



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۱۶۱۱-۱۴

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO
11611-14
1st.Edition
2015

کیفیت آب - نمونه برداری - تضمین و کنترل
کیفیت زیست محیطی نمونه برداری و جابه-
جایی آب - آئین کار

**Water quality – Sampling-
quality assurance and
quality control of environmental
water sampling and handling- Guidance**

ICS: 13.060.45

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.org>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

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

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

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

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.org>

به نام خدا آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ [۷] ۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱ کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و / یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. هم چنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International organization for Standardization

2 - International Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

((کیفیت آب - نمونه برداری - تضمین و کنترل کیفیت زیست محیطی نمونه برداری و جابه جایی آب - آئین کار))

سمت و/ یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد لاهیجان

رئیس:

شریعتی، فاطمه
(دکتری بیولوژی دریا)

دبیر:

رئیس اداره هماهنگی و تدوین ادراة کل استاندارد استان
گیلان

صادقی پور شیبجانی، معصومه
(فوق لیسانس علوم محیط زیست)

اعضاء: (به ترتیب حروف الفبائی)

مدیر عامل شرکت پویندگان بهبود کیفیت

آبادیان، محمدرضا
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کامپوره خزر

ابراهیمی، سیده مریم
(فوق لیسانس صنایع غذایی)

مدیر دفتر محیط زیست و کیفیت منابع آب شرکت آب
منطقه استان گیلان

باقرزاده، آسان
(دکتری محیط زیست و توسعه پایدار)

کارشناس شرکت نگین آسای معتمد

پورحسن گیسمی، ریحانه
(فوق لیسانس شیمی آلی)

کارشناس معاونت بهداشتی دانشگاه علوم پزشکی گیلان

جواهر شناس، مهدی
(لیسانس بهداشت محیط)

اعضاء: (به ترتیب حروف الفبائی)

| | |
|--|---|
| عضو هیئت علمی دانشگاه گیلان | چائی بخش لنگرودی، ناز (دکتری شیمی کاربردی) |
| کارشناس اداره کل شیلات گیلان | خداخواه، عباس (لیسانس منابع طبیعی) |
| کارشناس مرکز ملی تحقیقات آبیان استان گیلان | زلفی نژاد، کامران (فوق لیسانس شیلات) |
| کارشناس تدوین اداره کل استاندارد گیلان | فرحناک شهرستانی، لچیا (فوق لیسانس شیمی آلی) |
| کارشناس مدیریت پسماند شهرداری رشت | فلاح اسکندر پور، افشین (فوق لیسانس بیولوژی دریا) |
| مدرس دانشگاه آزاد اسلامی واحد لاهیجان | قماش پسند، مریم (دانشجوی دکتری شیمی) |
| کارشناس شرکت آب و فاضلاب شهری استان گیلان | موقر حسنی، فرحناز (لیسانس مهندسی مکانیک) |
| رئیس اداره امور آزمایشگاه‌های اداره کل حفاظت محیط زیست استان گیلان | میر روشندل، اعظم السادات (فوق لیسانس شیمی تجزیه) |
| مسئول کنترل کیفیت شرکت کارتن پلاست نفیس | نجدی، یاسمن (فوق لیسانس شیمی آلی) |

ویراستار:

| | |
|--|--------------------------------------|
| کارشناس پژوهشکده شیمی و پلیمر پژوهشگاه استاندارد | احمدی، حاجی رضا (فوق لیسانس شیمی) |
|--|--------------------------------------|

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|---|
| ز | پیش گفتار |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۳ | ۲ مراجع الزامی |
| ۶ | ۳ اصطلاحات و تعاریف |
| ۷ | ۴ منابع خطای نمونه برداری |
| ۸ | ۵ کیفیت نمونه برداری |
| ۹ | ۱-۵ کلیات |
| ۹ | ۲-۵ الزامات فنی و کارکنان |
| ۱۱ | ۳-۵ رویه های نمونه برداری |
| ۱۱ | ۴-۵ آموزش کارکنان نمونه برداری |
| ۱۱ | ۶ راهبرد و سازمان دهی |
| ۱۲ | ۱-۶ زمان، مدت و تناوب نمونه برداری |
| ۱۲ | ۲-۶ مکان های نمونه برداری |
| ۱۲ | ۷ جمع آوری و جابه جایی نمونه |
| ۱۲ | ۱-۷ بررسی تجهیزات و وسیله نقلیه پیش از انجام یک برنامه نمونه برداری |
| ۱۳ | ۲-۷ آماده سازی برای نمونه برداری در محل |
| ۱۴ | ۳-۷ اندازه گیری های میدانی |
| ۱۵ | ۴-۷ نمونه برداری |
| ۱۵ | ۱-۴-۷ نمونه های لحظه ای |
| ۱۵ | ۲-۴-۷ نمونه های مرکب |
| ۱۶ | ۳-۴-۷ پیش تصفیه نمونه برداری |
| ۱۶ | ۴-۴-۷ همگن سازی و زیر نمونه برداری |
| ۱۷ | ۵-۴-۷ پالایه کردن |
| ۱۸ | ۶-۴-۷ نگهداری ضمن نمونه برداری |
| ۱۸ | ۸ شناسایی نمونه |
| ۱۹ | ۹ پروتکل نمونه میدانی |
| ۱۹ | ۱۰ انتقال و انبارش نمونه ها |
| ۲۰ | ۱۱ فنون کنترل کیفیت نمونه برداری |

