m³ [۱] (نمونه ۹۰ لیتری) تورش: ۰/۵۲٪ دقت کلی: ۰/۰۶ صحت: ۱۱/۸۲ ±	
کاربرد		
گستره ی کاری ۲ تا ۱۹ میلی گرم بر متر مکعب برای نمونه هوای ۹۰ لیتری کاربرد دارد.		
مداخله گر ها		
به موردی اشاره نشده است.		
روش های دیگر		

این همان روش S253 [۲] است، که بازنگری شده است. همچنین به یک روش وزن سنجی غیر اختصاصی و یک روش رنگ سنجی غیر اختصاصی، در سند معیار اشاره شده است [۴].

مواد شیمیایی مصرفی	تجهیزات
۱. بنزویل پروکساید با خلوص ۹۹٪ ۲. اتیل اتر خالص، بدون تثبیت کننده ۳. متانول، تقطیر شده در شیشه ۴. آب دیونیزه و یا آب مقطر ۵. محلول استوک برای کالیبراسیون ۱۰ میلی گرم در میلی لیتر ۶. ۲۵۰ میلی گرم بنزوئیل پراکسید را در اتیل اتر حل کرده و تا ۲۵ میلی لیتر رقیق نمایید. حداقل یک هفته در دمای °C ۴ پایدار است.	۱. نمونه بردار: فیلتر غشایی استر سلولزی با اندازه منافذ ۰/۸ میکرومتر، قطر ۳۷ میلی متر، با پد پشتیبان در نگهدارنده فیلتر کاست. ۲. پمپ نمونه برداری فردی، با دبی ۱ تا ۳ لیتر در دقیقه و اتصالات انعطاف پذیر. ۳. آیس پک یا کیسه یخ ۴. ویال ۲۰ میلی لیتر، در پوش دار، با پوشش پلی تترا فلوئورواتیلن (PTFE) ۵. HPLC مجهز به آشکارساز UV در طول موج ۲۵۴ نانومتر، شیر تزریق نمونه با یک حلقه نمونه خارجی ۲۰ میکرولیتری، فیلتر سرنگی، یکپارچه ساز و ستون کروماتوگرافی یا نمونه بردار خودکار. ۵. پنس ۷. سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری. ۸. بالن های حجمی ۱۰ و ۲۵ میلی لیتری در اندازه های مختلف ۹. پیپت حبابدار ۱۰ میلی لیتری

* به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری: به مورد خاصی اشاره نشده است.

نمونه برداری

۱. پمپ های نمونه برداری فردی را با ست نمونه برداری تعیین شده کالیبره کنید.
۲. نمونه برداری با سرعت جریان بین ۱ تا ۳ لیتر در دقیقه، برای حجم کل نمونه ۴۰ تا ۴۰۰ لیتر انجام شود. نبایستی وزن ذرات روی فیلتر از ۲ میلی گرم تجاوز کند.
۳. نمونه ها را در یک ظرف عایق با آیس پک (مبرد کیسه ای) حمل کنید.

آماده سازی نمونه

۴. پس از دریافت در آزمایشگاه، نمونه ها را بلافاصله در یخچال نگهداری کنید.
۵. فیلتر را با دقت بوسیله پنس در ظرف شیشه ای قرار دهید.
۶. با پیپت ۱۰ میلی لیتری از اتیل اتر به هر ویال اضافه کنید. درب شیشه را ببندید و به آرامی بچرخانید تا کاملاً مخلوط شود.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۷. کالیبراسیون را بصورت روزانه، با حداقل شش استاندارد کاری، در محدوده ۰/۱ تا ۱/۷ میلی گرم در هر نمونه انجام شود.
- آ. مقادیر مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون، با اتیل اتر را با پیپت ۱۰ میکرولیتری به بالن های حجمی ۱۰ میلی لیتری اضافه کنید و با به حجم رساندن رقیق نمایید.
- ب. به همراه نمونه های اصلی، نمونه های شاهد را آنالیز کنید (مرحله ۱۰ و ۱۲).
- ج. با استفاده از نمودار کالیبراسیون، مساحت پیک برای ۱۰ میلی گرم بنزوئیل پراکسید در هر نمونه را تهیه کنید.
۸. بازیافت (R) بنزوئیل پرکساید را حداقل یک بار برای هر دسته از فیلترهای مورد استفاده در نمونه برداری تعیین کنید (مرحله ۷). سه فیلتر در هر یک از پنج سطح به اضافه سه نمونه شاهد آماده کنید.
- آ. مقدار مشخصی از محلول ذخیره کالیبراسیون را با یک سرنگ میکرولیتری روی فیلترهای شاهد واسطه بریزید.

ب. تجزیه نمونه‌ها همراه با استانداردهای کاری (مرحله ۵، ۶ و ۱۰ تا ۱۲) انجام شود.
ج. نمودار باز یافت نسبت به میلی گرم بنزوئیل پراکسید را تهیه کنید.
۹. برای اطمینان از اینکه نمودار کالیبراسیون و نمودار R همخوانی دارند، سه نمونه اسپایک نامعلوم، برای کنترل کیفیت و سه نمونه اسپایک جهت آنالیز را تجزیه نمایید.

سنجش

۱۰. دستگاه HPLC را بر اساس توصیه شرکت سازنده و تحت شرایط ارائه شده تنظیم نمایید.
۱۱. حلقه نمونه را به طور کامل با نمونه (۰/۱ میلی لیتر) شستشو دهید و با نمونه بردار خودکار تزریق کنید.
۱۲. مساحت قله را اندازه گیری نمایید.

محاسبات

۱۲. با استفاده از نمودار کالیبراسیون، جرم بنزوئیل پراکسید (تصحیح شده برای بازیابی) را برحسب میلی گرم در نمونه اصلی (W) و میانگین جرم آنرا در شاهد واسطه‌ای نمونه برداری (B) پیدا کنید.
۱۳. غلظت بنزوئیل پراکسید (C) بر حسب mg/m^3 برای حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

$$C(\text{mg/m}^3) = \frac{(W - B) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش S253 در ۲۱ ژانویه ۱۹۷۷ منتشر شد [۳]. اعتبارسنجی این روش در محدوده ۳/۱ تا ۱۹/۱ میلی گرم بر متر مکعب در دمای 26°C و فشار ۷۶۴ میلی متر جیوه، با استفاده از نمونه‌های ۹۰ لیتری انجام شد [۱، ۵]. راندمان جمع آوری در شرایطی که هیچ مقداری از بنزوئیل پراکسید در فیلتر دوم (پشتیبان) وجود نداشته باشد، برابر یک تعیین گردیده است. مطالعات بر روی میزان ثبات نمونه‌ها نشان داد، که مقدار بنزوئیل پراکسید پس از یک هفته ۹/۳٪ کاهش یافته است. بنزوئیل پراکسید در اتیل اتر در دمای اتاق به مدت یک هفته پایدار بوده و دقت کلی روش ($\hat{\text{SrT}}$) برابر ۰/۰۶ می باشد. درصد باز یافت برای محدوده‌های ۰/۲۲۵ تا ۰/۹ میلی گرم نمونه، برای ۱۸ نمونه اسپایک برابر ۹۷٪ تخمین زده شده است.

منابع:

- [1] NIOSH [1976]. Backup data report: S253 for Benzoyl Peroxide. In: Ten NIOSH analytical methods (Set 2). Available as order No. PB 271-464 from NTIS. Unpublished.
- [2] Wade R [1980]. Memorandum: UBTL analytical laboratory report for benzoyl peroxide, Sequence #2182-J. Salt Lake City, UT: Utah Biomedical Test Laboratory. Unpublished.
- [3] NIOSH [1978]. Benzoyl peroxide; Method S253. In: NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. (Vol 4). Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 78-175.
- [4] NIOSH [1977]. NIOSH criteria for a recommended standard: occupational exposure to benzoyl peroxide. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-166.
- [5] Gunderson EC, Anderson CC [1980]. Development and validation of methods for sampling and analysis of workplace toxic substances. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 80-133.

نویسنده روش:

Charles Neumeister, NIOSH.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استاد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	استریکنین STRYCHNINE	شماره روش: ۵۰۱۶، شماره ۳ تاریخ انتشار: شماره ۱؛ ۱۵ مه ۱۹۸۵ شماره ۳؛ ۲۶ فوریه ۲۰۱۶
CAS: ۹-۲۴-۵۷	RTECS: WL۲۲۷۵۰۰۰	فرمول شیمیایی: C₂₁H₂₂N₂O₂ وزن مولکولی: ۳۳۴/۴۲
اسامی مترادف: استریکنیدین-۱۰-۱ ویژگی ها: جامد، نقطه ذوب ۲۶۸°C، فشار بخار ناچیز نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: ۰/۱۵ mg/m³ NIOSH: ۱۵ mg/m³، به ازای ۱۰ ساعت، گروه یک آفت کش ها		
سنجش روش سنجش: HPLC مجهز به آشکارساز UV ترکیبات آنالیت: استریکنین وا جذب: ۵ میلی لیتر فاز متحرک حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر فاز متحرک: ۱-هپتان سولفونیک اسید آبی + CH₃CN با PH ۳/۵؛ ۱ میلی لیتر در دقیقه در دمای محیط ستون: شناسه ۲۵ سانتی متر × ۴/۲ میلی متر، بسته بندی شده با Pharmacopeia (USP) L1 C18/US، سایز ذره ۱۰ میکرومتر آشکارساز: UV در طول موج ۲۵۴ نانومتر کالیبراسیون: محلول های استریکنین در فاز متحرک گستره کالیبراسیون: ۱۰ تا ۷۰ میکروگرم در هر نمونه حد تشخیص: ۰/۸ میکروگرم در هر نمونه [۱،۲] دقت کلی ($\bar{S}_r$): ۰/۴۲ به ازای ۱۳ تا ۶۲ میکروگرم در هر نمونه	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر (الیاف شیشه، ۳۷ میلی متر) دبی: ۱ - ۳ لیتر در دقیقه حداقل حجم نمونه: ۷۰ لیتر یا ۰/۱۵ میلی گرم بر متر مکعب حداکثر حجم نمونه: ۱۰۰۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: حداقل ۷ روز در دمای ۲۵ °C [۱] نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه در هر نمونه برداری	
احتیاط های ویژه استریکنین پتانسیل ایجاد تشنج آور را دارد. هنگام دست زدن به آن از لباس غیر قابل نفوذ، دستکش و شیلد صورت استفاده کنید [۳،۴]. از تماس پوست با اسید استیک خودداری کنید، زیرا ممکن است باعث سوختگی شدید شود.	صحت گستره مطالعه: ۰/۷۳ تا ۰/۴۳ میلی گرم بر متر مکعب در ۱۸۰ لیتر نمونه [۳] تورشن: ۴/۴ % دقت کلی ($\bar{S}_r$): ۰/۰۵۹ [۱] صحت: ±۱۴/۶	
کاربرد محدوده کاری ۰/۰۵ تا ۱۰ میلی گرم بر متر مکعب برای ۲۰۰ لیتر نمونه هوا.		
مداخله گر ها شناخته نشده		

روش های دیگر

این روش اصلاح شده روش S302 می باشد [۲].

مواد شیمیایی مصرفی	تجهیزات
۱. استریکنین، ۹۸* ۲. استونیتریل، مناسب برای کروماتوگرافی ۳. آب مناسب برای کروماتوگرافی، آب مقطر ۴. استونیتریل: آب، ۱:۱ (v/v). حجم مساوی از استونیتریل و آب مقطر مخلوط شده ۵. اسید استیک، یخ زده ۶. اسید استیک، ۰/۱ نرمال. ۰/۶ میلی لیتر اسید استیک گلاسیال vh با ۱ لیتر آب مقطر رقیق کنید. ۷. ۱-نمک سدیم هپتان سولفونیک اسید ۰.۹۵% ۸. محلول استوک کالیبراسیون، ۱ میلی گرم در میلی لیتر استریکنین در اسید استیک ۰/۱ نرمال. از حمام اولتراسونیک برای کمک به انحلال استفاده کنید. ۹. فاز متحرک: ۱، ۱۰، ۱۴ گرم نمک سدیم ۱-هپتان سولفونیک اسید را در ۹۸۰ میلی لیتر استونیتریل با نسبت مساوی از آب حل کنید. pH را با اسید استیک گلاسیال بر روی ۳/۵ تنظیم نمایید. به وسیله فیلتر PTFE ۰/۴۵ میکرومتری، نمونه را فیلتر کرده و در یخچال قرار دهید. و اگر بخاری از آن ظاهر شد، هر هفته نمونه تازه تهیه کنید. * به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.	۱. نمونه بردار: فیلتر فایبرگلاس، قطر ۳۷ میلی متر، در نگهدارنده فیلتر کاست. ۲. پمپ نمونه برداری فردی، ۱ تا ۳ لیتر در دقیقه، با لوله اتصال انعطاف پذیر ۳. HPLC مجهز به آشکارساز جذب UV در ۲۵۴ نانومتر، ضبط کننده، یکپارچه ساز و ستون. ۴. فیلتر سرنگ، محفظه پلی پروپیلن، نایلون ممبران، اندازه منافذ ۰/۲ میکرومتر. ۵. سرنگ، ۲۰ میکرولیتر. ۶. میکروپیپت یا سرنگ، ۱۰ تا ۱۰۰ میکرولیتر. ۷. کوزه، شیشه، پماد اسکوات، با درپوش پیچی با روکش پلی تترافلورواتیلن (PTFE) ۸. فلاسک های حجمی، شیشه ای، ۱۰ میلی لیتری. ۹. پیپت، ۵ میلی لیتری، با بالب پیپت. ۱۰. پنس. ۱۱. حمام اولتراسونیک.

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری:-

نمونه برداری
۱. هر پمپ نمونه برداری شخصی را با یک نمونه بردار نماینده در خط کالیبره کنید. ۲. با سرعت جریان دقیق بین ۱ تا ۳ لیتر در دقیقه برای حجم کل نمونه ۷۰ تا ۱۰۰۰ لیتر نمونه برداری نمایید.

آماده سازی نمونه

۳. فیلتر را با احتیاط با استفاده از یک پنس به ظرف شیشه ای منتقل کنید. ۴. فاز متحرک ۰/۵ میلی لیتری اضافه کنید. شیشه را ببندید و به آرامی بچرخانید تا فیلتر خیس شود. ۵. محلول نمونه را از طریق یک فیلتر سرنگی فیلتر کنید.
--

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۶. با حداقل شش استاندارد کاری در محدوده ۱ تا ۷۰ میکروگرم استریکنین، هر نمونه به صورت روزانه کالیبره کنید (۰، ۲ تا ۱۴ میکروگرم در میلی لیتر). آ. مقادیر شناخته شده محلول استوک برای کالیبراسیون را با فاز متحرک در فلاسک های حجمی ۱۰ میلی لیتری اضافه کنید و رقیق نمایید. ب. به همراه نمونه های اصلی، نمونه های شاهد را آنالیز کنید (مرحله ۱۰ و ۱۲).
--

ج. با استفاده از نمودار کالیبراسیون، مساحت پیک برای ۱۰ میلی گرم بنزوئیل پراکساید در هر نمونه را تهیه کنید.

۷. بازیافت (R) بنزوئیل پرکساید را حداقل یک بار برای هر دسته از فیلترهای مورد استفاده در نمونه برداری تعیین کنید (مرحله ۷). سه فیلتر در هر یک از پنج سطح به اضافه سه نمونه شاهد آماده کنید.

ب. تجزیه نمونه‌ها همراه با استانداردهای کاری (مرحله ۵، ۶ و ۱۰ تا ۱۲) انجام شود.

ج. نمودار بازیافت نسبت به میلی گرم بنزوئیل پراکساید را تهیه کنید.

۹. برای اطمینان از اینکه نمودار کالیبراسیون و نمودار R همخوانی دارند، سه نمونه اسپایک نامعلوم، برای کنترل کیفیت و سه نمونه اسپایک جهت آنالیز را تجزیه نمایید.

سنجش

۱۰. دستگاه HPLC را بر اساس توصیه شرکت سازنده و تحت شرایط ارائه شده تنظیم نمایید.
۱۱. حلقه نمونه را به طور کامل با نمونه (۰/۱ میلی لیتر) شستشو دهید و با نمونه بردار خودکار تزریق کنید.
۱۲. مساحت قله را اندازه گیری نمایید.

محاسبات

۱۲. با استفاده از نمودار کالیبراسیون، جرم استریکنین (تصحیح شده برای بازیابی) را بر حسب میلی گرم در نمونه اصلی (W) و میانگین جرم آن را در شاهد واسطه‌ای نمونه برداری (B) پیدا کنید.
۱۳. غلظت استریکنین (C) بر حسب mg/m^3 برای حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

$$C(\text{mg/m}^3) = \frac{(W - B) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش S302 در ۱۷ فوریه ۱۹۷۸ مطرح شد [۲] و در محدوده ۰/۰۰۷۳ تا ۰/۳۴ میکروگرم در متر مکعب، با استفاده از یک نمونه ۱۸۰ لیتری ارزیابی گردید [۱، ۵]. دقت کلی ($\bar{S}_T$) استریکنین به طور مستقل با آنالیز نمونه‌های فیلتر با اسپکتروفتومتر UV در ۲۵۴ نانومتر بدست آمد. بازیافت ۹۸٪ در محدوده ۱۳/۵ تا ۵۴/۱ میکروگرم در هر نمونه بود. راندمان جمع آوری حداقل ۹۸/۸٪ برای نمونه ۱۸۰ لیتری در غلظت ۰/۱۵ میکروگرم بر میلی لیتر تعیین شد. میانگین بازیافت برای نمونه‌های یک روزه ۱۰۵٪، در مقابل ۹۸/۸٪ برای نمونه‌های هفت روزه در دمای اتاق بود.

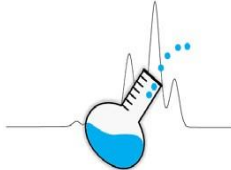
منابع:

- [1] NIOSH [1976]. Back-up data report for Strychnine. In: Ten NIOSH analytical methods. Available as order No. PB288-629 from NTIS. Unpublished.
- [2] NIOSH [1979] Strychnine: Method S302. In: Taylor, DG ed. 2nd ed. (Vol 5). NIOSH manual of analytical methods. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 79-141.
- [3] NIOSH [1978]. NIOSH criteria for a recommended standard: occupational exposure during the manufacture and formulation of pesticides. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 78-174. Available as order No. PB81-227001 from NTIS.
- [4] NIOSH [1981]. Occupational health guidelines for chemical hazards. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 81-123.
- [5] NIOSH [1980]. Development and validation of methods for sampling and analysis of workplace and toxic substances. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 80-133.

نویسنده روش:

M.J. Seymour, NIOSH

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	آرسنیک، ارگانیک ARSENIC, organo-	شماره روش: ۵۰۲۲، شماره ۳ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵ مه ۱۹۸۵ شماره ۳: ۳ مارس ۲۰۱۶
CAS: (۱) ۳-۵۸-۱۲۴ (۲) ۵-۶۰-۷۵ (۳) ۰-۵۰-۹۸ RTECS: (۱) PA۱۵۷۵۰۰۰ (۲) CH۷۵۲۵۰۰۰ (۳) CF۸۷۵۰۰۰	فرمول شیمیایی: CH₃AsO₃H₂ (۱) (CH₃)₂AsO₂H (۲) HNC₆H₄AsO₂H (۳) وزن مولکولی: ۱۳۹/۹۶ (۱) ۱۳۷/۹۹ (۲) ۲۱۷/۰۷ (۳)	
اسامی مترادف: (۱) اسید متیلارسونیک: اسید متانارسونیک. (۲) دی متیل آرسینیک اسید: اسید کاکودیلیک. هیدروکسید متیل آرسین اکسید (۳) اسید آرسونیک p-آمینوفنیل: p-آرسنیلک اسید، اسید آتوکسیلیک ویژگی ها: (۱) جامد؛ نقطه ذوب ۱۶۱°C (۲) جامد؛ جامد؛ نقطه ذوب ۱۹۵°C (۳) جامد؛ جامد؛ نقطه ذوب ۲۳۲°C نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز -:OSHA NIOSH: ۰/۵ mg/m³		
سنجش روش سنجش: کروماتوگرافی یونی/جذب اتمی هیدرید ترکیبات آنالیت: آنیون ها (IC)؛ AsH₃ (AAS) استخراج: بافر بورات-کربنات، ۲۵ میلی لیتر کروماتوگرافی: تزریق حجم تزریق: ۰/۸ میلی لیتر ستون: دو ستون، آنیون ۳ × ۱۵۰ میلی متر شوینده: بافر بورات-کربنات. ۲/۵ میلی لیتر در دقیقه؛ ۳۴۵۰ کیلو پاسکال (psi ۵۰۰). دمای محیط کوره: ۸۰۰ درجه سانتیگراد طول موج: ۱۹۳/۷ نانومتر (بدون D2) کالیبراسیون: مواد آلی آرسنیک در آب	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر (۱ میکروگرم PTFE) دبی: ۱ - ۳ لیتر در دقیقه حداقل حجم نمونه: ۵۰ لیتر یا ۰/۱ میلی گرم بر متر مکعب حداکثر حجم نمونه: ۱۰۰۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: پایدار نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه برای هر نمونه برداری	

گستره کالیبراسیون: ۰/۵ تا ۲ میکروگرم در هر نمونه حد تشخیص: ۰/۲ میکروگرم در هر نمونه [۱] دقت (SS_{rr}): جدول ۱	
احتیاط‌های ویژه هنگام کار با مواد شیمیایی از دستکش، روپوش آزمایشگاهی و عینک ایمنی استفاده کنید. تمام کارها باید در زیر هود انجام شود. پرسولفات پتاسیم یک عامل اکسید کننده قوی است. گاز آرسین بسیار سمی است و می‌تواند کشنده باشد. ترکیبات آرسنیک مورد استفاده در ساخت نمونه‌های استانداردهای سمی هستند [۳].	صحت گستره مطالعه: ۰/۰۵ تا ۰/۲ میلی گرم بر متر مکعب [۱،۲] تورش: قابل چشم پوشی دقت کلی ($\bar{S}_{rr}$): ۰/۴۷ @ ۰/۰۲ میکروگرم در متر مکعب [۱] ۰/۱۴ @ ۰/۰۵ میکروگرم در متر مکعب [۱] صحت: ۲۰٪ ± @ ۰/۰۲ میکروگرم در متر مکعب
کاربرد گستره کاری ۰/۰۵ تا ۱۰۰ mg/m^3 (As) برای یک نمونه هوای ۱۰۰ لیتری استفاده می‌شود. این روش برای تعیین کمیت ترکیبات آلی حاوی ذرات آرسنیک طراحی شده است.	
مداخله‌گرها آرسنیک معدنی (III) با دی متیل آرسنیک اسید با استفاده از شوینده A، شستشو می‌شود، اما ممکن است این دو با شوینده B از هم جدا شوند. سایر یون‌ها، در غلظت‌های بالا، در نمونه می‌وانند در جداسازی آرسنیک‌ها با استفاده از کروماتوگرافی اختلال ایجاد کنند. As_2O_3 به طور موثر توسط این نمونه‌بردار نمونه‌برداری نمی‌شود. برای کمی سازی آن ترکیب، به روش ۷۹۰۱ مراجعه کنید.	
روش‌های دیگر این روش اصلاح شده روش P&CAM 320 می‌باشد [۲]. در روش ۷۲۰۰ ذرات کل As توسط هیدرید/AAS اندازه‌گیری می‌شود. روش ۷۹۰۱ برای اندازه‌گیری As_2O_3 می‌شود که می‌تواند به صورت بخار و آئروسل وجود داشته باشد.	
تجهیزات ۱. نمونه‌بردار: فیلتر غشایی همراه با پلی اتیلن PTFE، اندازه منافذ ۱ میکرومتر، قطر ۳۷ میلی متر با پد پشتیبان در نگهدارنده فیلتر کاست. ۲. پمپ نمونه برداری فردی، ۱ تا ۳ لیتر در دقیقه، با شیلنگ‌های اتصال انعطاف پذیر. ۳. کروماتوگراف یونی با متوقف کننده و آشکارساز بای پس شده. پساب ستون را از طریق لوله PTFE (0.3mm ID×0.6mm OD) مستقیماً به منبع آرسین هدایت کنید (شکل ۱). ۴. سرنگ، پلاستیکی، ۱۰ میلی لیتری، با اتصالات سبک ۵. منبع آرسین: پمپ تناسبی دارای نرخ جریان، همراه با سیم پیچ‌های اختلاط منیفولد (1.5mm ID × 3.5mm OD)، ۵ دور و ۲۰ دور، کانکتورهای OD شیشه‌ای "T" (1.5mm ID × 3.5mm OD)، جداکننده گاز و مایع و محفظه انبساط (شکل ۲). ۱ متر	مواد شیمیایی مصرفی ۱. آب دیونیزه ۲. اسید کلریدریک ۳. شوینده A (۲/۴ میلی مولار HCO_3^- / ۱/۹ میلی مولار CO_3^{2-} / ۱ میلی مولار $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$). ۰/۸۰۶۷ گرم NaHCO_3، ۰/۸۰۵۵ گرم Na_2CO_3 و ۱/۵۲۵۷ گرم $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ را در ۴ لیتر آب دیونیزه حل کنید. ۴. شوینده B (۵ میلی مولار $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$). ۷/۶۲۸۴ گرم $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ را در ۴ لیتر آب دیونیزه شده حل کنید. ۵. محلول پرسولفات پتاسیم، $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$، اشباع شده در ۱۵٪ (v/v) HCl ۶. بورو هیدرید سدیم، ۱٪، NaBH_4 (w/v) در ۰/۲٪ KOH (w/v). ۷. NaBH_4 گرم ۱ و KOH را به آب دیونیزه اضافه کنید. تا ۵۰۰ میلی لیتر رقیق شود. محلول را به صورت هفتگی و تازه آماده کنید. ۷. محلول‌های استوک استاندارد، ۱۰۰۰ میکروگرم آرسنیک / میلی لیتر:

لوله PTFE OD یک چهارم اینچی؛ سه عدد اتصالات PTFE یک چهارم اینچی ID Swagelok و روتامتر (۱۰۰ تا ۹۰۰ میلی لیتر در دقیقه). ۶. اسپکتروفتومتر جذب اتمی (پراکندگی خطی UV متقابل ۰/۶۵ نانومتر بر میلی متر). به عنوان لامپ تخلیه بدون الکتروود. منبع تغذیه و سلولول آتمیزاسیون (لوله کوارتز بدون درز ID ۱۶ سانتی متر $\times$ ۱۳ میلی متر با لوله ورودی ۱۸ سانتی متر در ۴ میلی متر ID ذوب شده در مرکز)، با سیم نیکروم (۱۴ Ω/m) دارای فاصله ۲ تا ۳ میلی متری بین پیچها که با نوار مقاوم در برابر حرارت پیچیده شده است) (شکل ۳). دما در سلول توسط ترموکوپل (۸۰۰ درجه سانتیگراد) اندازه گیری می شود. سلول را روی سر مشعل AAS تک شکافی نصب کنید و با کنترل های تراز مشعل، تنظیم نمایید. ۷. بشر ۵۰ میلی لیتری ۸. حمام آب اولتراسونیک ۹. فلاسک های حجمی ۱۰، ۱۰۰ و ۵۰۰ میلی لیتری ۱۰. پیپت، ۲۵ میکرولیتر و ۰/۱ تا ۱ میلی لیتر ***تمام ظروف شیشه ای را در مواد شوینده ملایم خیس کنید، و با آب دیونیزه و HNO_3 (۱۰٪) بشویید.	آ. اسید متیلارسونیک (۰/۹۳۴۱ گرم $CH_3AsO_3H_2$ را در آب دیونیزه حل کنید تا ۵۰۰ میلی لیتر رقیق شود). ب. دی متیل آرسنیک اسید. (۰/۹۲۱۰ گرم $(CH_3)_2AsO_2H$ را در آب دیونیزه حل کنید تا ۵۰۰ میلی لیتر رقیق شود). ج. p-آمینوفنیلارسونیک اسید (۱/۴۴۸۵ گرم $p-H_2NC_6H_4AsO_3H_2$) را در ۵ میلی لیتر NaOH (۱ نرمال) حل کنید. با آب دیونیزه تا ۵۰۰ میلی لیتر رقیق نمایید. محلول را دور از نور خورشید نگهداری نمایید. د. تری اکسید آرسنیک. (۰/۶۶۰۲ گرم As_2O_3) را در ۵ میلی لیتر NaOH (۱ نرمال) حل کنید. با آب دیونیزه تا ۵۰۰ میلی لیتر رقیق نمایید. ه. پنتوکسید آرسنیک (۰/۷۶۶۹ گرم As_2O_5) را در ۵ میلی لیتر NaOH (۱ نرمال) حل کنید. با آب دیونیزه تا ۵۰۰ میلی لیتر رقیق نمایید. ۸. محلول ذخیره کالیبراسیون با ۱ میکروگرم بر میلی لیتر آنالیت مخلوط. ۰/۱ میلی لیتر از هر نمونه استوک (REAGENTS, 7.) را با شوینده A در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری رقیق کنید. محلول را به صورت روزانه و تازه تهیه کنید. ۹. آرگون *به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.
--	---

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری:-

نمونه برداری

۱. هر پمپ نمونه برداری فردی را با یک نمونه بردار استاندارد کالیبره نمایید.
۲. نمونه برداری با سرعت جریان بین ۱ تا ۳ لیتر در دقیقه، برای حجم کل نمونه ۵۰ تا ۱۰۰۰ لیتر انجام گیرد.
۳. درپوش کاستها را ببندید و جهت جابه جایی آنها را به طور ایمن بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

۴. برای هر نمونه، ۲۵ میلی لیتر شوینده A را در یک بشر ۵۰ میلی لیتری تمیز پیپت کنید.
۵. کاست را باز کرده، فیلتر PTFE را با پنس تمیز در آن قرار دهید و آن را به بشر منتقل کنید. سمت باز فیلتر را در تماس با محلول قرار دهید. ظرف را بپوشانید.
۶. محتویات ظرف را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام آب اولتراسونیک هم بزنید. اگر نمونه استخراجی بلافاصله آنالیز نمی شوند، تا زمان اندازه گیری، در دمای $4^{\circ}C$ نگهداری نمایید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۷. روزانه با حداقل شش استاندارد کاری در محدوده ۰/۲ تا ۲ میکروگرم در هر نمونه (۰/۰۸ تا ۰/۰۸ میکروگرم) کالیبراسیون را انجام دهید. مقادیر مشخصی از محلول استوک را برای کالیبراسیون به شوینده A در فلاسک های حجمی ۱۰ میلی لیتری اضافه کنید و تا علامت مشخص شده رقیق نمایید.
- ب. همراه با نمونه های اصلی، نمونه های شاهد را نیز آنالیز کنید (مرحله ۸ تا ۱۲).

ج. نمودار کالیبراسیون را برای هر گونه آرسنیک (مساحت پیک یا ارتفاع در مقابل میکروگرم آرسنیک) تهیه کنید.

سنجش

۸. کروماتوگراف یونی را روی شرایط توصیه شده تنظیم کنید. قبل از اتصال پساب به منبع آرسین، به ستون‌ها اجازه دهید تا با شوینده بیشتر از ۱ ساعت متعادل شوند.

نکته: شوینده A امکان جدا سازی متیلار سونیک ا سید (زمان ماند= (tr) ۲ دقیقه)، p-آمینوفنیلار سونیک ا سید (زمان ماند = ۴ دقیقه) و آرسنیک (v) (زمان ماند = ۷/۵ دقیقه) را می‌دهد. آرسنیک (III) و اسید دی متیل آرسنیک (زمان ماند = ۱ دقیقه) حل نمی‌شود. اگر سیگنالی در زمان نگهداری تقریبی دو ترکیب، اخیر به دست آمده باشد، یا اگر هر دو ترکیب در نمونه وجود داشته باشند، آنالیز دوم را با استفاده از شوینده B (قدرت یونی کمتر) انجام دهید. اگر مشخص شود که یکی از این دو ترکیب وجود نداشته است، شوینده A به طور موثر ترکیبات باقی مانده را تعیین می‌کند. با شوینده B، سایر گونه‌ها زمان ماندگاری بسیار طولانی‌تری دارند و روی ستون تجمع می‌یابند و محل‌های رزین فعال را می‌بندند. بنابراین، پس از هر ۱۰ تا ۱۵ نمونه، ستون را با شوینده A شستشو دهید و قبل از آنالیز بیشتر با شوینده B مجدداً تعادل را برقرار کنید.

۹. پساب را به منبع آرسین، وصل کنید:

محلول اشباع $K_2S_2O_8$: ۰/۸ میلی لیتر در دقیقه

محلول $NaBH_4$: ۲ میلی لیتر در دقیقه

گاز حامل Ar: ۳۰۰ میلی لیتر در دقیقه

نکته: گاز آرسین تولید شده، ابتدا با استفاده از جداکننده گاز-مایع (شکل ۲) از محلول مایع جدا می‌شوند و سپس توسط گاز حامل آرگون از طریق لوله PTFE به کوره کوارتز گرم شده منتقل می‌شوند.

۱۰. ست AAS را مطابق با توصیه‌های شرکت سازنده تنظیم کنید. سلول کوارتز را در مسیر نوری تراز کنید. سلول کوارتز را با استفاده از ترانسفورماتور و ترموکوپل متغیر به تدریج تا دمای $800^{\circ}C$ گرم کنید.

۱۱. با استفاده از یک سرنگ، مقدار کمی از نمونه (حدود ۲ تا ۳ میلی لیتر) را به دستگاه کروماتوگرافی تزریق کرده و حلقه تزریق را شستشو دهید تا از آلودگی ناشی از تزریق قبلی جلوگیری شود. سرنگ را با آب دیونیزه بشویید و بین نمونه‌ها خشک کنید یا از سرنگ‌های یکبار مصرف استفاده نمایید.

۱۲. پیک‌های مؤلفه را شناسایی کنید. ارتفاع یا مساحت قله را اندازه‌گیری کنید.

محاسبات

۱۳. به وسیله نمودارهای کالیبراسیون، مقدار (μg) آرسنیک در هر نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.

۱۴. غلظت آرسنیک، C، (mg/m^3) در حجم هوای نمونه برداری شده، V (L) را محاسبه کنید:

$$C (mg/m^3) = \frac{W - B}{V}$$

ارزیابی روش

دقت اندازه‌گیری به دست آمده در شرایط توصیه شده در این روش در جدول ۱ [۱] ارائه شده است. دقت کلی روش با استفاده از فیلترهای بارگذاری شده در یک سیستم تولید/نمونه‌برداری دینامیک آئروسول با ذرات سه ترکیب آلی از آرسنیک مورد آزمایش قرار گرفت. سطوح غلظت مورد آزمایش برای هر گونه ۵، ۱۰ و ۲۰ میکروگرم به ازای هر متر مکعب هوا بود. بسته به غلظت و گونه، انحراف استاندارد نسبی از ۱۴/۴ در پایین‌ترین سطح تا ۴/۷ در بالاترین سطح متغیر بود.

راندمن جمع‌آوری روش برای ارگانوآرسنیکال‌ها در محدوده ۵ تا ۲۰ میکروگرم بر متر مکعب، با استفاده از نمونه ۳۰۰ لیتری، ۹۹٪ بیشتر بود. کارایی جمع‌آوری روش برای آرسنیک معدنی مشخص نشد.

دقت روش کلی با آنالیز نمونه‌های آئروسول اضافی از هر مجموعه، با استفاده از آنالیزهای فعال‌سازی نوترون (NAA) و فلورسانس اشعه ایکس (XRF) تعیین شد. از آنجایی که تکنیک‌های NAA و XRF فقط آرسنیک عنصری کل را شناسایی می‌کنند، آرسنیک کل به‌دست‌آمده از آنالیز IC-AAS برای مقایسه استفاده شد. دقت بین ۹۰ تا ۱۲۰٪ مقادیر به دست آمده، توسط NAA و XRF متغیر بود.

منابع:

- [1] Colovos G, Hester N, Ricci GR, Shepard, LS. [1980]. Development of a method for the determination of organoarsenicals in air. NIOSH Contract #210-77-0134, NTIS No. PB83-180794.
- [2] NIOSH [1980]. Particulate arsenicals: Method P&CAM 320. In: Taylor, DG, ed. NIOSH manual of analytical methods, 2nd ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 80-125.
- [3] Budavari S, [1989]. Merck Index. 11th ed. Rahway, NJ: Merck & Co., Inc.

نویسنده روش:

Mary Ellen Cassinelli, NIOSH

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وب‌سایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وب‌سایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	p-نیتروآنیلین p-NITROANILINE	شماره روش: ۵۰۳۳، شماره ۲ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵ آگوست ۱۹۹۴ شماره ۳: ۲۹ فوریه ۲۰۱۶
CAS: ۶-۰۱-۱۰۰ RTECS: BY۷۰۰۰۰۰		فرمول شیمیایی: $H_2NC_6H_4NO$ وزن مولکولی: ۱۳۸/۱۴
اسامی مترادف: ۴-نیتروبنزنآمین، p-آمینونیتروبنزن، p-نیتروفنیل آمین ویژگی ها: جامد؛ کریستال های زرد با نقطه ذوب $146^{\circ}C$، نقطه جوش $332^{\circ}C$، و فشار بخار ۰/۰۲ پاسکال در $20^{\circ}C$ نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: 6 mg/m^3 (برای پوست) NIOSH: 3 mg/m^3 (برای پوست)		
اندازه گیری روش سنجش: HPLC مجهز به آشکارساز UV ترکیبات آنالیت: p-نیتروآنیلین استخراج: ۵ میلی لیتر ایزوپروپانول فاز متحرک: ۴۰٪ ایزوپروپانول / ۶۰٪ هگزان ایزوکراتیک، ۱ میلی لیتر در دقیقه ستون: سیلیس (۲۵ سانتی متر $\times$ ۴/۶ میلی متر $\times$ ۶/۴ میلی متر فولاد ضد زنگ، داروسازی ایالات متحده L18 (USP)) آشکارساز: آشکارساز UV در ۳۷۵ نانومتر کالیبراسیون: محلول p-نیتروآنیلین در ایزوپروپانول گستره کالیبراسیون: ۱۰۰ تا ۲۰۰۰ میکروگرم به ازای هر نمونه [۱] حد تشخیص: ۲۰ میکروگرم در هر نمونه [۱] دقت کلی ($\bar{S}_r$): ۰/۰۲۰ [۱]	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر (۰/۸ میکرومتر استر سلولز مخلوط غشاء) دبی: ۱ - ۳ لیتر در دقیقه حداقل حجم نمونه: ۱۶ لیتر/ ۶ میلی گرم بر متر مکعب حداکثر حجم نمونه: ۳۵۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: ۷ روز در $25^{\circ}C$ نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه برای هر نمونه برداری	
احتیاط های ویژه p-کلروفنول در جذب پوستی، استنشاق یا بلعیدن سمی است. همچنین یک محرک قوی برای بافت بوده که با نقطه اشتعال $121^{\circ}C$ قابل احتراق است. کار باید در زیر هود انجام شود.	صحت گستره مطالعه: ۳/۹ تا ۱۲/۹ میلی گرم بر متر مکعب [۱] تورش: ۱٪/۷ دقت کلی ($\bar{S}_r$): ۰/۰۵۴ برای محدوده مورد مطالعه [۱] صحت: $\pm 11\%$	
کاربرد محدوده کاری ۱/۱ تا ۲۲ میلی گرم بر متر مکعب برای نمونه هوای ۹۰ لیتری استفاده می شود. این روش برای آئروسل p-نیتروآنیلین قابل استفاده بوده، اما برای محیط هایی که ممکن است بخار وجود داشته باشد، قابل استفاده نیست.		
مداخله گر ها: شناسایی نشده است.		

مواد شیمیایی مصرفی	تجهیزات
۱. P- نیتروآنیلین، ۹۹٪. ۲. ایزوپروپانول، تقطیر شده در شیشه ۳. هگزان، تقطیر شده در شیشه ۴. محلول استوک برای کالیبراسیون، ۱۰ میلی گرم در میلی لیتر. ۵. گرم P-نیتروآنیلین را در ۱۰ میلی لیتر ۲- پروپانول حل کنید. * به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.	۱. نمونه بردار: مخلوط استر سلولز (MCE) فیلتر غشایی (۳۷ میلی متر) و پد پشتیبان سلولز (۳۷ میلی متر) در یک نگهدارنده فیلتر ۲ تکه که در کنار هم قرار گرفته اند. ۲. پمپ نمونه برداری فردی، کالیبره شده، با قابلیت کارکرد ۸ ساعت با ۱ تا ۳ لیتر در دقیقه، با شیلنگ اتصال انعطاف پذیر. ۳. HPLC با آشکارساز UV (۳۷۵ نانومتر)، ستون سیلیس (USPL18)، انژکتور، و یکپارچه کننده الکترونیکی. ۴. سرنگ میکرولیتری در سایزهای مختلف ۵. فلاسک های حجمی در اندازه های مختلف ۶. شیشه های در دار اسکوات شکل، با واشرهای پلی تترافلوئورو اتیلن (PTFE) و درپوش های پیچی. ۷. پیپت، ۵ میلی لیتر، با پیپت حبابدار. ۸. پنس

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری:-

نمونه برداری
۱. پمپ نمونه برداری فردی را کالیبره کنید. ۲. درب های جلو و عقب را بلافاصله قبل از نمونه برداری بردارید و نمونه بردار را با لوله های انعطاف پذیر به پمپ نمونه برداری فردی متصل کنید. نمونه برداری را با دبی مشخص بین ۱ تا ۳ لیتر در دقیقه انجام دهید و ۱۶ تا ۳۵۰ لیتر هوا را جمع آوری کنید. ۳. روی فیلترها را درپوش بگذارید، ماهیت نمونه و تمام داده های مربوط به نمونه (مدت، دما و فشار محیط) را ثبت کنید. ۴. فیلترهای نمونه شاهد را همانند نمونه های اصلی (باز کردن، مهر و موم کردن و حمل و نقل) آماده کنید، با این تفاوت که هیچ هوایی از نمونه های شاهد عبور داده نشود. ۵. نمونه ها را در ظرف مناسب حمل کنید.