| | | |
|----|---|--------|
| ۲۰ | عمومی | ۱-۱۱ |
| ۲۲ | نمونه‌های تکراری کنترل کیفیت | ۲-۱۱ |
| ۲۵ | نمونه‌های شاهد میدانی | ۳-۱۱ |
| ۲۶ | شستشوی تجهیزات (ظروف نمونه‌برداری) | ۴-۱۱ |
| ۲۷ | بازیابی پالایه کردن | ۵-۱۱ |
| ۲۷ | عمومی | ۱-۵-۱۱ |
| ۲۷ | پالایه کرن آب یون‌زدایی شده شاهد | ۲-۵-۱۱ |
| ۲۸ | پالایه کردن نمونه تضمین کیفیت آغشته | ۳-۵-۱۱ |
| ۳۰ | روش اول - نمونه‌های آغشته | ۶-۱۱ |
| ۳۰ | کلیات | ۱-۶-۱۱ |
| ۳۰ | نمونه‌های آب یون‌زدایی شده آغشته | ۲-۶-۱۱ |
| ۳۲ | روش دوم - نمونه‌های محیطی آغشته | ۷-۱۱ |
| ۳۳ | آنالیز و تفسیر داده‌های کنترل کیفیت | ۱۲ |
| ۳۳ | نمودارهای کنترل شوهارت | ۱-۱۲ |
| ۳۳ | تفسیر نمودارهای کنترلی تکراری | ۲-۱۲ |
| ۳۴ | ممیزی‌های مستقل | ۱۳ |
| ۳۶ | پیوست الف (آگاهی دهنده) منابع متداول خطای نمونه‌برداری | |
| ۳۹ | پیوست ب (آگاهی دهنده) نمودارهای کنترلی | |
| ۴۴ | پیوست پ (آگاهی دهنده) زیرنمونه‌برداری با استفاده از یک همگن کننده | |
| ۴۸ | کتاب‌نامه | |

پیش گفتار

استاندارد " کیفیت آب- نمونه برداری- تضمین و کنترل کیفیت زیست محیطی نمونه برداری و جابه جایی آب- آئین کار" که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده است، در هفتاد و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد ملی محیط زیست مورخ ۹۴/۹/۲۳ تصویب شد، این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود .

استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

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

1- ISO 5667-14,2014(E): Water quality- Sampling - Part 14: Guidance on quality assurance and quality control of environmental water sampling and handling.

کیفیت آب - نمونه برداری - تضمین و کنترل کیفیت زیست محیطی نمونه برداری و جابه - جایی آب - آئین کار

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش‌های مختلف تضمین کیفیت و کنترل کیفیت مربوط به نمونه برداری دستی از آب‌های سطحی، زیرزمینی، آشامیدنی، فاضلاب، دریا و استفاده از آن روش‌ها می‌باشد. یادآوری - اصول کلی مطرح شده در این بخش از استاندارد ملی، ممکن است در بعضی شرایط، برای نمونه برداری لجن و رسوب قابل اجرا باشد.

۲-۱ این استاندارد، در مورد روش‌های مختلف تضمین کیفیت و کنترل کیفیت مربوط به نمونه برداری دستی از آب‌های سطحی، زیرزمینی، آشامیدنی، فاضلاب، دریا و نحوه استفاده از آن روش‌ها کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

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

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

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳-۱۶۱۱: کیفیت آب - نمونه برداری - قسمت ۳ - نگهداری و انتقال نمونه‌های آب - آیین کار

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۰۲۵: الزامات عمومی برای احراز صلاحیت آزمایشگاه‌های آزمون و کالیبراسیون

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۸۸۶: آب - حفاظت و جابجایی نمونه‌های آب - آیین کار.

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۵۳۲: نمودارهای کنترل - قسمت ۲ - نمودارهای کنترل شوهارت.

2-5 ISO 5667 -1:2006, Water quality - Sampling - Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات با تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

درستی

accuracy

نزدیکی قابل قبول بین نتیجه آزمون یا نتیجه اندازه‌گیری و مقدار حقیقی را گویند. **یادآوری ۱-** در عمل، مقدار مرجع پذیرفته شده، جایگزین مقدار حقیقی می‌شود.