آماده سازی نمونه

۶. نگهدارنده فیلتر را باز کرده و با استفاده از پنس هر فیلتر مخلوط استر سلولزی را به ظرف دردار منتقل کنید. ۷. ۵ میلی لیتر ایزوپروپانول به آنها اضافه نموده، درب آن را ببندید و شیشه را بچرخانید تا مطمئن شوید که فیلتر کاملاً خیس شده است.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۸. به صورت روزانه با حداقل شش استاندارد کاری کالیبراسیون را انجام دهید. آ. مقدار کمی از محلول استوک P-نیتروآنیلین را با ایزوپروپانول در فلاسک های حجمی رقیق کنید. ب. نمودار کالیبراسیون (سطح پیک در مقابل میکروگرم P-نیتروآنیلین در هر نمونه) را تهیه کنید. ۹. بازیافت (R) فیلترها را حداقل یک بار برای هر فیلتر در محدوده مورد نظر تعیین کنید. آ. با استفاده از یک سرنگ میکرولیتری، ۶ فیلتر را در ۳ سطح غلظت مختلف از P-نیتروآنیلین در ایزوپروپانول تهیه نمایید. اجازه دهید فیلترها یک شب باقی مانده و خشک شوند تا حلال تبخیر گردد. ب. فیلترها را آنالیز کنید. نمودار بازیافت را رسم کنید.

۱۰. برای اطمینان از درستی نمودار کالیبراسیون و نمودار بازیافت، سه نمونه اسپایک نامعلوم برای کنترل کیفیت و سه نمونه اسپایک را آنالیز کنید.

سنجش

۱۱. HPLC را مطابق با توصیه‌های شرکت سازنده تنظیم کنید.

۱۲. جداسازی بر روی یک ستون سیلیکا با استفاده از فاز متحرک ۴۰٪ ایزوپروپانول/۶۰٪ هگزان، با سرعت ۱ میلی لیتر در دقیقه انجام می‌شود. مقدار ۲۰ میکرولیتر نمونه را تزریق کنید.

توجه: اگر سطح پیک بالاتر از محدوده خطی استانداردهای کاری باشد، با ایزوپروپانول رقیق شده و ضریب رقت مناسب را در محاسبات اعمال نمایید.

۱۳. سطوح پیک را اندازه‌گیری کنید.

محاسبات

۱۴. جرم p-نیتروآنیلین را بر حسب میکروگرم (تصحیح برای بازیافت)، در هر نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) تعیین کنید.

۱۵. غلظت p-نیتروآنیلین C (میلی گرم در مترمکعب) را در حجم هوای نمونه برداری شده، V(L) محاسبه کنید:

$$C (mg/m^3) = \frac{W - B}{V}$$

ارزیابی روش

این روش برای محیط‌هایی که بخار p-نیتروآنیلین وجود دارد، قابل استفاده نیست. با این حال، آزمایش‌ها نشان می‌دهند که کمتر از ۰/۰۴ میلی گرم بر متر مکعب p-نیتروآنیلین، به صورت بخار در دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد وجود دارد [۱]. راندمان استخراج فیلترهای اسپایک حاوی ۰/۲۷۸، ۰/۵۵۶، یا ۱/۱۱۲ میلی گرم p-نیتروآنیلین به ترتیب ۹۶/۶٪، ۹۴/۷٪ و ۹۴/۶٪ بود [۱]. نمونه‌های تولید شده برای اندازه‌گیری راندمان جمع‌آوری فیلتر، در ۱/۵ لیتر در دقیقه، برای غلظت ۳/۹، ۶/۷۵ و ۱۲/۸۸ میلی گرم بر متر مکعب به ترتیب ۹۵/۹٪، ۹۸/۸٪ و ۱۰۰/۹٪ بود [۱]. میانگین بازیافت برای نمونه‌های ۷ روزه ۹۸/۶٪ بود [۱].

منابع:

- [1] NIOSH [1977]. Back-up data report for p-Nitroaniline: Method S7. Unpublished.
- [2] NIOSH [1977]. p-Nitroaniline: Method S7. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-157-B.
- [3] NIOSH [1981]. Occupational health guidelines for chemical hazards. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 81-123. Available as #PB 83-154609 from NTIS.

نویسنده روش:

Charles Neumeister, NIOSH

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	شماره روش: ۵۰۴۰، شماره ۴ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵ می ۱۹۹۶ شماره ۲: ۱۰ مارس ۲۰۱۶ ذرات دیزل (به عنوان کربن عنصری) DIESEL PARTICULATE MATTER (as Elemental Carbon)
CAS: - RTECS: -	فرمول شیمیایی: C وزن مولکولی: ۱۲/۰۱
اسامی مترادف: ذرات معلق دیزل، اگزوز دیزل، دوده دیزل، انتشار گازهای گلخانه‌ای ویژگی‌ها: جامد غیرفرار نوع ارزیابی: کامل	
حدود مجاز	
-OSHA -NIOSH	
سنجش روش سنجش: آنالیز حرارتی-نوری؛ آشکارساز یونیزاسیون شعله (FID) ترکیبات آنالیت: کربن عنصری (EC). کربن کل تعیین می‌شود، اما یک نشانگر مواجهه پیشنهاد شده است. اندازه منافذ فیلتر: ۱/۵ سانتیمتر مربع [۱] کالیبراسیون: تزریق متان گستره کالیبراسیون: حد تشخیص: ۱ تا ۱۰۵ میکروگرم در قسمت فیلتر حد تشخیص: ۰/۳ میکروگرم در قسمت فیلتر [۱] دقت کلی ($\bar{S}_T$): ۰/۱۹ برای ۱ میکروگرم، غلظت ۰/۰۱ برای ۱۰ تا ۷۲ میکروگرم غلظت	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر (فیبر کوارتز، ۳۷ میلی متر یا ۲۵ میلی متر)؛ ممکن است به نمونه بردار انتخابی اندازه ذرات نیاز باشد [۱] دبی: ۲ - ۴ لیتر در دقیقه (معمول) حداقل حجم نمونه: ۱۴۲ لیتر/۴۰ میلی گرم بر متر مکعب حداکثر حجم نمونه: ۱۹ متر مکعب روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: پایدار نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه برای هر نمونه برداری
احتیاط‌های ویژه هیدروژن یک گاز قابل اشتعال است. کاربران باید با استفاده صحیح از گازها، سیلندرها و رگولاتورهای قابل اشتعال و غیرقابل اشتعال آشنا باشند. به گفته سازنده دستگاه، این ابزار یک محصول لیزری کلاس I است. نور لیزر ضعیف پراکنده در حین کار قابل مشاهده است، اما خطری برای کاربر ایجاد نمی‌کند. منبع لیزر داخلی یک محصول کلاس IIb است که در صورت مشاهده مستقیم یا از روی سطح آینه مانند (یعنی انعکاس‌های چشمی) خطر احتمالی برای چشم ایجاد می‌کند. لیزرهای کلاس IIb معمولاً بازتاب پراکنده خطرناکی تولید نمی‌کنند. تعمیرات سیستم نوری و سایر تعمیراتی که نیاز به برداشتن محفظه ابزار دارند، باید فقط توسط یک تکنسین ماهر انجام شوند.	صحت گستره مطالعه: ۲۳ تا ۲۴۰ میکروگرم بر متر مکعب [۱] تورش: ۱/۷٪ دقت کلی ($\bar{S}_T$): ۰/۰۷ دقت: ۱۶/۷٪ ± در ۲۳ میکروگرم در متر مکعب [۱]

کاربرد

محدوده کاری، با LOD ~ ۲ میکروگرم بر متر مکعب، برای یک نمونه هوای ۹۶۰ لیتری، که روی یک فیلتر ۳۷ میلی‌متری با قطر منافذ ۱/۵ سانتی متر مربع جمع آوری شده است، بین ۶ تا ۶۳۰ میکروگرم بر متر مکعب می‌باشد. اگر LOD کمتری مورد نظر باشد، می‌توان از حجم نمونه بزرگتر و/یا فیلتر با قطر ۲۵ میلی‌متری استفاده کرد (برای مثال، یک نمونه ۱۹۲۰ لیتری، روی فیلتر ۲۵ میلی‌متری، LOD ۰/۴ میکروگرم بر متر مکعب می‌دهد). اگر انتقال نمونه خیلی کم باشد، تقسیم کربن آلی (OC) به کربن عنصری (EC) ممکن است نادرست باشد. مقدار کربن عنصری جمع‌آوری شده، به شدت لیزر بستگی دارد. به طور کلی، تقسیم OC-EC ممکن است زمانی که مقدار EC بالای ۲۰ میکروگرم بر سانتی‌متر مربع باشد، نادرست باشد. زیاد بودن مقدار آلاینده جمع‌آوری شده، می‌تواند نتایج EC کم (و متغیر) را به همراه داشته باشند، زیرا دبی تا زمانی که مقداری از EC اکسید نشود، کم و نسبتاً ثابت می‌ماند. در چنین مواردی، تقسیم باید دوباره اختصاص داده شود (قبل از پیک). حد بالای EC را می‌توان ۸۰۰ میکروگرم بر متر مکعب (۹۰ میکروگرم بر سانتی‌متر مربع) تعیین کرد. جمع‌آوری کربن عنصری کم، (برای مثال، نزدیک به LOD) همچنین ممکن است به تقسیم دستی برای بهبود صحت نیاز داشته باشد [۱].

مداخله‌گرها

کربن کل (EC و OC) با این روش تعیین می‌شود، اما EC به عنوان معیاری برای مواجهه در محیط کار توصیه می‌شود؛ زیرا تداخل OC ممکن است وجود داشته باشد [۱، ۲]. دود سیگار و کربنات‌ها معمولاً در تعیین EC دخالت نمی‌کنند. کمتر از ۱٪ کربن موجود در دود سیگار عنصری است. اگر بارهای سنگین کربنات یا گرد و غبار آلی پیش بینی شود، باید از یک نمونه‌بردار اندازه ذرات انتخابی (ایمپکتور و/یا سیکلون) استفاده شود [۱]. برای اندازه‌گیری EC دیزل در معادن زغال‌سنگ، یک سیکلون و ایمپکتور با نقطه برش زیر میکرومتر برای به حداقل رساندن گرد و غبار زغال‌سنگ جمع‌آوری شده مورد نیاز است. اگر گرد و غبار حاوی EC در محیط وجود داشته باشد، ممکن است یک سیکلون و/یا ایمپکتور در محل‌های کار ضروری باشد.

روش‌های دیگر

روش‌های دیگری برای تعیین EC و OC استفاده شده‌اند، اما این روش‌ها معادل روشی نیستند که در اینجا توضیح داده شده است. اطلاعات در مورد سایر روش‌ها، در جای دیگری بیان شده است [۱]. شیوه انجام این روش در ویرایش چهارم راهنمای NIOSH تغییر نکرده است، اما فصل راهنمای دیزل در ویرایش پنجم به‌روزرسانی شده است.

مواد شیمیایی مصرفی

۱. محلول‌های آبی با درجه معرف (۹۹٪) ساکارز، ۰/۱ تا ۳ میلی‌گرم در هر میلی لیتر محلول.
۲. H_2O_2 فوق خالص نوع I یا معادل آن
۳. هلیوم فوق خالص (۹۹/۹۹۹٪)، همچنین برای حذف اکسیژن اسکرابر مورد نیاز است.
۴. هیدروژن خالص (۹۹/۹۹۵٪)، سیلندر یا منبع ژنراتور هیدروژن
۵. هوای فوق العاده صفر (هیدروکربن کم)
۶. ۱۰٪ اکسیژن در تعادل با هلیوم، هر دو گاز فوق خالص باشد.
۷. ۵٪ متان در تعادل با هلیوم، هر دو گاز فوق خالص باشد.

تجهیزات

۱. نمونه‌بردار: فیلتر الیاف-کوارتز، از پیش تمیز شده (در دمای پایین ۲ تا ۳ ساعت، یا کوره صدا خفه کن به مدت ۱ تا ۲ ساعت در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد)، ۳۷ میلی‌متر، در یک کاست ۳ تکه با پشتیبان فیلتر (صفحات فولاد ضد زنگ، پد سلولزی، یا فیلتر کوارتز دوم). در محیط‌های گرد و غباری ممکن است به نمونه‌های جایگزین نیاز باشد [۱].
- نکته ۱: فیلترهای الیاف کوارتز با خلوص بالا، راندمان بالا و بدون چسب باید استفاده شوند (برای مثال، Pall Gelman Sciences Pall Gelman Sciences Pallflex Tissue quartz 2500Q AT-UP.QAT-UP).
- فیلترهای از پیش تمیز شده از چندین آزمایشگاه در دسترس هستند. فیلترها را نیز می‌توان خریداری و تمیز نمود. فیلترها باید در یک کوره صدا خفه کن با دمای ۸۰۰-۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت

۱-۲ ساعت تمیز شوند. فیلترها را بررسی (تجزیه و تحلیل) کنید تا از حذف آلاینده‌های OC اطمینان حاصل کنید. یک دوره پاک‌سازی کوتاه مدت نیز ممکن است موثر باشد. نتایج OC بلافاصله پس از تمیز کردن باید کمتر از ۰/۱ میکروگرم بر سانتی‌متر مربع باشد. بخارات OC به راحتی در فیلترهای تمیز جذب می‌شوند. حتی زمانی که در ظروف در بسته نگهداری می‌شوند، جمع‌آوری OC ممکن است بعد از چند هفته از ۰/۵ میکروگرم بر سانتی‌متر مربع متغیر باشد. نکته ۲: پشتیبان‌های از جنس سلولز، نسبت به صفحات فولاد ضد زنگ، و فیلترهای کوارتزی، فضاهای خالی بیشتری برای OC ایجاد می‌کنند. فیلترهای کوارتز در قسمت پایین نمونه‌بردار را می‌توان برای تصحیح بخار جذب شده استفاده کرد [۱]. ۲. پمپ نمونه برداری فردی با شیلنگ‌های انعطاف پذیر ۳. آنالیزور حرارتی نوری [۱] ۴. پانچ فلزی برای برداشتن قسمت مستطیلی، ۱/۵ سانتی متر مربع از فیلتر. توجه: ممکن است از یک ناحیه‌ی کوچکتر استفاده شود، اما آن ناحیه باید به اندازه کافی بزرگ باشد تا کل پرتو لیزر را در خود جای دهد (یعنی پرتو باید از نمونه عبور کند، نه از اطراف آن). مساحت ناحیه باید به طور دقیق مشخص باشد و نمونه باید به دقت قرار گیرد (هنگامی که نمونه به درستی تراز شد، ضریب عبور فیلتر به شدت کاهش می‌یابد). قسمتی از فیلتر با مساحت بزرگتر از ۰/۵ سانتی‌متر مربع با قطر یا عرض کمتر از ۱ سانتی‌متر توصیه می‌شود. ۵. سرنگ، ۱۰ میکرولیتری ۶. فویل آلومینیومی ۷. سوزن (برای بالا بردن قسمت پانچ فیلتر) ۸. پنس ۹. فلاسک‌های حجمی، کلاس A. ۱۰. بالانس تحلیلی.	
---	--

آماده سازی کپسول‌های داخلی قبل از نمونه برداری:-

نمونه برداری

۱. پمپ نمونه برداری فردی را کالیبره کنید.

نکته: از هر دو کاست روباز و بسته استفاده شود. هر دو پیکربندی معمولاً ر سوبات یکنواختی را ارائه می‌دهند. در دبی‌های بالاتر (مثلاً ۴ لیتر در دقیقه)، لکه‌های کوچکی در مرکز فیلترها هنگام استفاده از کاست‌های رو به بسته مشاهده می‌شود. این ماده احتمالاً متشکل از آگلومراهای دیزلی نهفته و/یا ذرات غیردیزلی است. نتایج EC برای بخش‌های متعدد فیلترها مطابقت خوبی داشتند، بنابراین لکه‌ها تأثیر تحلیلی کمی داشتند. نمونه‌بردارهای دیگر نیز می‌توانند مورد استفاده قرار گیرند. ته نشینی یکنواخت ضروری است، زیرا آن بخشی از نمونه

که آنالیز می‌شود، باید نماینده کل ماده ته نشین شده باشد. اگر رسوب همگن نباشد، کل نمونه باید آنالیز شود. ممکن است در برخی موارد به یک ایمپکتور/سیکلون نیاز باشد.

۲. خروجی نمونه‌بردار را به پمپ نمونه برداری فردی وصل کنید.

۳. با دبی دقیق شناخته شده نمونه‌برداری کنید. محدوده معمولی ۲-۴ لیتر در دقیقه است (توجه داشته باشید: جریان‌های کمتر (برای مثال، ۱ لیتر در دقیقه) در معادن برای جلوگیری از اضافه بار استفاده می‌شود).

۴. پس از نمونه برداری، قطعه بالایی کاست را برداشته و تعویض نمایید و به طور ایمن، برای ارسال به آزمایشگاه بسته بندی کنید.

نکته: نمونه‌های ذرات دیزل از محیط‌های شغلی، معمولاً نیازی به حمل و نقل در یخچال ندارند، مگر اینکه احتمال مواجهه در دماهای بالا (یعنی بسیار بالاتر از دمای جمع‌آوری) وجود داشته باشد. نمونه‌های فیلتر معمولاً در شرایط آزمایشگاهی پایدار هستند. اگر نمونه‌ها حاوی OC از منابع دیگر (مثلاً دود سیگار) باشند، ممکن است مقداری از OC در طول زمان از دست برود. جذب بخار OC پس از جمع‌آوری نمونه، حتی با نمونه‌هایی که محتوای EC بالایی دارند (برای مثال ۸۰٪)، رخ نمی‌دهد.

آماده‌سازی نمونه

فیلتر نمونه را روی سطح فویل آلومینیومی تازه تمیز شده، قرار دهید. برای تمیز کردن فویل می‌توان از ایزوپروپیل الکل یا استون استفاده کرد. قبل از استفاده اجازه دهید حلال باقیمانده از سطح فیلتر تبخیر شود. بخش نماینده فیلتر را در جایی تثبیت کنید. مراقب باشید که مواد رسوب‌شده را بهم نزنید و از تماس دست با نمونه خودداری کنید. از یک سوزن برای جدا کردن فیلتر از قسمت پانچ‌شده استفاده کنید. ابزارهای جدیدتر دارای یک قلاب خارجی هستند که برای پشتیبانی از نگهدارنده نمونه کوارتز، زمانی که نمونه قبلی برداشته شده و نمونه جدید جاگذاری می‌شود، استفاده می‌گردد. بسته به ترجیح کاربر، تا زمانی که از آلودگی جلوگیری شود، می‌توان از رویکردهای جایگزین نیز استفاده کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۶. حداقل یک نمونه را مجدداً آنالیز کنید. برای مجموعه‌های بالای ۵۰ نمونه، ۱۰٪ از نمونه‌ها را تکرار کنید. برای مجموعه‌های بیش از ۵۰ نمونه، ۵٪ از نمونه‌ها را تکرار کنید. اگر رسوب فیلتر ناهموار به نظر می‌رسد (اگر کاست به درستی آب بندی شده باشد، این مورد نباید باشد)، بخش دوم (مرحله ۵) را برای آنالیز یکنواختی رسوب، بردارید.

توجه: دقت آنالیز در تکرار معمولاً بهتر از ۵٪ است (۱ تا ۳٪ معمولی است).

۷. برای اطمینان از اینکه کالیبراسیون تحت کنترل است، سه نمونه اسپایک نامعلوم و نمونه سه اسپایک جهت آنالیز، آماده‌سازی و آنالیز نمایید. نمونه‌های اسپایک را به صورت زیر آماده کنید:

آ. با سرنگ ۱۰ میکرولیتری (یا دیگر)، مقداری از محلول استاندارد OC را مستقیماً روی فیلتر (مرحله ۵) از قبل تمیز شده قرار دهید. برای نتایج بهتر، پانچ فیلتر باید قبل از استفاده دوباره در کوره نمونه تمیز شود.