یادآوری ۲- هنگامی که اصطلاح درستی، برای مجموعه‌ای از نتایج آزمون یا اندازه‌گیری به کار می‌رود، شامل مجموعه‌ای از اجزای تصادفی و خطای سیستماتیک رایج یا جزء انحراف است.

یادآوری ۳- درستی به مجموعه‌ای از درستی و دقت اشاره دارد.

به بند ۱-۳-۳ استاندارد ISO 3534-2:2006 مراجعه شود.

۲-۳

انحراف

bias

اختلاف بین مقادیر موردانتظار نتایج آزمون و مقدار مرجع پذیرفته شده را گویند.

یادآوری ۱- انحراف، کل خطای سیستماتیک است که با خطای تصادفی در تضاد می‌باشد. ممکن است یک یا بیشتر اجزای خطای سیستماتیک در انحراف سهیم باشند. اختلاف سیستماتیک بزرگ‌تر از مقدار حقیقی، با مقدار انحراف بزرگ‌تر نمایان می‌شود.

یادآوری ۲- به طور معمول انحراف یک ابزار اندازه‌گیری از طریق میانگین خطای نشانه‌ای از تعداد مناسب اندازه‌گیری‌های مکرر برآورد می‌شود. خطای نشانه‌ای عبارت است از: نشانه‌ی یک ابزار اندازه‌گیری منهای مقدار حقیقی کمیت ورودی مربوطه.

یادآوری ۳- در عمل، مقدار مرجع پذیرفته شده جایگزین مقدار حقیقی می‌شود.

۳-۳

دقت

precision

نزدیکی قابل قبول بین نتایج آزمون / اندازه‌گیری مستقل به دست آمده تحت شرایط قید شده را گویند.

یادآوری ۱- دقت تنها به توزیع خطاهای تصادفی بستگی دارد و به مقدار حقیقی یا مقدار مشخص مربوط نیست.

یادآوری ۲- میزان دقت به طور معمول از دیدگاه عدم دقت بیان و به عنوان انحراف معیار نتایج آزمون یا نتایج اندازه‌گیری محاسبه می‌شود. دقت کم‌تر با انحراف استاندارد بزرگ‌تر منعکس می‌شود.

یادآوری ۳- به طور شاخص، اندازه‌های کمی دقت به شرایط قید شده بستگی دارد. شرایط تکرارپذیر و تجدیدپذیر، مجموعه خاصی از شرایط قید شده نهایی است..

به بند ۴-۳-۳ استاندارد ISO 3534-2:2006 مراجعه شود.

۴-۳

نمایان‌گری

representativeness

مقداری که وضعیت تمامی نمونه‌های گرفته شده از پیکرهٔ آبی، نشان دهندهٔ شرایط آب مورد نظر باشد.

۵-۳

شاهد

blank

مقدار مشاهده شده حاصله، زمانی که اندازه‌گیری روی نمونهٔ یکسان با نمونهٔ مورد نظر، در غیاب مقدار تحت اندازه‌گیری^۱ انجام می‌شود.

یادآوری- آب یون‌زدایی شده و/یا آب مقطر را می‌توان به عنوان نمونه‌های شاهد که در آزمایشگاه پیش از نمونه برداری تهیه می‌شوند، استفاده کرد.

۶-۳

شاهد میدانی

blank Field

ظرفی که با استفاده از آب واکنشگر یا ماده شاهد دیگر در آزمایشگاه آماده شده و به منظور آشکارسازی آلودگی احتمالی طی نمونه‌برداری در محیط، توسط کارکنان نمونه‌برداری ارسال می‌شود. به بند ۴-۵-۳ استاندارد ISO 11074:2005 مراجعه شود.

۷-۳

نمونهٔ آغشته

spike

مقدار معین مادهٔ تحت اندازه‌گیری که به طور معمول برای برآورد خطای سیستماتیک سیستم تجزیه‌ای با استفاده از آزمون بازیابی به نمونه اضافه می‌شود.

1- Determinand

بازیابی

recovery

میزانی که مقدار معین و افزوده شده تحت اندازه‌گیری در یک نمونه را می‌توان با سیستم تجزیه‌ای اندازه‌گیری کرد.

یادآوری - بازیابی از تفاوت بین نتایج به دست آمده از نمونه آغشته^۱ (به بند ۳-۷ مراجعه شود) و قسمت غیرآغشته نمونه، محاسبه شده و اغلب به صورت درصد بیان می‌شود.

نمودار کنترلی

control chart

نموداری که در آن برخی از اندازه‌های آماری مجموعه‌ای از نمونه‌ها در نظم خاصی به منظور هدایت فرایند با توجه به آن اندازه و برای کنترل و کاهش پراکندگی، رسم می‌شود.