نکته: با مقادیر کم (برای مثال، ≥ 10 میکرولیتر) محلول استاندارد را در یک انتهای فیلتر پخش کنید تا از استاندارد پرتو لیزر مطمئن شوید. حجم‌های بزرگتر به راحتی می‌توانند به قسمت زیرین فیلتر نفوذ کنند.

ب. اجازه دهید آب تبخیر شود. نمونه‌های اسپایک را همان نمونه‌های شاهد آنالیز کنید (مرحله ۹ و ۱۰).

توجه: کاهش قابل توجه در عبور فیلتر در مرحله دمایی اول آنالیز نشان دهنده اتلاف آب است. اگر این اتفاق افتاد، اجازه دهید قسمت‌های بیشتری خشک شود. در صورت تمایل می‌توان پانچ‌های اسپایک شده نیز می‌توانند در فر خشک شوند. برای خشک کردن سریع، دستور "فر تمیز" را در منو دستگاه انتخاب کنید و پس از حدود ۴ ثانیه لغو نمایید. زمان مجاز ممکن است به ابزار بستگی داشته باشد، اما دمای فر باید کمتر از ۱۰۰ درجه سانتیگراد باشد، تا از جوشاندن محلول جلوگیری شود. این رویکرد راحت است و از جذب احتمالی بخارات آلی در هوای آزمایشگاه جلوگیری می‌کند. برخی از نسخه‌های نرم افزار ممکن است این ویژگی را نداشته باشند.

۸. نمونه‌های شاهد (نتایج آنالیز با فیلتر تازه تمیز شده) را برای هر مجموعه نمونه تعیین کنید.

سنجش

۹. تنظیمات آنالایزور را مطابق با توصیه‌های سازنده تنظیم کنید. نمونه را داخل فر نمونه قرار دهید.

نکته: اشکال کربنی که اکسید شدن آنها دشوار است (مانند گرافیت)، ممکن است در طول حالت اکسیداتیو به مدت زمان طولانی‌تر و دمای بالاتری نیاز داشته باشند، تا اطمینان حاصل شود که تمام EC حذف شده است (اوج EC هرگز نباید با پیک کالیبراسیون ادغام شود) زمان و دما را متناسب با آن تنظیم کنید. حداکثر دمای بالای ۹۴۰ درجه سانتیگراد نباید مورد نیاز باشد.

۱۰. جرم EC (و OC)، را بر حسب میکروگرم تعیین کنید. نتایج آنالایزور بر حسب واحد میکروگرم بر سانتی‌متر مربع C گزارش می‌شود. مقادیر گزارش شده معمولاً بر اساس یک قسمتی از نمونه با مساحت ۱/۵ سانتی‌متر مربع است که مساحت پانچ استاندارد ارائه شده توسط سازنده می‌باشد. اگر مساحت مورد استفاده با مقدار وارد شده در فایل ocecpa.txt متفاوت است، نتیجه را در ۱/۵ ضرب کنید (یا مقدار در فایل ocecpa.txt و حاصل ضرب را بر مساحت واقعی آنالیز شده تقسیم نمایید تا نتیجه تصحیح شده مساحت بدست آید (یعنی: نتیجه گزارش شده $\times 1/5$ = مساحت واقعی = نتیجه اصلاح شده بر حسب میکروگرم بر سانتی‌متر مربع). از طرف دیگر، اگر مقدار واقعی مساحت در فایل جمع‌آوری داده (ocecpa. txt) وارد شود، نتایج صحیح با برنامه محاسبه داده به دست می‌آید، اما این رویکرد زمانی که از پانچ‌های نواحی مختلف برای یک مجموعه نمونه استفاده می‌شود، مستعد خطا است و نتایج برای همه اندازه‌های پانچ به دست نخواهد آمد.

محاسبات

۱۱. برای محاسبه جرم کل، بر حسب میکروگرم EC روی هر نمونه (WEC)، نتیجه EC گزارش شده (یا تصحیح شده) (میکروگرم بر سانتی‌متر مربع) را در سطح فیلتر، بر حسب سانتی‌متر مربع (معمولاً ۸/۵ سانتی‌متر مربع برای یک فیلتر ۳۷ میلی‌متری) ضرب کنید. همین کار را برای نمونه‌های شاهد انجام دهید و جرم موجود در نمونه‌های خالی (W_b) را محاسبه نمایید. جرم OC به طور مشابه محاسبه می‌شود، اما میانگین نمونه‌های شاهد میدانی برای OC ممکن است مقدار OC حاصل از بخار جذب شده را دست کم بگیرد. فیلتر کوارتز قرار داده شده در زیر فیلتر نمونه می‌تواند تخمین بهتری از OC جذب شده ارائه دهد [۱].

۱۲. محاسبه غلظت EC (C_{EC}) در حجم هوای نمونه برداری شده V (L) به شرح زیر خواهد بود:

$$C_{EC} (mg/m^3) = \frac{W_{EC} - W_b}{V}$$

ارزیابی روش

جزئیات ارزیابی این روش در راهنمای NIOSH مربوط به دیزل [۱] ارائه شده است. این فصل شامل خلاصه‌ای از مقایسه نتایج بین آزمایشگاهی است، که از زمان انتشار اولیه روش انجام شده است. اطلاعات پس زمینه و راهنمایی در مورد استفاده از روش و الزامات نمونه‌برداری، نیز ارائه شده است. در صنعت عمومی، کاست‌های ۳۷ میلی‌متری یا ۲۵ میلی‌متری معمولاً برای نمونه‌برداری از هوا مناسب هستند، اما استثناهایی وجود دارد. یک سیکلون سری با ایمپکتور دارای نقطه برش زیر میکرومتری، باید در معادن زغال‌سنگ استفاده شود، و اداره ایمنی و سلامت معدن (MSHA) استفاده از نمونه‌بردار سیکلون/ایمپکتور را در معادن فلزی و غیرفلزی توصیه کرده است [۳]. ایمکتور به صورت تجاری از طریق SKC, Inc در دسترس است. یک نمونه‌بردار با اندازه ذرات انتخابی (اعم از ایمپکتور و/یا سیکلون) ممکن است در سایر محیط‌های گرد و غباری [۱] نیز مورد نیاز باشد، به‌ویژه اگر گرد و غبار کربنی باشد. اگر نمونه‌ای حاوی کربنات باشد، کربن (CC) به عنوان OC تعیین خواهد شد. نتیجه کم کربنات را می‌توان از طریق اسیدی کردن بخش نمونه یا از طریق ادغام جداگانه پیک کربنات [۱] به دست آورد (نکته: ترونا و سایر ترکیبات حاوی سدیم می‌توانند دیواره کوره کوارتز را در طول آنالیز تخریب نمایند. از ریختن در کوره نمونه و آنالیز مکرر این مواد خودداری کنید). این روش‌ها در فصلی از این راهنما [۱] توضیح داده شده است. روش نوری-حرارتی برای گونه‌های کربن غیرفرار (یعنی ذرات OC، CC و EC) قابل استفاده است. این روش برای مواد فرار یا نیمه فرار که برای جمع‌آوری کارآمد نیاز به جاذب نیاز دارند، مناسب نیست.

منابع:

[1] NIOSH [2016]. Chapter DE: Monitoring of diesel particulate exhaust in the workplace. In: O'Connor PF, Ashley K, eds. NIOSH manual of analytical methods. 5th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 2014-151.

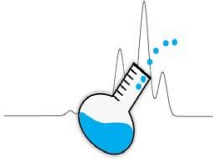
[2] Birch ME, Cary RA [1996]. Elemental carbon-based method for monitoring occupational exposures to particulate diesel exhaust. Aerosol Sci Tech 25:221-241.

[3] 66 Fed. Reg. 13 [2001]. Department of Labor, Mine Safety and Health Administration: Diesel particulate matter exposure of underground metal and nonmetal miners; final rule. (To be codified at 30 CFR Part 57).

نویسنده روش:

M. Eileen Birch, Ph.D., NIOSH

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	کربن سیاه CARBON BLACK	شماره روش: ۵۱۰۰، شماره ۱ تاریخ انتشار: ۳۰ آوریل ۲۰۱۵
CAS: ۱۳۳۳-۸۶-۴	RTECS: FF۵۸۰۰۰۰۰	فرمول شیمیایی: C وزن مولکولی: ۱۲/۰۱
اسامی مترادف: استیلن سیاه؛ کربن آمورف؛ کوره سیاه؛ لامپ مشکی ویژگی ها: جامد؛ ممکن است حاوی هیدروکربن های آروماتیک چند هسته ای (PAHs) باشد. نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز ۳/۵ mg/m³: OSHA ۳/۵ mg/m³: NIOSH (در حضور PAHs، برای PAHs سرطانزا ۰/۱ mg/m³ با بخش قابل استخراج سیکلوهگزان)		
سنجش روش سنجش: وزن سنجی ترکیبات آنالیت: کربن سیاه تعادل: حساسیت ۰/۰۰۱ میلی گرم؛ قبل و بعد از جمع آوری نمونه از همان تعادل استفاده کنید. کالیبراسیون: موسسه ملی استاندارد و فناوری (NIST)، وزنه های کلاس S-1.1 یا وزنه های کلاس ASTM1 محدوده کالیبراسیون: ۰/۲۵ mg تا ۵ به ازای هر نمونه حد تشخیص: ۰/۰۷۵ برای هر نمونه دقت کلی ($\bar{S}_r$): ۰/۰۳۱ در ۲ میلی گرم از نمونه [۵]	نمونه برداری نمونه بردار: کپسول داخلی (فیلتر PVC، ۳۷ میلی متری، ۲ تا ۵ میکرومتری که در محفظه PVC قرار گرفته است)، ۳۷ میلی متر در کاسکت دو تیکه ای دبی: ۱-۲ لیتر در دقیقه (معمول) حداقل حجم نمونه: ۷۵ لیتر/۳/۵ میلی گرم بر متر مکعب حداکثر حجم نمونه: ۱۴۰۰ لیتر/۳/۵ میلی گرم بر متر مکعب روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: ۲۸ روز نمونه های شاهد: حداقل ۲ نمونه برای هر نمونه برداری	
احتیاط های ویژه کربن سیاه حاوی هیدروکربن های آروماتیک چند هسته ای (سیکلوهگزان - مواد قابل استخراج) بیش از ۰/۱٪ وزنی (w/w) باید به عنوان یک سرطان زای مشکوک در نظر گرفته شوند [۳].	صحت گستره مطالعه: ۰/۱ تا ۰/۴ میکروگرم به ازای هر نمونه تورش: ۰/۰۵۸ [۵] دقت کلی: ۰/۰۵۹ صحت: ۱۵/۵ ±	
کاربرد محدوده کاری ۱/۵ تا ۲۵ میلی گرم بر متر مکعب برای نمونه هوای ۲۰۰ لیتری است. این روش برای تعیین "مواد محلول در سیکلوهگزان" [۳] قابل استفاده نیست. روش غیر اختصاصی می باشد. اطلاعات مربوط به سایر ذرات معلق، که ممکن است وجود داشته باشد، باید ارزیابی شود.		
مداخله گر ها رطوبت و الکتریسیته ساکن می توانند بر اندازه گیری های وزنی تأثیر بگذارند. کنترل رطوبت و به حداقل رساندن اثرات استاتیک در این روش مورد توجه قرار می گیرد. وجود ذرات معلق در هوا نمونه برداری شده، یک تداخل مثبت است زیرا این یک روش وزن سنجی است.		

روش های دیگر

این روش بر روش ۵۰۰۰، شماره ۲ [۶] ارجحیت دارد و مشابه روش ۰۵۰۱ برای "ذراتی که در جای دیگر طبقه بندی نشده اند" است [۸]. روش OSHA-PV2121 یک روش مشابه (برای نمونه برداری ذرات قابل استنشاق) را با استفاده از یک طرح نمونه بردار جایگزین توصیف می کند [۹].

تجهیزات

۱. نمونه بردار: کپسول داخلی، ۳۷ میلی متر PVC، غشای منافذ ۲ تا ۵ میکرومتر یا فیلتر آبریز معادل متصل به محفظه PVC و پد نگهدارنده در نگهدارنده فیلتر کاست ۲ تکه ۳۷ میلی متری.
- نکته: کاست ها باید به گونه ای ساخته شوند که از آب بندی کامل کپسول داخلی پس از جمع آوری نمونه اطمینان حاصل شود.
۲. پمپ نمونه بردار فردی، ۱ تا ۲ لیتر در دقیقه، با شیلنگ اتصال انعطاف پذیر
۳. میکروبالانس قادر به وزن ۰/۰۰۱ میلی گرم
۴. خنثی کننده استاتیک. به عنوان مثال، Po210؛ بیش از نه ماه پس از تاریخ تولید جایگزین شود.
۵. ابزاری برای جابجایی کپسول های داخلی، برای مثال، فورسپس (ترجیحا پلاستیکی)
۶. محفظه ای برای تعادل سازی (مثلاً 1 ± 20 درجه سانتیگراد و رطوبت نسبی $5 \pm 50\%$)

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری

۱. کپسول های فیلتر PVC را در یک منطقه توزین یا محفظه کنترل شده با محیط زیست، حداقل به مدت ۲۴ ساعت نگهداری نمایید تا متعادل شوند.
- نکته: یک محفظه که از نظر محیطی بایستی کنترل شده باشد، مطلوب است، اما ضروری نیست.
۲. پدهای پشتیبان را در قسمت های پایین کاست فیلتر قرار دهید.
۳. کپسول های فیلتر را در یک محل یا محفظه کنترل شده، وزن کنید. وزن خالص کپسول را برحسب میل گرم (W1) را یادداشت کنید.
- آ. قبل از هر وزن کردن ترازو را صفر کنید.
- ب. کپسول فیلتر را با پنس بردارید. آن را از روی منبع تابش آنتی استاتیک عبور دهید. اگر کپسول به راحتی از پنس جدا نمی شود و یا در صورتی که ظرف تعادل را جذب می کند، این مرحله را تکرار کنید. الکتریسیته ساکن می تواند باعث وزن فیلتر را اشتباه نشان دهد.
۴. کپسول های فیلتر را در کاست های فیلتر جمع کنید و محکم ببندید تا نشستی در اطراف کپسول داخلی ایجاد نشود. دهانه کاست فیلتر را ببندید. یک نوار چسب سلولزی در اطراف کاست فیلتر قرار دهید، اجازه دهید خشک شود و روی نوار کاست را با جوهر پاک نشدنی برچسب بزنید.

نمونه برداری

۵. پمپ نمونه برداری فردی را کالیبره کنید.
۶. با دبی ۱ تا ۲ لیتر در دقیقه، برای حجم کل نمونه ۷۵ تا ۱۴۰۰ لیتر نمونه برداری را انجام دهید. در جمع آوری نمونه با کپسول فیلتر از ۵ میلیگرم، گرد و غبار کل تجاوز نکنید. برای اطمینان از کیفیت در روش نمونه برداری، دو تا چهار نمونه تکراری برای هر ست از نمونه برداری فراهم نمایید.

آماده سازی نمونه

۷. گرد و غبار سطح خارجی کاست فیلتر را با یک دستمال کاغذی مرطوب پاک کنید، تا آلودگی به حداقل برسد. دستمال را دور بریزید.
۸. درب های بالا و پایین را از کاست فیلتر جدا کنید. حداقل ۲۴ ساعت در اتاق قرار دهید تا تعادل برقرار شود.

۹. با استفاده از پنس، کاست را باز کرده و کپسول داخلی را به آرامی خارج کنید، تا از ریختن گرد و غبار یا آسیب دیدن کپسول جلوگیری شود.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۱۰. قبل از اتمام توزین‌ها میکروبالانس را صفر کنید. برای توزین کپسول‌های فیلتر، قبل و بعد از جمع‌آوری نمونه، از همان میکروبالانس استفاده کنید. ترازو را با وزنه‌های کلاس S-1.1 موسسه ملی استاندارد و فناوری یا ASTM کلاس ۱ کالیبره کنید.

۱۱. نمونه‌های شاهد آزمایشگاهی، نمونه‌های QC اسپایک دار و نمونه‌های شاهد میدانی را با حداقل ۱ در ۲۰ نمونه میدانی آنالیز کنید. کپسول‌های داخلی مورد استفاده برای نمونه‌های QC باید از همان نوع تهیه شوند. نمونه‌های QC اسپایک دار، با ۰/۲۵ تا ۴ میلی گرم ماده در هر کپسول داخلی، بایستی با استفاده از مواد با وزن پایدار، مانند گرد و غبار جاده آریزونا آماده شوند [۱۰].

سنجش

۱۲. کپسول‌ها از جمله نمونه‌های شاهد را وزن کنید. وزن پس از نمونه‌برداری (W_2) را یادداشت کنید. هر چیزی قابل توجه در مورد یک کپسول (برای مثال، بارگذاری بیش از حد، نشت، رطوبت، پاره شدن و غیره) را ثبت نمایید.

محاسبات

۱۳. غلظت C (mg/m³) کربن سیاه در حجم هوای نمونه‌برداری شده V (L) را محاسبه کنید:

$$C_{EC}(mg/m^3) = \frac{(W_2 - W_1) - (B_2 - B_1)}{V} \times 10^3$$

W_1 : وزن خالص کپسول قبل از نمونه‌برداری (میلی گرم)

W_2 : وزن کپسول حاوی نمونه پس از نمونه‌برداری (میلی گرم)

B_1 : میانگین وزن کپسول‌های خالی (میلی گرم)

B_2 : میانگین وزن کپسول‌های خالی پس از نمونه‌برداری (میلی گرم)

ارزیابی روش

آزمایشات با استفاده از کپسول‌های داخلی شاهد و کپسول‌هایی با ۰/۱ تا ۴ میلی گرم NIST SRM 1648 (ماده ذرات شهری) از گرد و غبار جاده آریزونا (گرد و غبار تست پاک‌کننده هوا) انجام شد [۵]. ثبات وزن در طول ۲۸ روز برای هر دو کپسول شاهد و اسپایک دار تایید شد [۵]. آزمایشات مستقل بر روی نمونه‌های شاهد و صحرایی، پایداری وزن طولانی مدت و همچنین تخمین‌های عدم قطعیت نمونه‌برداری و آنالیز را تأیید کرده است [۵].

منابع:

- [1] CFR. 29 CFR Part 1910.1000. Code of Federal Regulations. Washington, DC: U.S. Government Printing Office, Office of the Federal Register.
- [2] NIOSH [2005]. NIOSH pocket guide to chemical hazards. Barsan ME, ed. Cincinnati OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health. DHHS (NIOSH) Publication no. 2005-149.
- [3] ACGIH [2013]. TLVs and BEIs based on the documentation of the Threshold Limit Values for chemical substances and physical agents and Biological Exposure Indices. Cincinnati, Ohio:

American Conference of Governmental Industrial Hygienists. [www.acgih.org]. [Date accessed: February, 2015.]

[4] Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung [2014]. GESTISDatabase on hazardous substances. (German Social Accident Insurance). Sankt Augustin, Germany: IFA. <https://www.dguv.de/ifa/index-2.jsp> [Date accessed: February, 2015.]

NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fifth Edition CARBON BLACK: METHOD 5100, Issue 1, dated 30 April 2015 - Page 4 of 4

[5] NIOSH [2014]. Backup Data Report-NIOSH 0501 and 5100. By O'Connor SP, O'Connor PF, Feng HA, Ashley K. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health. [http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/bud/1453_bud.pdf].

[6] NIOSH [1994]. Carbon black: Method 5000. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].

[7] NIOSH [1994]. Particulates not otherwise regulated, total: Method 0500. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].

[8] NIOSH [2015]. Particulates not otherwise regulated, total: Method 0501. In: Ashley KE, O'Connor PF, eds. NIOSH manual of analytical methods. 5th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 2014-151. [www.cdc.gov/niosh/nmam/].

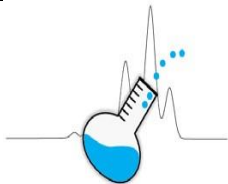
[9] OSHA [2003]. Gravimetric determination: PV2121. In: Monitoring methods used by OSHA. Salt Lake City, UT: U.S. Department of Labor, Occupational Safety and Health Administration. [<https://www.osha.gov/dts/sltc/methods/partial/pv2121/pv2121.html>] (Date accessed: February, 2015).

[10] O'Connor S, O'Connor PF, Feng HA, Ashley K [2014]. Gravimetric analysis of particulate matter using air samplers housing internal filtration capsules. *Gefahrstoffe Reinh Luft* 75:403-410.