یادآوری ۱ - به طور معمول، نظم خاص بر اساس ترتیب زمان یا شماره نمونه است.

یادآوری ۲ - نمودار کنترلی هنگامی که اندازه تغییرپذیری فرایند با مشخصه محصول یا خدمات نهایی همبسته می‌شود، موثرتر عمل می‌کند.

به بند ۲-۳-۱ استاندارد ISO 3534-2:2006 مراجعه شود.

نمودار کنترلی شوهارت

Shewhart control chart

نمودار کنترلی با حدود کنترل شوهارت که در درجه اول برای تشخیص تغییر بین اندازه‌ترسیم شده با توجه به علل تصادفی و خاص، در نظر گرفته شده است.

یادآوری - ممکن است این نمودار از ویژگی‌ها (به عنوان مثال، عدم انطباق نسبی) برای ارزیابی فرایند استفاده کند، یا می‌تواند نموداری باشد که از متغیرها (به عنوان مثال، میانگین و محدوده) برای ارزیابی فرایند، استفاده کند. مثال‌ها عبارت است از:

الف) نمودار خط \bar{X} - میانگین‌های نمونه به منظور کنترل مقدار متوسط متغیر رسم می‌شود.

ب) نمودار R - گستره‌های نمونه به منظور کنترل تغییرپذیری یک متغیر، رسم می‌شود.

ج) نمودار s - انحراف معیارهای نمونه به منظور کنترل تغییرپذیری یک متغیر رسم می‌شود.

د) نمودار s^2 - واریانس‌های نمونه به منظور کنترل تغییرپذیری یک متغیر رسم می‌شود.

ه) نمودار C - تعداد نواقص (هر دسته، هر روز، هر دستگاه، و غیره) رسم می‌شود.

۱- نمونه دارای غلظت معینی از یک ماده حل شده را گویند.

به بند ۲-۳-۲ استاندارد ISO 3534-2:2006 مراجعه شود.

۱۱-۳

حدود اقدام

action limits

حدود کنترل بین آنچه که با احتمال بسیار بالا در زیر مجموعه آماری قرار می‌گیرد، وقتی که فرایند تحت کنترل آماری است.

یادآوری ۱- خطوط اقدام روی نمودار کنترل، برای نشان دادن حدود اقدام کشیده می‌شود.

یادآوری ۲- هنگامی که داده‌های رسم شده روی نمودار فراتر از حد اقدام قرار گیرد، اقدام مناسب اصلاحی روی فرایند صورت می‌گیرد.

یادآوری ۳- این حدود بر اساس این فرض است که تنها 0.3% نتایج توزیع شده به طور معمول خارج از این محدوده خواهد افتاد. این قبیل رویدادها به طور جدی نشان‌گر امکان علل اختصاصی پراکندگی موجود است که مستلزم شناسایی و کاهش خواهد بود.

به بند ۲-۴-۴ استاندارد ISO 3534-2:2006 مراجعه شود.

۱۲-۳

حدود هشدار

warning limits

حدود کنترل بین آنچه که با احتمال بالا در زیر مجموعه آماری قرار می‌گیرد، وقتی که فرایند تحت کنترل آماری است.

یادآوری ۱- خطوط هشدار به منظور نشان دادن حدود هشدار، روی نمودار کنترلی کشیده می‌شود.

یادآوری ۲- هنگامی که داده‌های نمودار شده خارج از حد هشدار، اما در حد اقدام (به بند ۳-۱۱ مراجعه شود) قرار می‌گیرد، طبق قوانین از پیش تعیین شده افزایش نظارت بر فرایند، به طور کلی مورد نیاز است.

یادآوری ۳- این حدود، از انحراف معیار حداقل ۱۰ نمونه تحت بررسی آماری محاسبه می‌شود. حدود کنترلی هشدار و اقدام برای نتایج نمونه‌برداری مجزا اعمال می‌شود.

به بند ۲-۴-۳ استاندارد ISO 3534-2:2006 مراجعه شود.

۱۳-۳

عدم قطعیت

uncertainty

عدم قطعیت اندازه‌گیری

measurement uncertainty

عامل غیرمنفی مشخص کننده پراکندگی مقادیر کمی نسبت داده شده به یک مقدار اندازه‌گیری شده بر اساس اطلاعات به‌کاررفته را گویند.

به بند ۲۶-۲ استاندارد ISO / IEC GUIDE 99:2007 مراجعه شود.

۱۴-۳

مقدار حقیقی

true value

مقداری که یک کمیت یا مشخصه کمی در شرایط موجود را به طور کامل تعریف می‌کند. **یادآوری** - مقدار حقیقی یک کمیت یا مشخصه کمی یک مفهوم نظری است و به طور کلی، نمی‌تواند به طور دقیق معلوم شود. به بند ۳-۲-۵ استاندارد ISO 3534-2:2006 مراجعه شود.