نویسنده روش:

Kevin Ashley, Ph.D., NIOSH/DART

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

		شماره روش: ۵۵۰۴ تاریخ انتشار: ۴ فوریه ۲۰۱۶
ترکیبات آلی قلع ORGANOTIN COMPOUNDS (as Sn)		
CAS: ۱ جدول	RTECS: ۱ جدول	فرمول شیمیایی: جدول ۱ وزن مولکولی: جدول ۱
اسامی مترادف: جدول ۱ ویژگی ها: جدول ۱ نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: ۰/۱ mg/m³ NIOSH: ۰/۱ mg/m³ (پوستی)		
سنجش روش سنجش: HPLC / جذب اتمی، کوره گرافیتی ترکیبات آنالیت: قلع واجذب: ۱۰ میلی لیتر ۰/۱٪ استیک اسید/H₃CN، التراسونیک ۳۰ دقیقه جداسازی: HPLC (C18 یا ستون تبادل کاتیونی) کوره گرافیتی: خشک کردن ۳۰ ثانیه در ۸۰ °C، اتمیزه کردن ۵ ثانیه در دمای ۲۷۵۰ °C (حالت قطع گاز) توزیع: ۲۰ میکرولیتر طول موج: ۳۸۶/۳ نانومتر کالیبراسیون: محلول های استاندارد ترکیبات آلی قلع در اسید استیک (H₃CN) محدوده کالیبراسیون: ۵ تا ۵۰ میکروگرم در هر نمونه [1] حد تشخیص: ۱ میکروگرم قلع در هر نمونه [1] دقت نمونه بردار: ۰/۰۸-۰/۰۷	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر الیاف شیشه ای + جاذب XAD-2، (قسمت جلویی ۸۰ mg، قسمت عقبی ۴۰ mg) دبی: ۱-۱/۵ لیتر در دقیقه حداقل حجم نمونه: ۵۰ لیتر حداکثر حجم نمونه: ۵۰۰ لیتر روش انتقال نمونه: در یخ خشک پایداری نمونه: ۷ روز در دمای ۰ درجه سانتی گراد [۱] نمونه های شاهد: ۲-۱۰ نمونه در هر نمونه برداری	
احتیاط های ویژه ندارد.	صحت گستره مطالعه: ۰/۰۷ تا ۰/۲ میلی گرم بر متر مکعب [۱] (۳۰۰ لیتر نمونه) تورش: به قسمت ارزیابی متد مراجعه کنید. دقت کلی: ۰/۰۷-۰/۱ [۱] صحت: به قسمت ارزیابی مراجعه کنید.	

کاربرد

محدوده کاری برای نمونه هوای ۳۰۰ لیتری، ۰/۰۰۱۵ تا mg/m^3 (بصورت قلع) می‌باشد. این روش با استفاده از TBTC، TeBT و TCHH به عنوان جانشینی برای مهم‌ترین گروه ترکیبات آلی قلع اعتبارسنجی شده است [1]. اگر جداسازی ترکیبات آلی قلع مورد نیاز نباشد و در صورت عدم وجود ترکیبات معدنی قلع، جداسازی توسط HPLC ممکن است حذف شود. برای جلوگیری از تلفات TeBT و سایر ترکیبات آلی فرار قلع، احتیاطات ویژه‌ای لحاظ کنید.

مداخله‌گرها

ترکیبات آلی قلع که در کروماتوگرافی جدا نشده‌اند، متقابلاً تداخل خواهند داشت. سایر ترکیبات با زمان ماندگاری مشابه، در صورتی که حاوی قلع نباشند، تداخلی ایجاد نمی‌کنند.

روش‌های دیگر

این روش جایگزین روش‌های رنگ سنجی می‌باشد [۲].

تجهیزات	مواد شیمیایی مصرفی
۱. نمونه‌بردار: فیلتر الیاف شیشه‌ای (فایبرگلس) ۳۷ میلی متری در فیلتر هولدر، به همراه لوله جاذب XAD-2، ۸۰ میلی گرم در قسمت جلویی / ۴۰ میلی گرم در بخش پشتی که توسط پشم شیشه از هم جدا شده‌اند.	۱. استات زیرکونیوم اکسید
۲. پمپ نمونه‌بردار فردی با دبی ۱-۱/۵ لیتر در دقیقه به همراه لوله رابط قابل انعطاف	۲. آمونیوم استات
۳. ظرف نمونه همراه با یخ خشک (کولد باکس)	۳. دی آمونیوم سیترات
۴. دستگاه کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC)، با سیستم تزریق خودکار (شکل ۱)، با قابلیت حلالت دوجزئی، قابلیت گردان حلال و ستون‌ها	۴. استونیتریل
الف. ترکیبات آلی قلع (غیر تترا): ستون تبادل یونی کاتیونی	۵. آب دیونیزه
ب. ترکیبات آلی قلع (غیر تترا): ستون C18	۶. اسید استیک، گلاسیال
۵. اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS) دارای خروجی متناسب با واحدهای جذب، لوازم جانبی کوره گرافیتی (پیرولیتیک با پوشش Zr، بستر پوشش داده شده با L'vov ممکن است مورد نیاز باشد)، سیستم تزریق اتوماتیک نمونه به همراه رک لوله آزمایش متحرک یا چرخشی (شکل ۱)، سمپلر اتوماتیک برای تزریق دقیق نمونه‌های ۲۰ میکرولیتری به کوره گرافیت، دارای قابلیت تصحیح پس زمینه (مانند لامپ D2 یا H2)، لامپ تخلیه بدون الکتروود قلع یا لامپ کاتد توخالی	۷. متانول
	۸. اسید استیک، ۰/۱٪ (حجمی/حجمی) در استونیتریل
	۹. محلول بافر استات ۷۰٪ (حجمی/حجمی) متانول، ۲۷٪ آب دیونیزه، ۳٪ استات آمونیوم آبدار ۱ مولار
	۱۰. محلول بافر سیترات ۷۰٪ (حجمی/حجمی) متانول، ۲۶/۸٪ آب دیونیزه، ۳٪ سیترات دی آمونیوم آبدار ۱ مولار در ۰/۲٪ (حجمی/حجمی) اسید استیک گلاسیال.
	۱۱. محلول‌های استاندارد ترکیبات آلی قلع، ۱۰۰۰ میکروگرم در میلی لیتر (قلع) تهیه شده از ترکیبات آلی قلع خالص در ۰/۱٪ (حجمی/حجمی) اسید استیک در استونیتریل.
	۱۲. محلول استاندارد مادر، ۱۰ میکروگرم در میلی لیتر قلع. محلول استاندارد از ترکیبات آلی قلع تهیه کنید. با استفاده از پیپت، ۰/۱ میلی لیتر از هر محلول استاندارد را در یک بالن حجمی ۱۰

۶. حمام اولتراسونیک	میلی لیتری بریزید و با اسید استیک ۱/۰٪ (حجمی/حجمی) در استونیتریل رقیق نمایید. محلول را بصورت روزانه تهیه کنید.
۷. بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	
۸. سرنگ ۲۰ میکرولیتری، قابل خواندن تا ۰/۵ میکرولیتر	
۹. بشر فیلیپس، ۱۲۵ میلی لیتری	
۱۰. پیپت، ۵ و ۱۰ میلی لیتری و پیپت ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری	
۱۱. فر یا کوره مافلی ۲۰۰ درجه سانتی گراد	
۱۲. فیلم پلاستیکی	

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری: -

نمونه برداری

۱. پمپ نمونه بردار فردی را در مدار کالبراسیون قرار داده، کالیبره نمایید.
 ۲. انتهای لوله جاذب را قبل از نمونه برداری شکسته و با یک لوله کوتاه به فیلتر وصل نموده و نمونه بردار را بوسیله لوله های انعطاف پذیر به پمپ نمونه بردار فردی وصل نمایید.
 ۳. نمونه برداری را با دبی مشخص بین ۱ تا ۱/۵ لیتر در دقیقه برای عبور حجم هوای ۵۰ تا ۵۰۰ لیتر انجام دهید.
 ۴. نمونه بردار را با درپوش ببندید. برای انتقال نمونه در یخ خشک بصورت ایمن بسته بندی نمایید.
- توجه:** کاست نگهدارنده فیلتر و لوله جاذب باید بصورت متصل باقی بمانند. نمونه ها را در دمای کمتر از ۰ درجه سانتی گراد نگهداری کنید. حداکثر ظرف مدت هفت روز پس از جمع آوری آنالیز کنید.

آماده سازی نمونه

۱. کاست نگهدارنده فیلتر را باز کنید. با استفاده از پنس فیلتر را با دقت به یک بشر ۱۲۵ میلی لیتری منتقل کنید.
۲. بخش جلویی جاذب و پشم شیشه جلو را در بشر دوم قرار دهید. بخش پشتی جاذب و پشم شیشه باقی مانده را در سومین بشر قرار دهید.
۳. با استفاده از پیپت، ۱۰ میلی لیتر استونیتریل و ۱۰ میکرولیتر اسید استیک را در هریک از بشرها بریزید و با فیلم پلاستیکی بپوشانید.
۴. بشرها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

کالبراسیون و کنترل کیفی

۱. روزانه با حداقل شش استاندارد کاری، کالبراسیون را انجام دهید.
- الف. مقدار مشخصی از محلول استاندارد را به ۱/۰٪ (v/v) اسید استیک در استونیتریل موجود در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری اضافه و رقیق کنید. در صورت نیاز از محلول های با رقت های پیاپی برای به دست آوردن غلظت هر ترکیب آلی در محدوده ۰/۱ تا ۵ میکروگرم در میلی لیتر (قلع) استفاده کنید.
- ب. محلول فوق را با نمونه های اصلی و شاهد (طبق مراحل ۱۲ تا ۱۵) آنالیز کنید.
- ج. نمودارهای کالبراسیون را برای هر یک از ترکیبات آلی قلع رسم کنید (ارتفاع پیک در مقابل میکروگرم قلع).
۲. راندمان جداسازی و بازیافت (R) را در گستره کالبراسیون تعیین نمایید. سه لوله نمونه بردار برای هر سه غلظت انتخابی به همراه سه نمونه شاهد آماده کنید.

الف. بخش پشتی جاذب نمونه شاهد را بردارید و دور بریزید.

ب. با استفاده از سرنگ میکرولیتری، مقدار مشخصی (۲ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استاندارد را مستقیماً بر روی بخش جلویی جاذب و مقداری جداگانه بر روی فیلتر تزریق کنید.

ج. درپوش نمونه بردار را گذاشته و آن را به مدت یک شب نگهداری نمایید.

د. محلول‌های فوق را (طبق مرحله ۵ تا ۸) استخراج نموده و به همراه محلول‌های استانداردهای کاربردی (طبق مرحله ۱۲ تا ۱۵) مورد آنالیز قرار دهید.

۳. برای هر ترکیب آلی قلع، منحنی راندمان جداسازی (R) در مقابل میکروگرم قلع بازیابی شده را رسم کنید.

۴. برای اطمینان از اینکه منحنی‌های کالیبراسیون و منحنی‌های راندمان جذب تحت کنترل هستند، سه نمونه اسپایک نامعلوم، برای کنترل کیفیت و سه نمونه اسپایک آنالیز را آنالیز نمایید.

سنجش

۱. دستگاه جذب اتمی و کوره گرافیتی را مطابق با توصیه‌های شرکت سازنده و شرایط ارائه شده راه اندازی کنید.

۲. چرخه تزریق / خشک کردن / اتمیزه کردن نمونه را طوری تنظیم کنید که دقیقاً هر ۶۰ ثانیه یک بار اتفاق بیفتد.

۳. HPLC را طبق توصیه‌های سازنده و شرایط زیر تنظیم کنید.

الف. برای ترکیبات آلی قلع (غیر تترا):

- ستون: تبادیل کاتیونی قوی (EQUIPMENT, 4a)

- ستون را با ۵۰ تا ۶۰ میلی لیتر بافر استات، قبل از تزریق نمونه شستشو دهید.

- دبی شوینده: ۲ میلی لیتر در دقیقه

- گرادیان شوینده:

زمان (دقیقه)	بافر استات %	بافر سترات %
۰-۱۵	۱۰۰	۰
۱۵-۱۸	۱۰۰-۰	۰-۱۰۰
۱۸-۴۰	۰	۱۰۰

- پس از تکمیل کروماتوگرام، سیستم HPLC را با پمپاژ بافر استات درون ستون به مدت ۱۵ دقیقه مجدداً در شرایط اولیه متعادل کنید.

- نمونه ۱۰۰ میکرولیتری را تزریق کنید.

ب. برای ترکیبات آلی قلع (تترا):

- ستون: C18

- قبل از تزریق نمونه، ستون را با ۵۰ تا ۶۰ میلی لیتر استونیتریل ۱۰۰٪ شستشو دهید.

- دبی شوینده: ۲ میلی لیتر در دقیقه، ایزوکراتیک، استونیتریل ۱۰۰٪.

- مقدار ۱۰۰ میکرولیتر از محلول نمونه را تزریق کنید.

- شوینده HPLC را به میزان (۲ میلی لیتر) در دقیقه، در نمونه بردار اتوماتیک دستگاه جذب اتمی جمع آوری کنید (شکل ۱).

نکته: در این سیستم، خروجی ستون مستقیماً به یکی از ظروف نمونه وارد می‌شود. پس از ۱ دقیقه، نگهدارنده نمونه می‌چرخد و نمونه شسته شده در موقعیتی قرار می‌گیرد که برای اندازه‌گیری دستگاه جذب اتمی نمونه‌برداری شود. دستگاه تزریق کوره، بخشی از نمونه را خارج کرده و در حالی که نمونه بعدی در حال شستشو و جمع‌آوری است در کوره قرار داده می‌شود.

۴. کل سطح پیک AAS را برای هر ترکیب آلی قلع اندازه‌گیری کنید.

نکته ۱: خروجی ثبت شده شامل پیک‌های جذب اتمی خواهد بود که اگر بالاترین نقاط توسط یک خط به هم متصل شوند، یک پیک کروماتوگرافی برای هر ترکیب آلی قلع تشکیل می‌دهند. جذب کل برای یک گونه را با مجموع جذب پیک‌های جذب اتمی مربوطه تعیین کنید.

نکته ۲: ویژگی‌های لوله‌گرافیتی می‌تواند نتایج را به شدت تحت تأثیر قرار دهد. به پاسخ استانداردها دقت کنید و در صورت بروز نتایج نامنظم و نواحی پیک غیرقابل تکرار، لوله‌گرافیتی را تعویض کنید.

محاسبات

۱. مقدار جرم، بر حسب میکروگرم قلع (تصحیح شده برای راندمان واجذب (R)) را برای هر ترکیب آلی قلع موجود در فیلتر (W) و بخش جلوی جاذب (Wf) و بخش پشتی جاذب (Wb) و بر روی بستر نمونه‌های شاهد فیلتر (B) و بخش جلویی نمونه‌های شاهد (Bf) و بخش پشتی نمونه‌های شاهد (Bb)، توسط منحنی‌های کالیبراسیون محاسبه کنید.

۲. غلظت (C) هر یک از ترکیبات آلی قلع را بر حسب (mg/m^3) در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم هوای نمونه‌برداری شده (V) محاسبه کنید:

$$C = \frac{W - B + W_f + W_b - B_f - B_b}{V}, \text{mg/m}^3$$

توجه: Wf و Wb شامل هر آنالیتی است که ابتدا بر روی فیلتر به صورت ذرات جمع‌آوری شده، سپس در طول نمونه‌برداری یا نگهداری تبخیر می‌شود.

ارزیابی روش

این روش با تترابوتیل قلع (TeBT)، کلرید تری بوتیل قلع (TBTC)، هیدروکسید تری سیکلوهاگزیل قلع (TCHH) و بیس دی بوتیل قلع (ایزواکتیل مرکاپتواسات) (BulOMA) اعتبارسنجی شد [1]. محدوده کاری، محدوده اعتبارسنجی، و محدوده کاری خطی تخمینی (قلع) برای نمونه‌های هوای ۳۰۰ لیتری از ترکیبات آلی قلع در دمای 20°C و فشار ۷۵۶ میلی‌متر جیوه، در زیر نشان داده شده است.

نوع ماده	محدوده اعتبارسنجی (mg/m^3)	محدوده کاری تخمینی خطی (mg/m^3)	محدوده کاری تخمینی خطی ($\mu\text{g/mL}$)	دقت اندازه‌گیری (%)	تورش (%)	دقت کلی (%)	صحت
TeBT	۰/۰۲۷ - ۰/۱۱۲	۰/۰۲ - ۰/۱۷	۵ - ۰/۰۵	۸/۱	+۱/۸	۱۰	۲۱/۴
TBTC	۰/۰۴۲ - ۰/۱۹۱	۰/۰۱ - ۰/۳۴	۱۰ - ۰/۳	۵/۹	۰۶/۷	۹/۹	۲۶/۱
TCHH	۰/۰۷۱ - ۰/۲۱۸	۰/۰۱ - ۰/۳۴	۰/۳ - ۱۰	۶/۹	۰۲/۳	۷/۱	۱۶/۲
BulOMa	۰/۰۷ - ۰/۲۲	۰/۰۱ - ۰/۳۴	۰/۳ - ۱۰	۷/۷	۰۱/۲	۷/۴	۱۵/۷

این روش‌ها با استفاده از ستون تبادل کاتیونی قوی 10-Partisil و یک کیت پیش ستون Solvecon (Whatman, Inc.) برای آنالیز ترکیبات آلی قلع (غیر تترا) توسعه داده شدند. برای ترکیبات آلی قلع (تترا)، از ستون LiChrosorb RP-18 HPLC (Whatman, Inc.) استفاده شد.

منابع:

[1] Gutknecht WF, Grohse PM, Homzak CA, Tronzo C, Ranade MH, and Damle A [1982]. Development of a method for the sampling and analysis of organotin compounds. Research Triangle Park, NC: Research Triangle Institute. NIOSH contract no. 210-80-0066. Available as order no. PB83-180737 from NTIS.

[2] NIOSH [1976]. NIOSH criteria for a recommended standard: occupational exposure to organotin compounds. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-115.

نویسنده روش:

Eugene R. Kennedy, Ph.D., NIOSH

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

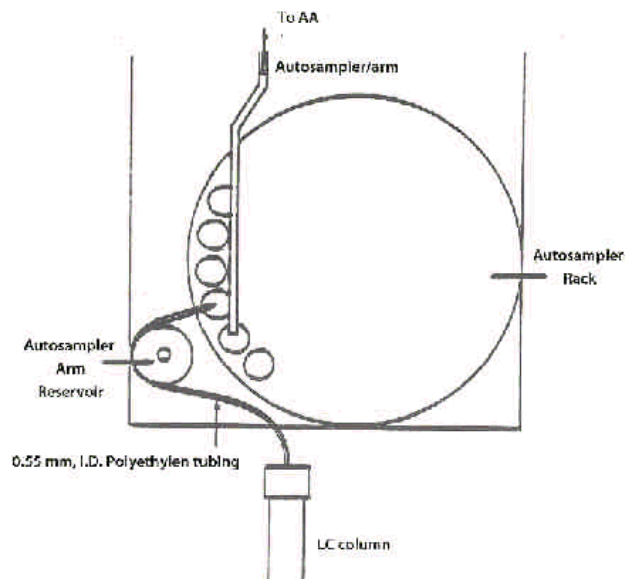
ضمیمه: آماده سازی بستر و لوله کوره گرافیتی پوشش داده شده با زیر کونیوم (Zr)

کوتینگ زیر کونیوم: بسترها و لوله‌های گرافیتی پیرولیتیک را به مدت یک شب در محلول اکسید زیر کونیوم استات ۴/۵٪ (وزنی / حجمی) غوطه‌ور کنید. سپس به مدت ۲ ساعت در دمای ۲۰۰ درجه سانتیگراد در کوره مافلی خشک کنید.

لوله‌های کوره گرافیتی با پوشش زیر کونیوم پیرولیتیک برای اندازه‌گیری تمام ترکیبات آلی قلع قابل قبول هستند. با این حال، یک بستر گرافیت پوشش داده شده با زیر کونیوم پیرولیتیک (برای مثال، پلت فرم L'VOV) برای دقت بهتر در سطوح پایین و بهبود پاسخ متمایز شدن برای گونه‌های فرار مانند TeBT توصیه می‌شوند. بسترها را می‌توان به صورت تجاری خریداری نمود یا از لوله‌های گرافیت پیرولیتی، همانطور که در شکل ۲ نشان داده شده است، تهیه کرد. در هنگام قرار دادن بستر در لوله (شکل ۳) و هنگام تنظیم بصری باید دقت ویژه‌ای داشت.

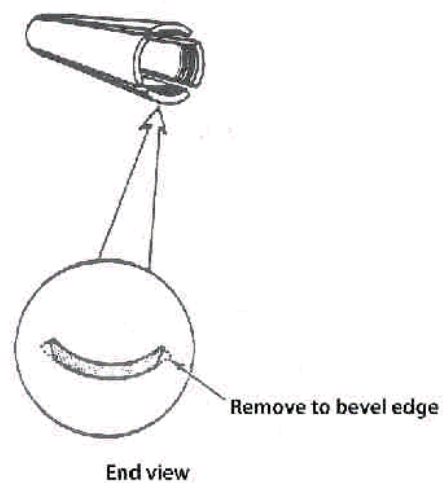
جدول ۱. فرمول‌ها و خصوصیات فیزیکی

ترکیب / RTECS	فرمول	وزن مولکولی (MW)	قلع %	واژه‌های مترادف
بیس دی بوتیل قلع (ایزواکتیل مرکاپتواسلت) WH6719000	$C_{28}H_{56}O_4S_2Sn$	۶۳۹,۵۷	۱۸,۶	BulOMA; CAS #25168-24-5
تترا بوتیل قلع WH8605000	$C_{16}H_{36}Sn$	۳۴۷,۱۶	۳۴,۲	Stannane, tetrabutyl-; TeBT; CAS #1461-25-2
کلرید تری بوتیل قلع WH6820000	$C_{12}H_{27}ClSn$	۳۲۵,۴۹	۳۶,۵	Stannane, chlorotributyl-; TBTC; CAS #1461-22-9
تری سیکلوهگزیل قلع هیدروکسید WH8750000	$C_{18}H_{34}OSn$	۳۸۵,۱۶	۳۰,۸	Stannane, tricyclohexylhydroxy-; TCHH; CAS #13121-70-5



شکل ۱: سیستم اتصال HPLC/AAS

Sectional Pyrolytically-Coated Graonite Tube



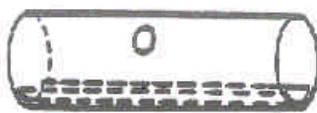
شکل ۲: ساخت بستر آزمایشگاهی



Graphite furnace tube with commercial platform



Graphite furnace tube with laboratory made platform



Long laboratory made platform

End Views of Platforms

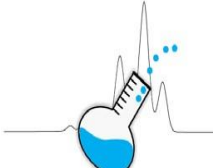


Commerical



Laboratory Made

شکل ۳: قرار دادن سکوه‌های گرافیتی تجاری و آزمایشگاهی L'VOV در لوله‌های کوره

	بنزیدین و ۳،۳-دی متیل بنزیدین 3,3'- DICHLOROBENZIDINE	شماره روش: ۵۵۰۹ تاریخ انتشار: ۲۹ فوریه ۲۰۱۶
CAS: ۹۲-۸۷-۵ (۱) ۹۱-۹۴-۱ (۲) RTECS: (۱) DC9625000 (۲) DD0525000		فرمول شیمیایی: (C₆H₄NH₂)₂ (۱) (C₆H₃ClNH₂)₂ (۲) وزن مولکولی: ۱۸۴/۲۳ (۱) ۲۵۳/۱۳ (۲)
اسامی مترادف: (۱) [۱، ۱- بی فنیل]-۴،۴- دی آمین؛ p- دی آمینو دی فنیل (۲) ۳،۳- دی کلرو [۱، ۱- بی فنیل]-۴،۴- دی آمین ویژگی ها: (۱) جامد، نقطه‌ی ذوب ۱۲۷°C، نقطه جوش ۴۰۰°C (۲) جامد، نقطه ذوب ۱۳۲°C نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: کمترین مقدار، سرطانزا (29 CFR 1910.1010) NIOSH: کمترین مقدار، سرطانزا (29 CFR 1910.1010)		
سنجش روش سنجش: HPLC، با آشکارساز UV ترکیبات آنالیت: بنزیدین یا ۳،۳- دی کلروبنزیدین استخراج: ۵/۰ میلی لیتر تری متیل آمین ۰/۱۷٪ (حجمی/حجمی) در متانول ؛ زمان ماند: ۶۰ دقیقه حجم تزریق: (۱) ۱۰ میکرولیتر (۲) ۱۵ میکرولیتر فاز متحرک: (۱) ۶۰٪ متانول / ۴۰٪ آب (۲) ۷۰٪ استونیتریل / ۳۰٪ آب دبی: ۱/۵ لیتر در دقیقه در دمای محیط ستون: C18 (USP)، ابعاد ۴ میلی متر و طول ۳۰ سانتی متر، سایز ذرات ۱۰ میکرومتر آشکار ساز: UV، در طول موج ۲۵۴ نانومتر کالیبراسیون: محلول آنالیت (ها) در شوینده محدوده کالیبراسیون: ۰/۲ تا ۷ میکروگرم در هر نمونه حد تشخیص: ۰/۵ میکروگرم در هر نمونه [۱] دقت نمونه بردار: ۰/۷ ≥ [۱]	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر الیاف شیشه‌ای ۱۳ میلی متری دبی: ۰/۲ لیتر در دقیقه حداقل حجم نمونه: ۲۰ لیتر / ۱۰ میکروگرم در مترمکعب حداکثر حجم نمونه: ۱۰۰ لیتر روش انتقال نمونه: نمونه های بنزیدین در یخ خشک حمل شود. پایداری نمونه: (۱) ۱۱ روز در دمای ۱۵°C [۱] (۲) ۱۲ روز در دمای ۲۳°C [۱] نمونه های شاهد: ۲- ۱۰ نمونه در هر نمونه برداری	

احتیاط‌های ویژه	صحت
بنزیدین یک سرطان‌زای شناخته شده برای انسان است و می‌تواند از طریق پوست جذب شود [۴،۵،۶]. ۳،۳-دی کلروبنزیدین یک ماده سرطان‌زا است [۴،۶]. اقدامات احتیاطی مناسب را برای جلوگیری از آلودگی‌های فردی و محیطی انجام دهید.	گستره مطالعه: (۱) ۲۱ تا ۶۳ میکروگرم بر متر مکعب [۱] (۲) ۲۰ تا ۱۳۰ میکروگرم بر مترمکعب [۱] تورش: (۱) ۳٪ (۲) ۴٪ دقت کلی: ۰/۰۷ [۱] صحت: (۱) ۱۳/۷ ± (۲) ۱۵/۲ ±

کاربرد

گستره کاری برای نمونه هوای ۵۰ لیتری از بنزیدین و ۳،۳-دی کلروبنزیدین، ۲۰۰ میکروگرم بر مترمکعب است. بنزیدین سولفات و دی‌هیدروکلراید ۳،۳-دی کلروبنزیدین، جمع‌آوری و طی آماده‌سازی نمونه به ترتیب به بنزیدین و ۳،۳-دی کلروبنزیدین تبدیل می‌شوند.

مداخله‌گرها

آنیلین در تعیین بنزیدین تداخل ایجاد می‌کند، اما ممکن است این تداخل برطرف شود [۲]. ۴،۴-بیس متیلن (۲-کلروآنیلین) در تعیین ۳،۳-دی کلروبنزیدین ایجاد تداخل می‌کند [۱]. برخی از ترکیباتی که ایجاد تداخل نمی‌کنند در ادامه این روش ذکر شده‌اند [۱،۲].

روش‌های دیگر

این یک روش ترکیب است و جایگزین برای روش‌های P&CAM 243 و P&CAM 246 می‌باشد [۳].

تجهیزات	مواد شیمیایی مصرفی
۱. نمونه‌بردار: فیلترالیاف شیشه‌ای (فایبرگلس) ۱۳ میلی متری نوع AE در کاست نگهدارنده ۲. پمپ نمونه بردار فردی با دبی ۰/۲ لیتر در دقیقه به همراه شیلنگ قابل انعطاف ۳. HPLC، مجهز به آشکارساز UV، یکپارچه‌ساز و ستون ۴. لوله‌های آزمایش ۱ میلی لیتری با درپوش پلی اتیلنی ۵. ۵ عدد سرنگ شیشه‌ای ۱۰ و ۲۵ میکرولیتری، قابل خوانش تا ۰/۱ میکرولیتر ۶. پیپت، ۰/۵ و ۵ میلی لیتری، درجه بندی شده در ۰/۱ میلی لیتر ۷. بالن ژوژه ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری ۸. سانتریفیوژ ۹. شیکر لوله‌آزمایش، نوع ورتکس بشر فیلیپس، ۱۲۵ میلی لیتری	۱. متانول ۲. استونیتریل ۳. تری‌اتیل‌آمین ۴. آب مقطر، آب دیونیزه ۵. بنزیدین ۶. ۳،۳-دی کلروبنزیدین ۷. شوینده: ۰/۱۷٪ (حجمی/حجمی) از تری‌اتیل‌آمین در متانول. ۸. ۱۷۰ میکرولیتر تری‌اتیل‌آمین را با ۱۰۰ میلی لیتر متانول رقیق کنید. ۹. محلول کالیبراسیون استوک ۰/۵ میکروگرم در میکرولیتر. ۵۰ میلی گرم آنالیت را در ۱۰۰ میلی لیتر شوینده حل کنید. ۱۰. باز یافت محلول استوک (R)، ۰/۵ میکروگرم در میکرولیتر. ۵۰ میلی گرم آنالیت را در ۱۰۰ میلی لیتر متانول حل کنید. * به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.

آماده‌سازی کپسول‌های داخلی قبل از نمونه برداری

نمونه برداری

۱. پمپ نمونه بردار فردی را با حضور وسیله نمونه‌بردار در مدار کالیبراسیون، کالیبره نمایید.
۲. نمونه برداری را با دبی دقیق ۰/۲ لیتر در دقیقه، برای حجم کل نمونه ۲۰ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

۳. درب نمونه‌ها را با درپوش ببندید.

۴. در صورت وجود بنزیدین، نمونه‌ها را در دمای ۱۵- درجه سانتیگراد نگهداری و حمل کنید.
توجه: در صورتی که فقط ۳،۳-دی کلروبنزیدین موجود باشد، نمونه‌ها را می‌توان در دمای اتاق نگهداری کرد.

آماده‌سازی نمونه

۵. فیلتر الیاف شیشه‌ای (فایبرگلاس) را در یک لوله آزمایش قرار دهید.
۶. به هر لوله آزمایش ۵/۰ میلی لیتر شوینده اضافه کنید. درب هر لوله آزمایش را ببندید و توسط شیکر تکان دهید.
۷. اجازه دهید نمونه‌ها به مدت ۱ ساعت در حالت تکان دادن متناوب باقی بمانند.
۸. هر نمونه را به مدت ۱۰ دقیقه سانتریفیوژ نمایید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۹. کالیبراسیون را روزانه با حداقل شش استاندارد کاری در محدوده ۰/۰۵ تا ۷ میکروگرم آنالیت در هر نمونه انجام دهید.
- الف. مقدار کمی از محلول استوک را جهت کالیبراسیون با سرنگ میکرولیتری به شوینده موجود در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری اضافه کنید و به حجم برسانید.
- ب. نمونه‌های اصلی و شاهد را آنالیز کنید (مراحل ۱۲ تا ۱۴).
- پ. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در مقابل میکروگرم آنالیت).
۱۰. راندمان جداسازی (R) را حداقل یک بار در سال برای تعدادی از فیلترها انجام دهید. چهار فیلتر در هر یک از پنج سطح، به اضافه سه فیلتر شاهد را آماده کنید.
- الف. فیلترهای نمونه را در لوله‌های آزمایش جداگانه قرار دهید.
- ب. مقداری از محلول استوک یا رقیق شده آن در متانول را مستقیماً به فیلتر تزریق کنید.
- پ. لوله‌های آزمایش را ببندید. اجازه دهید به مدت یک شب بماند.
- ت. آماده سازی نمونه را طبق مراحل ۵-۸ و آنالیز را مطابق با مراحل ۱۲-۱۴ انجام دهید.
- ث. نمودار R را برای هر فیلتر در مقابل میکروگرم آنالیت باز یافت شده رسم کنید.
۱۱. برای اطمینان از اینکه منحنی‌های کالیبراسیون و منحنی‌های راندمان جذب تحت کنترل هستند، سه نمونه اسپایک نامعلوم، برای کنترل کیفیت و سه نمونه اسپایک آنالیز را آنالیز نمایید.

سنجش

۱۲. دستگاه کروماتوگرافی را مطابق شرایطی که برای آنالیت مورد نظر ارائه شده است، تنظیم کنید.
- نکته ۱:** اگر آنیلین وجود دارد، از ستون C18 استفاده کنید و مراحل موجود در منبع ذکر شده [۲] را دنبال نمایید.
- نکته ۲:** ترکیبات زیر در تعیین هیچ کدام از ترکیبات تداخلی ایجاد نمی‌کنند: ۰-، p-، m-کلروآمین؛ ۴،۴-دی متیل دی آنیلین و ۱،۸-نفتیل آمین. ۲-کلرو-۴-متیل آنیلین؛ ۳،۳-دی کلرو بنزیدین؛ ۴،۴-بیس متیل (۲-کلروآنیلین)؛ هیدرازو بنزن؛ و ۲،۱- و ۴،۱- نفتوکینون در تعیین بنزیدین تداخلی ایجاد نمی‌کنند. بنزیدین، آنیلین، n-متیل آنیلین، ۲-تولویدین و ۳،۳-دی متیل بنزیدین در تعیین ۳،۳-دی کلروبنزیدین دخالتی ندارند [۱].
۱۳. مقدار کمی از نمونه را تزریق کنید.
۱۴. مساحت پیک را اندازه‌گیری کنید.

محاسبات

۱. مقدار جرم بر حسب μg آنالیت (تصحیح شده برای راندمان و جذب R) موجود در فیلتر نمونه (W)، و جرم آنالیت موجود در فیلتر شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

۲. غلظت آنالیت (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) برحسب لیتر محاسبه نمایید.

$$C(mg/m^3) = \frac{W - B}{V} \times 10^3$$

ارزیابی روش

این روش برای بنزیدین در محدوده ۲۱ تا ۶۳ میکروگرم بر مترمکعب و برای ۳،۳-دی کلروبنزیدین در محدوده ۲۰ تا ۱۳۰ میکروگرم بر متر مکعب ارزیابی شد. اتمسفر تولید شده برای هر دو ترکیب در دمای ۳۰°C و رطوبت نسبی ۸۰٪ بود. دبی نمونه برداری ۰/۸ لیتر در دقیقه بود. دقت کلی ادغام شده برای ۲۹ نمونه بنزیدین ۰/۰۷ و برای ۲۸ نمونه ۳،۳-دی کلروبنزیدین معادل ۰/۰۷ بود. روش‌های نمونه برداری از نظر اثرات دما (۳۰، ۳۵ و ۳۵ درجه سانتی گراد) و رطوبت نسبی (۲۰ و ۸۰ درصد) مورد ارزیابی قرار گرفتند. هیچ مقدار قابل تشخیصی از بنزیدین یا ۳،۳-دی کلروبنزیدین در قسمت‌های پشتی لوله‌های جاذب سیلیکاژل یافت نشد [۱]. بخارات این ترکیبات در دمای ۱۸۰°C، توسط جریانی از نیتروژن خشک با دبی ۰/۳ لیتر در دقیقه عبور داده شدند و در مدت ۳ ساعت ترک آلاینده در قسمت پشتی سیلیکاژل اتفاق نیفتاد [۱].

میانگین راندمان جدا سازی بنزیدین از فیلترها، زمانی که دما ۱۵°C- و به مدت ۱۱ روز نگهداری شده بود، در محدوده ۰/۲ تا ۲ میکروگرم، ۹۷٪ تعیین شد. میزان راندمان جداسازی پس از ۱۵ روز و ۲۱ روز به ترتیب به ۸۹٪ و ۷۵٪ کاهش یافت. راندمان جداسازی بنزیدین و سولفات بنزیدین از فیلترها و سیلیکاژل نشان داد که این ترکیبات در دمای محیط ناپایدار هستند. میزان راندمان بازیافت برای ۳،۳-دی کلروبنزیدین و دی هیدروکلرید، از هر دو فیلتر و سیلیکاژل در محدوده ۰/۵ تا ۵ میکروگرم پس از ۲۱ روز و زمانی که در دمای ۱۵°C- و دمای محیط نگهداری شدند، ۹۶٪ بود [۱].

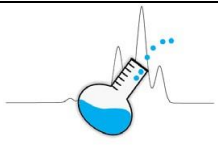
منابع:

- [1] Morales R, Rappaport SM, Weeks, Jr. RW, Campbell EE, Ettinger HJ [1977]. Development of sampling and analytical methods for carcinogens, January 1 - September 30, 1976, Los Alamos Scientific Laboratory, Los Alamos, NM. Available as LA-7058-PR, from NTIS. Unpublished.
- [2] Kennedy ER, Seymour MJ [1981]. Development of an analytical method for benzidine-based dyes. In: Chemical hazards in the Workplace, ACS symposium series: Vol. 149. Washington, DC: American Chemical Society, pp 21-35.
- [3] NIOSH [1977] P&CAM 243 and P&CAM 246. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods, 2nd ed. (Vol. 1) Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-157-B.
- [4] NIOSH [1980]. NIOSH technical report: carcinogenicity and metabolism of azo dyes, especially those derived from benzidine. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health.
- [5] NIOSH/NCI [1978]. Current intelligence bulletin 24: Direct Blue 6, Direct Black 38, and Direct Brown 95 benzidine-derived dyes. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 78-148.
- [6] NIOSH [1981]. Occupational health guidelines for chemical hazards. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 81-123.

نویسنده روش:

M. J. Seymour, NIOSH

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	سیالات فلز کاری (MWF) METALWORKING FLUIDS (MWF) ALL CATEGORIES	شماره روش: ۵۵۲۴ تاریخ ایزو: ۲۹ دسامبر ۲۰۱۴
CAS: -	RTECS: -	فرمول شیمیایی: - وزن مولکولی: -
اسامی مترادف: سیالات فلز کاری (MWF)، سیالات حذف فلز، سیالات ماشین کاری، روغن های معدنی، سیالات روان کننده، سیالات محلول، سیالات سینتتیک و سیالات نیمه سینتتیک ویژگی ها: تعریف نشده. سیالات ممکن است حاوی مقادیر مختلفی از روغن معدنی، امولسی فایرها، آب، آلکانول آمین ها، پلی اتوکسی اتانول ها، بیوسیدها، سورفکتانت ها، افزودنی های فشار پذیر و ترکیبات بور باشند. نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: - NIOSH: ۰/۴ mg/m³ (برای ذرات تراسیک) ۰/۵ mg/m³ (برای ذرات کل)		
سنجش روش سنجش: گراویمتری (وزن سنجی) ترکیبات آنالیت: آئروسول هوابرد سیالات فلز کاری استخراج: حلال سه جزئی: دی کلرومتان: متانول: تولوئن (۱:۱:۱) حلال دو جزئی: متانول: آب (۱:۱) ترازو: حساسیت ۰/۰۰۱. از همان ترازو برای قبل وبعد از نمونه برداری استفاده کنید. کالیبراسیون: وزنه های کلاس ۱، ۱-S موسسه ملی استاندارد و فناوری، یا وزنه های کلاس ۱ ASTM محدوده کالیبراسیون: ۰/۰۵ تا ۲ میلی گرم در هر نمونه حد تشخیص: - وزن کل - ۰/۰۳ میلی گرم در هر نمونه [۳] - وزن استخراج شده - ۰/۰۳ میلی گرم در هر نمونه [۱] دقت نمونه بردار: - وزن کل - ۰/۰۴ (≤ ۰/۲ میلی گرم در نمونه) [۴] - وزن استخراج شده - ۰/۰۵ (≤ ۰/۰۲ میلی گرم در نمونه) [۴]	نمونه برداری نمونه بردار: - ذرات توراسیک: فیلتر پلی تترافلوئورواتیلن (PTFE) ۳۷ میلی متری، با پورسایز ۲ میکرومتر و سیکلون توراسیک - کل ذرات: فیلتر پلی تترافلوئورواتیلن (PTFE) ۳۷ میلی متری، با پورسایز ۲ میکرومتر دبی: - ذرات توراسیک: ۱/۶ لیتر در دقیقه - کل ذرات: ۲ لیتر در دقیقه حداقل حجم نمونه: ۷۶۸ لیتر / ۰/۴ یا ۰/۵ mg/m³ حداکثر حجم نمونه: تعیین نشده روش انتقال نمونه: نمونه در محفظه یخچال دار حمل شود. پایداری نمونه: نگهداری در یخچال و آنالیز طی ۲ هفته بعد از نمونه برداری نمونه های شاهد: حداقل ۵ برای هر نمونه برداری	
احتیاط های ویژه دی کلرومتان مشکوک به سرطانی می باشد. تمام حلال ها را در زیر هود قرار دهید. حلال ها قابل اشتعال هستند و اثرات نامطلوبی بر سلامتی دارند. از تنفس بخارات خودداری کنید. از تماس پوستی خودداری کنید. هنگام مخلوط کردن حلال ها با هم بسیار احتیاط	صحت گستره مطالعه: ۰/۰۵ تا ۰/۰۹ میلی گرم در نمونه تورش: تعیین نشده دقت کلی: وزن کلی: ۰/۰۶	