۱۵-۳

مقدار مرجع پذیرفته شده

accepted reference value

مقداری است که به عنوان یک مرجع مورد توافق به منظور مقایسه، به کار می‌رود. **یادآوری** - مقدار مرجع پذیرفته شده به صورت‌های زیر منتج می‌شود:

- الف) مقدار نظری یا محقق، مبنی بر اصول علمی؛
- ب) مقدار تعیین شده یا تایید شده، مبنی بر تجارب آزمایشگاهی برخی از سازمان‌های ملی یا بین‌المللی؛
- ج) مقدار توافقی یا تایید شده، بر اساس تجارب آزمایشگاهی مشترک تحت نظارت یک گروه علمی یا فنی.
- د) مقدار پیش‌بینی شده، به عنوان مثال، میانگین مجموعه مشخصی از اندازه‌گیری‌ها، هنگامی که الف، ب و ج در دسترس نیست.

۴ منابع خطای نمونه‌برداری

منابع خطای نمونه‌برداری به شرح زیر است:

الف - آلودگی

آلودگی می‌تواند از طریق مواد سازنده تجهیزات نمونه‌برداری (ظروف نمونه‌برداری و ظروف نمونه)، از طریق آلودگی جانبی بین نمونه‌ها، حفاظت، انبارش و حمل و نقل نامناسب نمونه، ایجاد شود.

ب - ناپایداری نمونه

نوع مخازن، ظروف نمونه‌برداری، ناپایداری ذاتی نمونه، شرایط انبارش و حمل و نقل نمونه‌ها، پایداری آلاینده را بین نمونه‌برداری و تجزیه می‌تواند تحت تاثیر قرار دهد.

پ- حفاظت نادرست

انتخاب مخازن و ظروف نمونه‌برداری می‌تواند ثبات آلاینده و گزینه‌های حفاظتی موجود را تحت تاثیر قرار می‌دهد، به استاندارد ملی ایران شماره ۳-۱۶۱۱ مراجعه شود.

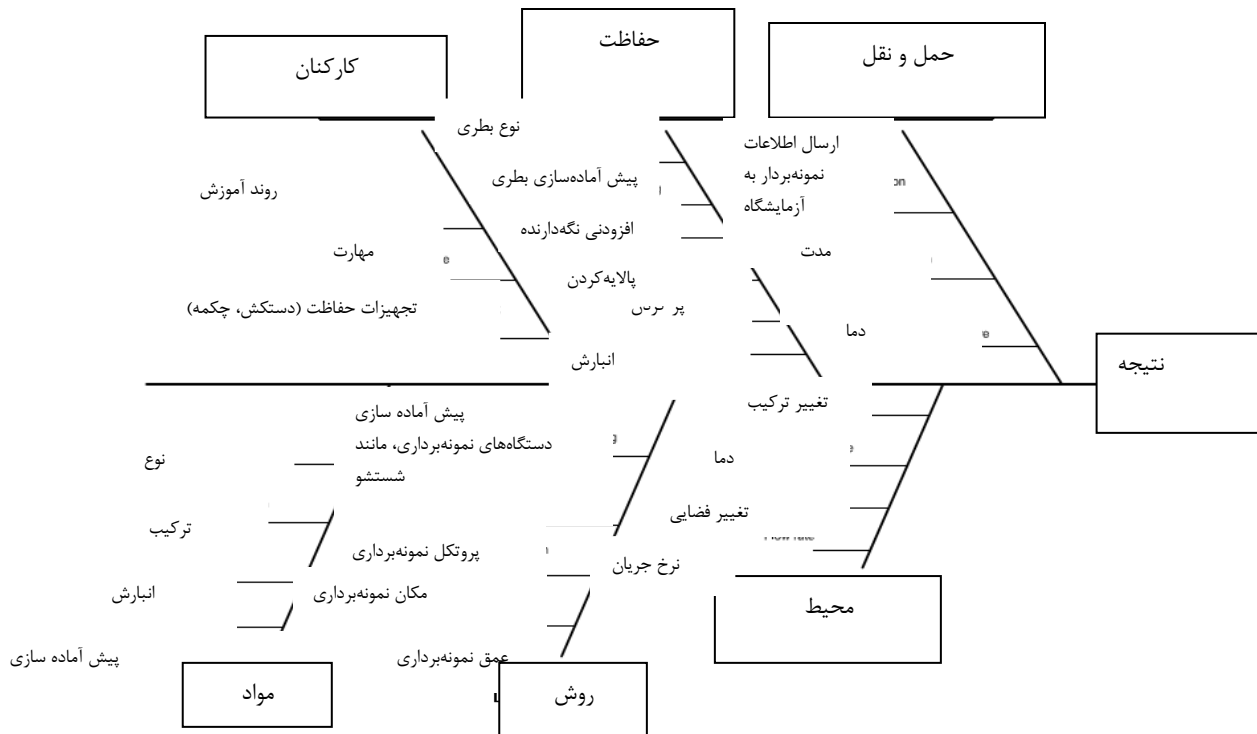
ت- نمونه‌برداری نادرست

انحراف از روش نمونه‌برداری یا خود روش نمونه‌برداری، می‌تواند یک منبع خطا باشد.

ث- نمونه‌برداری از پیکره‌های آبی غیر همگن

ج- حمل و نقل نمونه

شکل ۱ منابع مختلف خطای نمونه‌برداری را نشان می‌دهد: محیط، کارکنان، مواد، روش‌ها، حفاظت و حمل و نقل. مثال‌های بیشتر منابع متداول خطای نمونه‌برداری در پیوست الف آورده شده است.



شکل ۱- منابع خطای نمونه‌برداری

۵ کیفیت نمونه‌برداری

کلیات

بهبتر است، به منظور تحقق کیفیت نمونه‌برداری برای هر مجموعه نمونه‌برداری، برنامه‌ای تهیه گردد، تا اطمینان حاصل شود که داده‌های ناشی از برنامه‌های نمونه‌برداری قابل اعتماد و از لحاظ علمی معتبر است. اشتباهات در هر مرحله از روش کار نمونه‌برداری می‌تواند ناشی از خطاهای قابل توجه در داده‌های حاصل، باشد. آزمایشگاه‌هایی که نمونه‌های جمع‌آوری شده را تجزیه می‌کنند، به طور معمول برنامه‌های دقیق تضمین کیفیت و کنترل کیفیت (QA / QC) تعیین شده توسط مراجع ذیصلاح و مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۰۲۵ را دارند. با این حال این قبیل برنامه‌های آزمایشگاهی QA / QC نمی‌توانند جایگزینی برای برنامه‌های دقیق کیفیت نمونه‌برداری مورد نیاز برای جمع‌آوری و انتقال نمونه‌ها قبل از تحویل به آزمایشگاه‌ها برای آنالیز، باشد. برنامه‌های کیفیت نمونه‌برداری شامل تمام مراحل انجام گرفته برای حصول اطمینان از کسب نتایج معتبر، است. برنامه‌های کیفیت نمونه‌برداری دربرگیرنده موارد زیر است:

- شواهد مستندی در خصوص صلاحیت و آموزش نمونه بردار؛

- روش‌های مناسب جمع‌آوری و جابه‌جایی نمونه؛

- نگهداری و کالیبراسیون (واسنجی) تجهیزات؛

- رویه‌های صحیح کار؛

- کامل و مطمئن بودن سیستم نگهداری مستندات.

مهم این است که یک برنامه تضمین کیفیت و کنترل کیفیت موثر برای شناسایی و کاهش خطاها تحقق یابد. با توجه به هدف (به عنوان مثال بررسی هر نوع آلودگی نمونه در نقاط مختلف روش کار نمونه‌برداری و شناسایی مشکلات بالقوه)، تنظیم کنترل کیفیت متفاوت خواهد بود. به جدول ۱ مراجعه شود.

جدول ۱- ابزار کنترل کیفیت به منظور اهداف مختلف

| هدف | ابزار اجرا |
|-------------------------|---|
| بررسی فقدان آلودگی | شاهد محیطی، شاهد میدانی، شاهد انتقال، شاهد تجهیزات، شاهد پالایه |
| محاسبه دقت نمونه‌برداری | نمونه تکراری |
| بررسی پایداری نمونه | آغشته کردن |

توصیه می‌شود، به اندازه‌گیری دقیق آنالیزهای انجام گرفته در محل و اصلاح اسناد نتایج آلاینده، اهمیت خاصی داده شود. پیشنهاد می‌شود، استاندارد ISO / TS 13530 در خصوص کنترل کیفیت تجزیه‌ای برای تجزیه آب و استاندارد ISO 15839 در مورد حسگرها / تجهیزات تجزیه کننده برخط^۱ برای آب در نظر گرفته شود.

در صورتی که آزمایشگاه‌های تجزیه‌کننده دارای مهارت لازم در خصوص QA / QC باشند، پیشنهاد می‌شود که به طور فعال در طراحی و ارزیابی برنامه‌های کیفیت نمونه‌برداری درگیر شوند.