نمایید. گرمای اختلاط می تواند باعث ایجاد فشار در هنگام مخلوط شدن حلال ها شود. از ظروف تمیز، که با درپوش های PTFE روکش شده اند، استفاده کنید.	• وزن استخراج شده: ۰/۰۷ صحت: • وزن کلی: ۰/۱۲ • وزن استخراج شده: ۰/۱۴
کاربرد این روش برای تمام سیالات فلزکاری، سیالات روان کننده، محلول، سینتتیک و نیمه سینتتیک، تا زمانی که در حلال استخراج محلول باشند، قابل اجرا است [۴،۵]. تنها یک سیال فلزکاری (سیال خنک کننده، شرکت Solutia) تاکنون یافت شده است که در حلال استخراج سه جزئی نامحلول است. با این حال، MWF در مخلوط دوجزئی محلول بوده و آزمایشات نشان داده است که ترکیب حلال دو جزئی و حلال سه جزئی در استخراج این سیال بسیار موثر است [۶]. تجهیزات نمونه برداری ذرات توراسیک، مطابق با استاندارد بین المللی ISO 7708 برای ذرات توراسیک و استاندارد اروپایی EN13205، [۲] برای جمع آوری MWF، ممکن است برای این روش در نظر گرفته شوند. بسته به نوع نمونه بردار مورد استفاده برای ذرات توراسیک، دبی توصیه شده ممکن است با آنچه در بالا ذکر شده است، متفاوت باشد. نمونه برداری با دبی بیش از آنچه در اینجا توصیه می شود، ممکن است منجر به افزایش افت در اثر تبخیر نمونه شود. فیوم های جو شکاری ممکن است، به طور قابل توجهی در عملکرد صحیح نمونه بردارهای نوع ایمپکتوری تداخل ایجاد کنند.	
مداخله گر ها موردی شناسایی نشده است. با این حال، هر ماده ای که بر روی فیلتر جمع آوری شود و در حلال های استخراج محلول وجود داشته باشد، ممکن است در آنالیز تداخل (مثبت) ایجاد کند.	
روش های دیگر این روش مشابه روش 0500 برای گرد و غبارات بی اثر [۷] بوده و جایگزین روش NMAM 5026 برای آنالیز MWF می باشد. روش NMAM 5026 که از آنالیز مادون قرمز استفاده می کند، ممکن است صرفاً برای آنالیز سیالات فلزکاری که میست های روغنی تولید می کنند استفاده شود. این روش برای سیالات بر پایه آب توصیه نمی شود [۸]. روش دیگری که ممکن است برای آنالیز سیالات فلزکاری مورد استفاده قرار گیرد، ASTM D7049 می باشد [۹].	
تجهیزات ۱. نمونه برداری: فیلتر PTFE با پورسایز ۳۷ میلی متر، فیلتر غشایی با پورسایز ۲ میکرومتر (پیوست ۱ را برای روش پاک سازی فیلتر PTFE مشاهده کنید) و پد نگهدارنده فیلتر PTFE در فیلتر هولدر ۳۷ میلی متری. از یک کاست ۲ تکه ای (closed face) برای نمونه برداری از گرد و غبار "کل" استفاده کنید. برای نمونه برداری از ذرات توراسیک، از یک کاست ۳ تکه ای با سیکلون توراسیک استفاده کنید، که با دبی ۱/۶ لیتر در دقیقه نمونه برداری می کند. به قسمت ارزیابی روش مراجعه کنید. ۲. پمپ نمونه بردار فردی با دبی ۱/۶ تا ۲ لیتر در دقیقه به همراه شیلنگ قابل انعطاف ۳. نوار کاست کوچک، سلولزی، اندازه ۳۷ میلی-متر ۴. ترازوی میکرومتری، قادر به سنجش تا ۰/۰۱ میلی گرم	مواد شیمیایی مصرفی ۱. دی کلرومتان، تقطیر شده در شیشه (DIG) ۲. متانول، تقطیر شده در شیشه (DIG) ۳. تولوئن، تقطیر شده در شیشه (DIG) ۴. آب فیلتر شده، و دوبار دیونیزه شده (مقاومت $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$) سولفات کلسیم، (خشک کن) ۵. مخلوط حلال سه جزئی: حجم های مساوی از دی کلرومتان، متانول و تولوئن را در یک ظرف تمیز بدون گرد و غبار مخلوط کنید. از بطری خالی و تمیز با درپوش پیچشی استفاده نمایید: حلال ها را با چرخاندن ملایم مخلوط کرده و از تکان دادن شدید خودداری کنید. ۶. مخلوط حلال دوجزئی: حجم مساوی متانول و آب را در یک ظرف تمیز بدون گرد و غبار مخلوط نموده و از بطری با درپوش پیچی استفاده نمایید. حلال ها را با چرخاندن ملایم مخلوط کرده و از تکان دادن شدید خودداری کنید.

۵. خنثی کننده استاتیک: برای مثال، ۲۱۰ PO، نه ماه پس از تاریخ تولید تعویض شود. ۶. انبرک (ترجیحاً نایلون یا فولاد با روکش کروم) ۷. کیف استخراج ۸. دسیکاتور ۹. بطری شستشو، PTFE ۱۰. ویال های ۲۰ و ۱۰ میلی لیتری شیشه ای با درپوش های PTFE ضد نشتی ۱۱. سرنگ gas-tight با سوزن بزرگ، برای مثال، سوزن با درجه بندی ۱۶ ۱۲. استوانه شیشه ای مدرج ۲۰ میلی لیتری ۱۳. دستمال کاغذی ۱۴. توری فلزی برای خشک کردن فیلترها پس از استخراج، تقریباً ۵۵۰ سانتی متر مربع یا اندازه مناسب دیگر. اندازه شبکه تقریباً ۱۲ تا ۱۸ میلی متر. صفحه را با حلال سه جزئی شستشو دهید و بگذارید خشک شود.	توجه: حلال های درجه پایین تر برای این روش ارزیابی نشده اند. اگر بخواهید از حلال های کروماتوگرافی مایع یا ACS، به منظور صرفه جویی، استفاده کنید، کاربر باید ثابت کند که این حلال ها عملکردی برابر با درجه DIG دارند. (نمونه شاهد > نمونه های بدست آمده با تقطیر در شیشه (DIG)) * به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.
--	---

آماده سازی کپسول - های داخلی قبل از نمونه برداری:-

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۱. قبل از وزن سنجی، ترازو را صفر کنید. برای توزین فیلترها قبل و بعد از جمع آوری نمونه، از یک ترازو استفاده کنید. تعادل را با وزنه های کلاس S-1.1 مؤسسه ملی استاندارد و فناوری یا کلاس ASTM1 حفظ و کالیبره کنید.
۲. حداقل سه نمونه شاهد در هر فرآیند اندازه گیری برای گرد و غبار "کل" و مواد قابل استخراج آماده کنید.

آماده سازی فیلترها قبل از نمونه برداری

۳. پدهای پشتیبان را با جوهر پاک نشدنی شماره گذاری کنید و در قسمت پایین کاست فیلتر قرار دهید.
۴. فیلترها را با روش توزین ارائه شده در مرحله ۵ قبل از نمونه برداری وزن کنید. میانگین وزن خالص فیلترهای نمونه، W1 و شاهد، B1 (میلی گرم) را یادداشت کنید.
۵. روش توزین:
- الف. فیلترها را حداقل به مدت ۱ ساعت در یک فضا یا محفظه توزین، تحت کنترل قرار داده و متعادل نمایید.
- ب. قبل از هر بار توزین، ترازو را صفر کنید. با استفاده از انبرک، هر فیلتر را از روی یک سیستم خنثی کننده استاتیک عبور دهید. اگر فیلتر به راحتی از انبرک رها نمی شود یا به کفه ترازو می چسبد، این مرحله را تکرار کنید. (الکتریسیته ساکن می تواند باعث خطا در خوانش وزن شود).
- ج. هر فیلتر را تا زمانی که وزن ثابتی بدست آید، وزن کنید (یعنی اختلاف دو توزین متوالی در حدود ۱۰ میکروگرم باشد)
- د. میانگین دو وزن آخر را با نزدیکترین عدد برحسب میکروگرم ثبت کنید.
۶. فیلتر را در کاست فیلترهای ۲ یا ۳ تکه قرار داده و محکم ببندید تا نشستی در اطراف فیلتر ایجاد نشود. دهانه کاست فیلترها را با یک درپوش بپوشانید. یک نوار سلولزی را در اطراف کاست فیلتر قرار دهید و اجازه دهید تا خشک شود. همچنین می توانید به جای نوار سلولزی، از نوار چسب الاستیک بادوام استفاده کنید.

نمونه برداری

نمونه‌های توده/فله: برای آزمایش حلالیت، نمونه‌های مایعی از سیالات فلزکاری خالص (MWF) را که انتظار می‌رود در منطقه تنفسی کارگر نمونه‌برداری شوند، تهیه کنید. این نمونه‌ها را در ظروف شیشه‌ای کوچک و بدون نشتی (بطور مثال ۱۰ میلی لیتری) که با یک درپوش PTFE مهر و موم شده‌اند، قرار دهید. سپس آنها را داخل یک کیسه پلاستیکی قرار داده و به همراه کاست فیلترهای نمونه به آزمایشگاه ارسال کنید.

نمونه هوا: برای جمع‌آوری نمونه‌های توراسیک، سیکلون را در ورودی یک کاست ۳ تکه قرار دهید. برای جمع‌آوری نمونه "ذرات کل"، از سیکلون استفاده نکنید.

۷. پمپ نمونه بردار فردی را در حضور وسیله نمونه‌بردار در مدار کالیبراسیون، کالیبره نمایید.

۸. برای سنجش ذرات توراسیک، نمونه برداری را با دبی ۱/۶ لیتر در دقیقه، به مدت ۸ ساعت انجام دهید. برای سنجش گرد و غبار «کل»، نمونه‌برداری را با دبی ۲ لیتر در دقیقه به مدت ۸ ساعت انجام دهید. اجازه ندهید بار فیلتر از ۲ میلی گرم تجاوز کند.

۹. در هر مجموعه از نمونه‌های جمع‌آوری شده در روز، حداقل ۵ نمونه فیلتر شاهد به عنوان شاهد میدانی و ۳ فیلتر بعنوان شاهد واسطه نمونه‌برداری، به آزمایشگاه ارسال کنید. فیلترهای شاهد میدانی را مانند فیلترهای نمونه اصلی حمل کنید. برای مثال، هر کدام را در یک محیط عاری از آلودگی باز کنید، سپس نمونه‌بردار را ببندید و به آزمایشگاه ارسال کنید. نمونه‌های شاهد واسطه میدانی را باز نکنید.

۱۰. تمام نمونه‌هایی را که قرار است یک شب (یا بیشتر) قبل از ارسال به آزمایشگاه نگهداری شوند، در یخچال نگهداری کنید. تمام نمونه‌ها را در ظروف یخچال‌دار (کولد باکس) به آزمایشگاه ارسال کنید.

۱۱. نمونه‌ها را بلافاصله پس از دریافت در آزمایشگاه تا آماده شدن برای آنالیز، در یخچال نگهداری کنید.

۱۲. نمونه‌ها را ظرف دو هفته پس از دریافت، در آزمایشگاه آنالیز کنید.

۱۳. تست حلالیت MWF بر نمونه‌های توده/فله:

الف. ظرف MWF حاوی نمونه را تکان دهید، تا مطمئن شوید که یک نمونه همگن به دست آمده است.

ب. ۱۰ میلی لیتر از حلال سه جزئی را در یک ویال شیشه‌ای ۲۰ میلی لیتری بریزید.

ج. با استفاده از یک سرنگ gas-tight با سوزن بزرگ، ۵۰ میکرولیتر از MWF را به حلال سه جزئی تزریق کنید.

د. درب ویال را ببندید و در صورت لزوم تکان دهید تا MWF حل شود. اگر محلول به دست آمده شفاف و بدون رسوب و دو فاز شدن باشد، MWF در حلال سه جزئی محلول است.

ه. اگر MWF در مخلوط حلال سه جزئی محلول باشد، می‌توان نمونه‌ها را با مخلوط حلال سه جزئی استخراج کرد.

۱۴. با یک دستمال کاغذی مرطوب، گرد و غبار را از روی سطح خارجی هر کاست نگهدارنده فیلتر (شامل نمونه‌های اصلی و شاهد) پاک کنید، تا آلودگی به حداقل برسد. دستمال کاغذی را دور بریزید.

۱۵. درپوش‌ها را از کاست نگهدارنده فیلتر جدا کنید. فیلترها را به همراه کاست، حداکثر ۲ ساعت در دسیکاتور (رطوبت گیر) حاوی سولفات کلسیم قرار دهید.

۱۶. نمونه را از دسیکاتور خارج کنید و حداقل به مدت ۱ ساعت در فضا یا محفظه توزین قرار دهید تا با دمای محیط متعادل شود.

۱۷. نوار کاست نگهدارنده را بردارید، کاست را باز کنید و فیلتر را به آرامی بردارید، تا نمونه از دست نرود.

توجه: اگر فیلتر به کاست نگهدارنده فیلتر چسبیده است، آن را به آرامی با استفاده از تیغه جراحی جدا کنید. این کار باید با دقت انجام شود، تا باعث پارگی فیلتر نگردد.

۱۸. وزن ثانویه هر فیلتر شامل نمونه اصلی (W2 (mg)، نمونه شاهد (B2 (mg)، را ثبت کنید. مرحله استخراج را در اسرع وقت انجام دهید. تا زمان آماده شدن نمونه‌ها برای استخراج، آن‌ها را در محیطی عاری از گرد و غبار نگهداری کنید.

استخراج

۱۹. کلیه عملیات استخراج را در زیر هود انجام دهید.

توجه: نمونه‌هایی با وزن کمتر از ۰/۴ تا ۰/۵ میلی گرم (برای هر متر مکعب)، ممکن است به دلخواه استخراج شوند. در این شرایط می‌توان اطمینان حاصل کرد که حد مواجهه شغلی (OEL) رعایت شده است. اگر وزن ناخالص نمونه نشان دهد که از OEL فراتر نرفته است، ممکن است دلیلی برای استخراج نمونه وجود نداشته باشد.

در غیر این صورت، سودمندی استفاده از داده‌های حاصل از استخراج در سطوح کمتر از ۰/۴ تا ۰/۵ میلی گرم در هر نمونه از حد کمی‌سازی (LOQ) روش استخراج پیروی می‌کند. داده‌های استخراج به دست آمده که در سطوح بین حد تشخیص (LOD) و حد کمی‌سازی (LOQ) هستند، به دلیل دارا بودن عدم قطعیت، باید با احتیاط استفاده شوند.

۲۰. توجه داشته باشید، سیالی که فقط در مخلوط دو جزئی محلول است، باید با استفاده از مخلوط دوجزئی استخراج شود. احتمال مواجهه با مخلوطی از ترکیبات همیشه ایجاب می‌کند که روش استخراج با هر دو حلال دوجزئی و سه جزئی انجام شود. اگر وزن نمونه‌های جمع‌آوری شده از مقدار مورد انتظار در REL بیشتر باشد، برای مثال، ۰/۴ میلی گرم (برای ذرات توراسیک) یا ۰/۵ میلی گرم (برای کل ذرات) برای یک نمونه هوای ۱ متر مکعبی، نمونه‌های اصلی و شاهد را به صورت زیر استخراج کنید؛

الف. هر فیلتر (سمت غشاء به سمت بالا) را در مجموعه قیف بوختر متصل به منبع خلاء قرار دهید.

ب. ۱۰ میلی لیتر از حلال سه جزئی را در دیواره داخلی قیف روی فیلتر بریزید. اجازه دهید حلال ۵ تا ۱۰ دقیقه با فیلتر تماس داشته باشد. حلال را تحت خلاء جزئی استخراج کنید.

ج. ۱۰ میلی لیتر از حلال دو جزئی را در داخل قیف روی فیلتر بریزید. اجازه دهید حلال ۵ تا ۱۰ دقیقه با فیلتر تماس داشته باشد. حلال را تحت خلاء جزئی استخراج کنید.

د. ۱۰ میلی لیتر دیگر از حلال سه جزئی را در داخل قیف، روی فیلتر بریزید. زمان تماس را حداقل ۳۰ ثانیه در نظر بگیرید. حلال را تحت خلاء جزئی استخراج کنید. دیواره داخلی قیف بوختر را با ۱ تا ۲ میلی لیتر از مخلوط سه جزئی بشوید. حلال را تحت خلاء جزئی استخراج کنید.

ه. پس از شستشو، خلاء قیف بوختر را خاموش کنید.

ی. فیلتر را با احتیاط از قیف فیلتر خارج کنید، آن را روی صفحه فلزی تمیزی قرار دهید و اجازه دهید حداقل ۲ ساعت روی صفحه فلزی در زیر هود خشک شود. در زمانی که خلاء اعمال می‌شود، فیلتر را از قیف خارج نکنید، زیرا ممکن است فیلتر لایه لایه شود.

توجه: همانطور که قبلاً ذکر شد؛ یکی از سیالات فلزکاری (سیال خنک کننده، شرکت Solutia) در مخلوط سه جزئی نامحلول بود، اما در مخلوط دو جزئی محلول بود. آزمایشات نشان داده‌اند که این سیال با استفاده از مراحل ۲۰ الف تا ۲۰ ی به طور موثری از فیلترها استخراج می‌شود [۵].

۲۱. همه فیلترها، از جمله فیلترهای نمونه و شاهد را به همین طریق استخراج و وزن کنید. وزن پس از استخراج فیلترهای نمونه اصلی W3 (mg)، فیلترهای شاهد استخراج شده B3 (mg)، را یادداشت کنید. هر مورد قابل توجهی در مورد فیلتر استخراج شده (مانند پارگی فیلتر، رطوبت، لایه لایه شدن و غیره) را ثبت کنید.

محاسبات

۲۲. محاسبه غلظت گرد و غبار «کل» یا توراسیک، C (mg/m³)، در حجم هوای نمونه برداری شده، V (L):

$$C (mg/m^3) = \frac{(W_2 - W_1) - (B_2 - B_1)}{V} \times 10^3$$

W1: میانگین وزن خالص فیلتر قبل از نمونه برداری (میلی گرم)

W2: میانگین وزن فیلتر پس از نمونه برداری (میلی گرم)

B1: میانگین وزن خالص تمام فیلترهای شاهد (میلی گرم)

B2: میانگین وزن پس از نمونه برداری تمام فیلترهای شاهد (میلی گرم)

۲۳. محاسبه غلظت آئروسل MWF استخراج شده (C_{MWF} (mg/m³), در حجم هوای نمونه برداری شده، V (L)

$$C_{MWF}(\text{mg/m}^3) = \frac{(W_2 - W_3) - (B_2 - B_3)}{V} \times 10^3$$

W2: میانگین وزن فیلتر پس از نمونه برداری (وزن قبل از استخراج) فیلتر حاوی نمونه (میلی گرم)

W3: میانگین وزن پس از استخراج فیلتر حاوی نمونه (میلی گرم)

B2: میانگین وزن پس از نمونه برداری در تمام فیلترهای شاهد (میلی گرم)

B3: میانگین وزن پس از ن استخراج تمام فیلترهای شاهد (میلی گرم)

۲۴. غلظت C را به عنوان وزن گرد و غبار "کل" یا توراسیک گزارش کنید. غلظت C_{MWF} را به عنوان وزن گرد و غبار MWF گزارش کنید.

ارزیابی روش

روش وزن سنجی ذرات "کل"، تخمینی از کل ذرات جمع آوری شده، از جمله گرد و غبار، ذرات فلزی هواپرد و سیالات فلزکاری ارائه می دهد. اگر از روش استخراج استفاده شود، این تکنیک تخمینی از «ذرات کل» سیال فلزکاری را که کارگر در مواجهه با آن قرار دارد، ارائه می دهد. مراحل تهیه حلال سه جزئی مورد استفاده در این روش در منبع ۳ توضیح داده شده است.

این روش در ابتدا با نمونه هایی از سیالات فلزکاری روان کننده، محلول، نیمه سنتتیک و سینتیک (MWFs) آزمایش شد. نمونه ها بر روی فیلترهای غشایی پلی تترا فلئورو اتیلن (PTFE) قرار گرفتند، در طول شب نگهداری و روز بعد آنالیز شدند. سپس نمونه ها توزین شده و با مخلوط ۱:۱:۱ دی کلرومتان: متانول: تولوئن از فیلتر استخراج شدند. اجزای استخراج شده (FE یا جرم بازیافت شده/ جرم نمونه اسپایک) برای همه سیالات استخراج شده از فیلتر، در محدوده ۲۰۰ تا ۸۱۵ میکروگرم؛ برای سیال روان کننده در محدوده ۲۲۳ تا ۸۷۸ میکروگرم، برای سیال محلول از ۵۱ تا ۱۸۹ میکروگرم و برای سیال نیمه سنتتیک در محدوده ۵۱ تا ۱۸۹ میکروگرم و برای سیال سنتتیک در محدوده ۱۰۲ تا ۴۲۰ میکروگرم از ۹۴٪ فراتر رفت.