۲-۵

الزامات فنی و کارکنان

به منظور نمونه‌برداری صحیح، بهتر است تجهیزات مناسب و تمیز (مانند ظروف نمونه، دستگاه‌های نمونه‌برداری، تجهیزات پالایش، همگن‌کننده، یک ظرف واسطه (قیف، قاشق)، و تجهیزات اندازه‌گیری برای تجزیه در محل) به تعداد کافی نگهداری شود. تعمیر و نگهداری منظم تجهیزات بهتر است، تضمین شود. توصیه می‌شود، وسیله نقلیه و امکانات نمونه‌برداری مطابق با الزامات نمونه‌برداری (وسیله نقلیه آزمایشگاه) مجهز شوند.

توصیه می‌شود، کارکنان نمونه‌برداری آموزش‌های حرفه‌ای مربوطه، به عنوان مثال، آموزش حرفه‌ای تکمیلی به عنوان دستیار آزمایشگاه شیمیایی یا تخصص مهندسی فاضلاب را دارا باشند. پیش نیاز ضروری، آموزش شغلی اولیه مناسب و منظم کارکنان نمونه‌برداری است. بهتر است، شرکت در آموزش داخلی و/یا خارجی مستند شود (به بند ۴-۵ مراجعه شود).

تبادل منظم اطلاعات بین مشتری، کارکنان نمونه‌برداری و کارکنان آزمایشگاه، کیفیت نمونه‌برداری و انجام آزمون را بهبود می‌بخشد. بهتر است، کلیه اطلاعات لازم به منظور تضمین کیفیت نمونه‌برداری در اختیار کارکنان نمونه‌برداری قرار گیرد (به بند [۷] کتاب‌نامه مراجعه شود).

۳-۵ رویه‌های نمونه‌برداری

۱-۳-۵ بهتر است، الزامات عمومی مربوط به صلاحیت آزمایشگاه‌های آزمون‌کننده و کالیبراسیون (واسنجی) به منظور نمونه‌برداری، اعمال شود.

روش‌های عملیاتی نمونه‌برداری بهتر است شامل موارد زیر باشد (به بند [۷] کتاب‌نامه مراجعه شود):

۱-۱-۳-۵ نمونه‌برداری (براساس ترکیب نمونه)^۱؛

۲-۱-۳-۵ اندازه‌گیری در محل؛

۳-۱-۳-۵ پیش تصفیه نمونه‌ها؛

۴-۱-۳-۵ حفاظت نمونه‌ها (بر اساس پارامتر مورد اندازه‌گیری)؛

۵-۱-۳-۵ انتقال، انبارش نمونه و تحویل / دریافت نمونه.

بهتر است، فرد مسئول جمع‌آوری نمونه‌های آب، یک رویهٔ روزآمد شده نمونه‌برداری را در محل همراه داشته باشد. توصیه می‌شود، این رویه خاص در خصوص روش‌های نمونه‌برداری به کار گرفته شده، جابه‌جایی و حفاظت نمونه، روش‌های تجزیه‌ای اندازه‌گیری‌های انجام شده در محل نمونه‌برداری، روش‌های کار انتقال نمونه‌ها به آزمایشگاه و جزئیات مربوط به هرگونه تجهیزات حسگر پیوسته برخط به کار رفته را ارائه دهد. پیشنهاد می‌شود که رویه‌های نمونه‌برداری به تفصیل کلیه روش‌های تضمین کیفیت هنگام جمع‌آوری نمونه‌ها، انجام اندازه‌گیری-ها در محل، انتقال نمونه‌ها به آزمایشگاه و استفاده یا بررسی تجهیزات پایش پیوسته را شرح دهد.

۵-۳-۲ بهتر است، رویه‌های نمونه‌برداری موارد زیر را مشخص کند:

۵-۳-۲-۱ انواع بطری یا ظروف، درپوش‌های آن‌ها و کاربردهای خاص؛

۵-۳-۲-۲ مکان نگه‌داری، روش تمیز کردن و عمر مفید بطری‌ها، ظروف و درپوش‌های به کار رفته برای هر پارامتر، از جمله مقدار(به عنوان مثال: ماده استاندارد مهر و موم شده، تا نیمه استفاده شده و مصرف شده) و نوع ماده نگه‌دارنده‌ای که اضافه می‌شود و روش کار جمع‌آوری نمونه‌ها برای عوامل مختلف؛

۵-۳-۲-۳ روش کار نمونه‌برداری برای هر عامل، از جمله نوع نمونه‌ای که جمع‌آوری می‌شود.

۵-۳-۲-۴ تناوب و ترتیب نمونه‌برداری؛

۵-۳-۲-۵ شرایط انبارش و انتقال نمونه‌ها و بیشینه زمان انقضای هر عامل قبل از شروع تجزیه آن؛

۵-۳-۲-۶ توصیف واکنشگرهای محافظ (از جمله رنگ معمول)، به علاوه اقدامات ایمنی مناسب در مورد نشت، یا تماس با پوست یا چشم‌ها.

این استاندارد در شرایط غیر معمول کاربرد دارد و توصیه می‌شود برای شرایط اضطراری طرح نمونه‌برداری تهیه شود.