برای وزن هایی از هر چهار سیال نمونه اسپایک که در سطوح $200 \leq$ میکروگرم بودند، انحراف استاندارد نسبی برای روش وزن سنجی "کل" ۴٪ و برای روش استخراجی ۵٪ برآورد شد. اگر عدم قطعیت نمونه برداری را ۵٪ در نظر بگیریم، این تخمین ها به ترتیب برای وزن سنجی ذرات "کل" و روش های استخراج به ترتیب ۶٪ و ۷٪ می شوند. حدود کمی سازی تخمین زده شده از نمونه های شاهد در کل فرآیند آنالیز، ۳۰ میکروگرم برای روش وزن سنجی و ۶۰ میکروگرم برای تکنیک استخراج بود. هیچ تخمینی از تورش در دسترس نبود [۴]. فیلترها برای حذف آب اضافی از نمونه های سیالات فلزکاری بر پایه آب، خشک می شوند.

در یک آزمایش دقیق تر از این روش برای بررسی ۷۹ کارخانه [۲]، میانگین حدود کمی سازی برای هر دو روش وزن سنجی کلی و استخراج ۰/۱ میلی گرم برآورد شد. با این حال، تنوع بالایی از این برآوردها، برای مکان های نمونه برداری شده وجود داشت.

حدود کمی سازی (LOGs) برای سنجش وزن کل و وزن استخراج شده، با حد اطمینان ۹۵٪، ۰/۳ میلی گرم بود. به منظور ارزیابی اثربخشی مرحله استخراج، یک استخراج ثانویه از فیلترهای با بار سنگین انجام شد. به طور متوسط کمتر از ۵٪ وزن نمونه در استخراج دوم حذف شد، که نشان می دهد اکثر مواد قابل استخراج در طول استخراج اول حذف شده اند. نمونه ها پس از دریافت در آزمایشگاه در یخچال نگهداری شدند [۲، ۱۰].

در طی بررسی ۷۹ کارخانه، تمام نمونه برداری های توراسیک با نمونه بردار BGI Mdl 2.69 انجام شد. این نمونه بردار در دبی ۱/۶ لیتر در دقیقه، دارای نقطه برش ۱۰ میکرومتر است. پایداری نمونه های کنترل کیفی (QA) که به طور جداگانه با یک سیال روان کننده، محلول، نیمه سنتتیک و سنتتیک اسپایک، نشان داد که QA نمونه ها همگی وزن خود را از دست دادند. این کاهش وزن احتمالاً به دلیل تبخیر حلال و آب است (برای سیالات فلزکاری محلول، نیمه سنتتیک و سنتتیک). این معادلات فروپاشی برای تخمین مقداری که انتظار می رود برای فیلترهای QA توسط آزمایشگاه انجام دهنده گزارش شود، مورد استفاده قرار گرفت. برای دوره های نگهداری از ۱۷ تا ۲۶ روز، وزن کل نمونه های استخراج شده، بیشتر یا مساوی ۸۰٪ موارد مورد انتظار بود.

برای اطمینان از استخراج کامل اجزای MWF که ممکن است توسط مخلوط سه جزئی به طور ناقص حذف شوند، مرحله استخراج با حلال دو جزئی اضافه شده است. علاوه بر این، حلال دو جزئی این روش را به نمونه‌هایی بسط می‌دهد که حاوی سیالات محلول در مخلوط سه جزئی هستند و با سیالات نامحلول در مخلوط سه جزئی مخلوط شده‌اند، (برای مثال سیال خنک کننده، شرکت Solutia). آزمایش‌های استخراج پنج سیال فلزکاری (از جمله سیال خنک کننده) نشان داد که راندمان استخراج با استفاده از حلال سه جزئی در ترکیب با حلال دوجزئی با نتایجی که در منبع ۱ با استفاده از حلال سه جزئی به تنهایی گزارش شده است، قابل مقایسه است (FE بزرگتر از ۹۰٪ و CV کوچکتر از ۱۰٪).

حلال استخراجی دوجزئی به دست آمده از نمونه‌های Glacier عموماً حاوی پتاسیم و فسفر در سطوحی بودند که تقریباً با جرمی که روی فیلترها پخش می‌شود، متناسب بود. استخراج حلال دوجزئی برای چهار سیال دیگر مورد آزمایش با عنا صر سدیم، پتاسیم یا بور انجام گرفت. سدیم در استخراج سیال، بیشتر از سطح پس زمینه بود. بور در استخراج سیال نیمه سنتتیک تشخیص داده نشد و نشانگر پتاسیم در استخراج سیال سنتتیک تشخیص داده نشد [۵].

این روش مجدد در یک مطالعه دوره‌ای آزمایشگاهی با استفاده از اتمسفرهای مصنوعی تولید شده از یک گرد و غبار MWF محلول، ۵/۰ میلی گرم در نمونه مورد ارزیابی قرار گرفت. داده‌ها بر اساس استاندارد ASTM E691-99 ارزیابی شدند. برآوردهای تلفیقی از کل ضرایب تغییرات برای هر دو نمونه "وزن کل" و "وزن استخراج شده" برابر ۱۳/۰ بود. به طور کلی هیچ گونه تورش قابل توجهی در نتایج وجود نداشت. حد تشخیص با موارد گزارش شده در بالا قابل مقایسه بود [۱۱].

منابع:

- (1) Health and Safety Executive (HSE), United Kingdom [2003]. MDHS 95/2, Measurement of personal exposure of metalworking machine operators to airborne water-mix metalworking fluid. [http://www.hse.gov.uk/pubns/mdhs/pdfs/mdhs95-2.pdf] Website accessed March 25, 2013.
- (2) BSI (British Standards Institute) [2014]. BS EN 13205:2014. Workplace exposure. Assessment of sampler performance for measurement of airborne particle concentrations. Parts 1 through 6. Brussels, Belgium: European Committee for Standardization.
- (3) Glaser RA, Shulman S, Kurimo R, Piacitelli G [2002]. Data supporting a provisional American Society for Testing and Materials (ASTM) Method for metalworking fluids, Part 3: evaluation of a provisional ASTM Method for metalworking fluids in a survey of metalworking facilities. *Journal of Testing and Evaluation* 20(5): 439-451.
- (4) Glaser RA, Shulman S, Klinger P [1999]. Data supporting a provisional American Society for Testing and Materials (ASTM) Method for metalworking fluids, Part 2: preliminary report of evaluation of a ternary extraction solvent in a provisional ASTM Test Method for metalworking fluids (PS-42-97). *Journal of Testing and Evaluation* 17(3):131-136.
- (5) Glaser RA [1999]. Data supporting a provisional American Society for Testing and Materials (ASTM) Method for metalworking fluids, Part 1: a solvent blend with wide-ranging ability to dissolve metalworking fluids. *Journal of Testing and Evaluation* 17(3):171-174.
- (6) Glaser RA, Kurimo R, Neumeister C, Shulman S [2005]. Data supporting ASTM Method D7049-04 for determination of metalworking fluids, *ASTM Journal of Testing and Evaluation*, 33(5):323-330.
- (7) NIOSH [1994]. Particulates not otherwise regulated: Method 0500. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Cincinnati OH: U. S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113. [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- (8) NIOSH [1994]. Oil Mist, Mineral: Method 5026. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Cincinnati OH: U. S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113. [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- (9) ASTM D7049 [2010]. Standard Test Method for Metal Removal Fluid Aerosol in Workplace Atmospheres. ASTM International, West Conshohocken, PA.
- (10) Piacitelli G, Hughes R, Catalano J, Sieber W, Glaser RA, Kent M [1997]. Exposures to Metalworking fluids in small size machine shops. Presented at The Industrial Metalworking Environment: Assessment and Control of Metal Removal Fluids Symposium, Detroit, Michigan, September 1997.

(11) Glaser RA, Kurimo R, Shulman S [2007]. Performance testing of NIOSH Method 5524/ASTM method D-7049-04 for determination of metalworking fluids. J Occup Environ Hyg, 4:583-595.

نویسنده روش:

R. Glaser, NIOSH/DART and edited by Y. T. Gagnon, NIOSH/DART.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

پیوست ۱. مراحل حذف آلاینده‌ها از روی فیلتر PTFE که در مخلوط سه جزئی محلول بوده و استخراج شده‌اند.

در این مرحله، فیلترها با حلال سه جزئی (دی کلرومتان: متانول: تولوئن ۱:۱:۱) (که در روش NMAM 5524 توضیح داده شده است)، شستشو داده می‌شوند. فیلترها قبل از توزین و مونتاژ در کاست‌ها، برای نمونه برداری میدانی در هوا، خشک می‌شوند و در مقابل آلودگی هوا محافظت می‌شوند.

تجهیزات، لوازم، مواد و استانداردها

۱. بشر شیشه‌ای ۲۵۰ میلی لیتری
۲. ۵۰۰ میلی لیتر حلال سه جزئی به نسبت ۱:۱:۱ دی کلرومتان: متانول: تولوئن در یک ظرف درب دار
۳. هود شیمیایی (فیوم هود)
۴. شیشه‌های ساعت متناسب با بشر
۵. همزن شیشه‌ای
۶. یک جعبه (به تعداد مورد نیاز) از فیلترهای PTFE ۲ میکرونی که باید تمیز شوند. توصیه می‌شود در هر ۱۰۰ میلی لیتر حلال، بیش از ۱ بسته ۵۰ فیلتری را تمیز نکنید.
۷. پنس استیل ضد زنگ (انبرک) برای برداشتن فیلترها
۸. دستمال کاغذی بزرگ و بدون پرز
۹. سینی یا صفحه فلزی از جنس استیل ضد زنگ، در ابعاد تقریبی ۴۵ در ۶۰ سانتی‌متر (۱۸ اینچ در ۲۴ اینچ)
۱۰. دستکش نیتریل
۱۱. ظرف شیشه‌ای دهان گشاد و تمیز. برای مثال، شیشه روغن با درپوش تفلون یا بطری مربع فرانسوی

فرآیند کاری:

- تمام کارهای زیر را در زیر هود آزمایشگاهی انجام دهید؛
۱. در طول انجام این روش برای محافظت از خود در برابر مواجهه با حلال و برای محافظت از فیلترها در برابر چربی پوست، از دستکش نیتریل استفاده کنید.
 ۲. تقریباً ۱۰۰ میلی لیتر از حلال سه جزئی را در یک بشر شیشه‌ای ۲۵۰ میلی لیتری بریزید.
 ۳. فیلترهای PTFE را از بسته‌بندی خارج کرده و اسپیسرهای پلاستیکی را از بین فیلترها جدا کنید. فیلترها را به صورت جداگانه (سمت نمونه به سمت بالا) در ظرف پر شده با حلال سه جزئی قرار دهید. مراقب باشید که فیلترها از یکدیگر جدا بمانند و به هم نچسبند.
 ۴. فیلترها را با همزن شیشه‌ای به دقت هم بزنید. اجازه دهید فیلترها پشت و رو شوند. شیشه ساعت را بر روی بشر قرار دهید. اجازه دهید فیلترها به مدت ۱۰ دقیقه در حلال، داخل بشر استخراج شوند.
 ۵. حلال سه جزئی را از بشر به داخل بطری زباله بریزید. از همزن برای فشرده‌سازی و نگه داشتن فیلترها در لیوان استفاده کنید؛ تا حلال به آرامی خارج شود.
 ۶. پس از مرحله ۵، بشر را با ۱۰۰ میلی لیتر حلال سه جزئی تازه پر کنید. مراحل ۴ و ۵ را دو بار دیگر تکرار کنید.
 ۷. پس از اتمام سه بار شستشو، تا حد امکان حلال را تخلیه کنید. فیلترها را با استفاده از پنس از بشر خارج کرده و روی یک سینی فلزی تمیز از فولاد ضد زنگ، که با یک دستمال کاغذی بزرگ و بدون پرز پوشانده شده است قرار دهید. متناوباً، آنها را روی یک صفحه استیل تمیز قرار دهید. فیلترها را به مدت یک شب رها کرده تا خشک شوند.
- هشدار:** دریاچه هود را تقریباً در سطحی که روی هود مشخص شده است، یا کمتر از آن نگه دارید. اگر دریاچه پایین آورده شود، جریان هوای بیشتر ممکن است فیلترها را از سینی یا صفحه خشک کن خارج کند. روی دریاچه علامتی قرار دهید که نشان می‌دهد باید به مدت یک شب در این ارتفاع رها شود و جابه‌جا نگردد.

۸. فیلترهای خشک شده را در یک بطری شیشه‌ای مربعی تمیز یا یک شیشه دهان گشاد با درپوش تفلونی قرار دهید. ظرف را با عنوان "فیلترهای PTFE ۲ میکرومتری شستشو شده با محلول MWF" برچسب بزنید و تاریخ، حروف اول و تعداد فیلترها را ذکر کنید. فیلترها را در ظروف پلاستیکی نگهداری نکنید. اکنون فیلترها آماده استفاده برای نمونه‌برداری هستند. از آنجایی که فیلترها توسط اسپیسرها از هم جدا می‌شوند، دقت کنید آنها را از ظرف خارج کنید.

ارزیابی فرآیند پاک‌سازی:

این روش پاک‌سازی در روش NMAM 5524 گنجانده شده است، تا با افزایش و کاهش کاذب وزن گزارش شده قبل و بعد از آنالیز فیلترهای PTFE مورد استفاده در این روش مقابله کند. اعتقاد بر این است که سطوح کمی از گرد و غبار یا مواد قابل استخراج در این فیلترها در طول فرآیند تولید به دام می‌افتند. این روش پاک‌سازی با استفاده از ۶۰ فیلتر از سه دسته مختلف فیلتر PTFE (۲۰ فیلتر / دسته) ارزیابی شده است [۱]. قبل از تمیز کردن، فیلترها توزین شوند (فیلترهای اصلاح نشده)، سپس با مخلوط سه جزئی مطابق روش ضمیمه ۱ شسته شده، خشک می‌گردند و سپس دوباره وزن می‌شوند (فیلترهای اصلاح شده).

نتایج: تفاوت در هر یک از ۳ دسته با کم کردن وزن فیلتر اصلاح شده، از وزن فیلتر اصلاح نشده آنها مقایسه شد. برای تمام ۶۰ نمونه، اختلاف میانگین کلی در وزن‌ها (+/- خطای استاندارد میانگین) ۰/۲ میکروگرم ($\pm 1/4$ میکروگرم) بود. برای هر یک از ۳ دسته، تفاوت در وزن (خطای استاندارد +/-) برای دسته‌های ۱، ۲ و ۳ به ترتیب برابر؛ ۵ میکروگرم ($\pm 2/5$ میکروگرم)، ۲- میکروگرم (± 2 میکروگرم)، و ۳- میکروگرم ($\pm 2/7$ میکروگرم) گزارش شد. تفاوت وزن، با استفاده از آزمون t زوجی در سطح معنی‌داری ($p=0/05$) آماری نبود و امکان مقایسه‌های متعدد را فراهم می‌کرد.

برای تعیین اینکه آیا روش شستشو بر عملکرد فیلتر در آنالیز سیالات فلزکاری تأثیر می‌گذارد یا خیر، هر یک از فیلترها طبق روش NMAM 5524، که شامل استخراج با مخلوط حلال‌های دوجزئی و سه جزئی است، آنالیز شد.

تفاوت‌های زیر محاسبه شد: وزن فیلترها پس از آنالیز منهای وزن فیلترهای اصلاح شده یا اصلاح نشده. میانگین تفاوت در وزن ۶۰ فیلتر اصلاح نشده و وزن پس از آنالیز آنها ($\pm$ خطای استاندارد میانگین) ۳۴ میکروگرم ($\pm 1/9$ میکروگرم) گزارش شد. برای فیلترهای دسته ۱، ۲ و ۳ تفاوت در وزن اصلاح نشده و پس از آنالیز به ترتیب عبارت بود از: ۳۰ میکروگرم ($\pm 3/9$ میکروگرم)، ۳۸ میکروگرم (± 2 میکروگرم) و ۳۴ میکروگرم ($\pm 3/3$ میکروگرم).

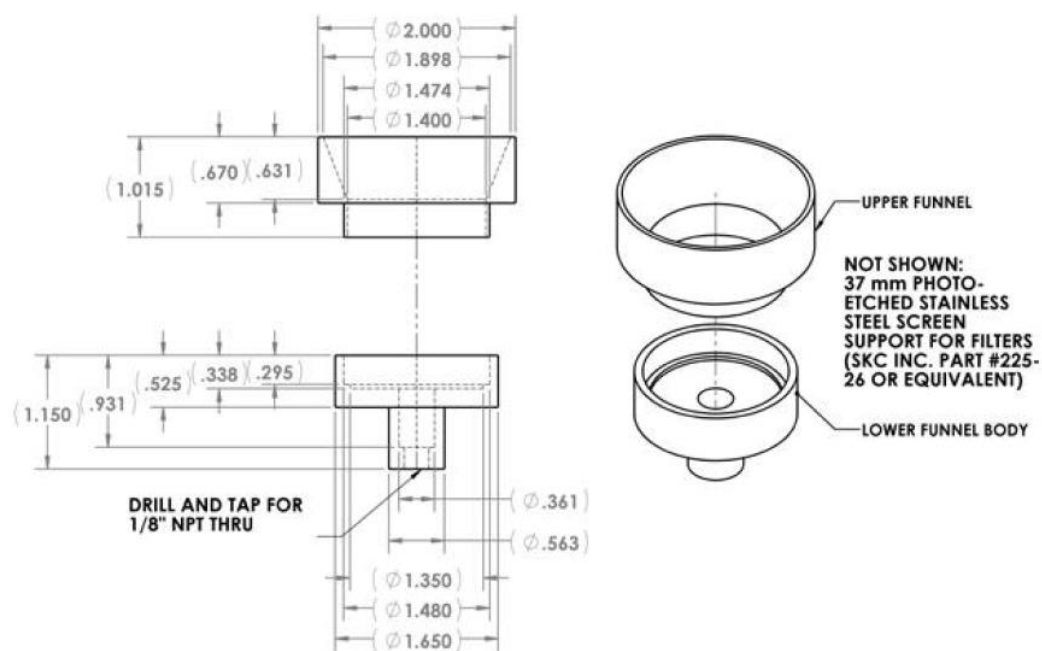
این تفاوت‌ها از نظر آماری به طور قابل توجهی با فرض صفر معنادار است، هم به طور کلی و هم به صورت جداگانه، با استفاده از آزمون t زوجی ($p=0/05$)، امکان مقایسه‌های متعدد فراهم شد.

میانگین تفاوت در وزن ۶۰ فیلتر اصلاح شده و وزن پس از آنالیز آنها: ۳۴ میکروگرم ($\pm 1/4$ میکروگرم) بود. مجدداً تفاوت وزن به عنوان میانگین ($\pm$ خطای استاندارد) گزارش شده است. برای هر فیلتر از دسته ۱، ۲ و ۳، تفاوت وزن (پس از آنالیز منهای اصلاح شده) به ترتیب عبارت بود از: ۳۵ میکروگرم ($\pm 3/4$ میکروگرم)، ۳۶ میکروگرم (± 2 میکروگرم)، و ۳۱ میکروگرم ($\pm 1/8$ میکروگرم). این تفاوت‌ها هم به طور کلی و هم به صورت جداگانه و به صورت دسته‌ای، با استفاده از آزمون t زوجی از نظر آماری به طور قابل توجهی با فرض صفر متفاوت است ($p=0/05$)، و امکان مقایسه‌های متعدد را فراهم می‌کند.

به طور خلاصه، با استفاده از آزمون t زوجی مشاهده شد که وزن فیلترها پس از آنالیز منهای وزن اصلاح شده و وزن فیلترهای اصلاح نشده پس از آنالیز از نظر آماری با فرض صفر اختلاف معناداری دارد ($p=0/05$). با این حال، با استفاده از آزمون‌های مشابه فیلترهای اصلاح نشده/اصلاح شده از نظر آماری اختلاف معناداری نداشتند.

این آزمایش‌ها نشان می‌دهد که پاک‌سازی فیلترها، حد تشخیص کلی کاهش پیدا می‌کند. حد تشخیص تعیین شده از تفاوت وزن بین فیلترهای اصلاح نشده و آنالیز شده، ۱۴۰ میکروگرم بود و بیشتر از حد تشخیص تفاوت وزن بین فیلترهای اصلاح شده و آنالیز شده (۱۱۰ میکروگرم) تعیین شد.

- (1) NIOSH [2014]. CEMB Analytical Services Report: Sequence 11600-CA. Novi, MI: Bureau Veritas North America, unpublished.



شکل ۱. طرح شماتیک قیف. ابعاد برحسب اینچ می باشد.