یادآوری- در صورت استفاده از رایانه‌های قابل حمل در محل، نسخه‌های الکترونیکی رویه مناسب است. با استفاده از الگوهای الکترونیکی و صفحات گسترده^۱ می‌توان خطاهای موجود در ثبت اطلاعات را کاهش داد و محاسبات خودکار را فراهم کرد.

۵-۴ آموزش کارکنان نمونه‌برداری

بهتر است، کلیه کارکنان نمونه‌برداری قبل از دریافت اجازه کار بدون نظارت، به طور کامل آموزش ببینند. توصیه می‌شود، در صورت لزوم آموزش شامل موارد زیر باشد:

۵-۴-۱ اصول و روش‌های تامین و توزیع آب؛

۵-۴-۲ اصول و روش‌های بهداشت تامین آب؛

۵-۴-۳ دانش مقدماتی در زمینه مورد نظر، به عنوان مثال شیمی آب و میکروبی شناسی؛

۵-۴-۴ شناسایی قابلیت‌های آسیب پذیری محل تامین آب از آلودگی، از جمله مطالعات موردی رویدادهای معتبر آلودگی با تاکید بر آلودگی مدفوعی.

۵-۴-۵ آزمون در تمامی جنبه‌های نمونه‌برداری؛

۵-۴-۶ نظارت بر مهارت کارکنان برای انجام اندازه‌گیری‌های تجزیه‌ای یا برای کارکردن با تجهیزات پایش برخط، با روش‌های آزمایشگاهی، در نظر گرفته می‌شوند.

۵-۴-۷ بازبینی این بخش از استاندارد ISO 5667 به علاوه بررسی بندهای مرتبط استاندارد مرجع؛

۵-۴-۸ محتوای کامل رویه نمونه‌برداری با تاکید ویژه بر شناسایی و مهار خطرات و اجتناب از مخاطرات بالقوه. پس از آموزش، بهتر است، کلیه عملکردهای کارکنان نمونه‌برداری تحت نظارت منظم قرار گیرد. توصیه می‌شود، روش‌های پایش و بازبینی، معیار عملکرد رضایت بخش و رویه بازآموزی ثبت شود. بهتر است، آموزش به صورت منظم به روز گردد. اطلاعات دقیق‌تر درخصوص الزامات آموزش کارکنان در استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۰۲۵ ارائه می‌شود.

توصیه می‌شود، سابقه آموزشی برای هر یک از اعضای کارکنان با جزئیات آموزش داده شده، با تاریخ‌ها و ارزیابی صلاحیت، نتایج حاصل از بازبینی‌های ارزیابی، بازآموزی یا آموزش‌های بیشتر و هر گونه ارزیابی مجدد صلاحیت، ایجاد گردد. حداقل بازبینی این قبیل آموزش سالانه در نظر گرفته می‌شود.

۶ راهبرد و سازمان‌دهی

۶-۱ زمان، مدت و تناوب نمونه‌برداری

منظور از نمونه‌برداری به دست آوردن نمونه نمایان‌گر برای تحقق هدف مطالعه است که به موارد زیر اشاره دارد:

۶-۱-۱ نمایان‌گری زمانی؛

۶-۱-۲ نمایان‌گری مکانی؛

۶-۱-۳ روش نمونه‌برداری قابل اجرا.

فرض بر این است که نمونه‌برداری با دقت و توجه به گذشت زمان، وسیله نقلیه و تجهیزات مناسب و همچنین توسط کارکنان حرفه‌ای دارای صلاحیت، برنامه‌ریزی می‌شود (به بند [۷] کتاب‌نامه مراجعه شود). ممکن است، زمان نمونه برداری، مدت و تناوب آن در بسیاری از تحقیقات، برای مثال، فاضلاب‌ها، آب‌های سطحی و زیرزمینی، تغییر کند. دسته‌بندی آنها بر اساس قوانین، مسائل یا سایر شرایط محیطی است. (برای کسب اطلاعات بیشتر، به استاندارد ISO 5667-1 و با توجه به نوع پیکره آبی به استانداردهای سری ISO 5667 مراجعه شود).

۲-۶ مکان‌های نمونه‌برداری

به منظور دستیابی به یک ایده اولیه در مورد نقطه نمونه‌برداری، بازبینی اسناد و مدارک موجود، سودمند است. مستندات از طریق مختصات موقعیت (مقادیر مختصات طولی و عرضی) تعریف می‌شود. این کار شامل نقشه‌ها (بازبینی کلی و جزئی)، و عکس‌ها (در صورت لزوم عکس‌های گرفته شده در فصول مختلف) است. در عمل، مفید بودن GPS^۱ نوبری گوشی‌های دستی با نقشه‌های توپوگرافی، به اثبات رسیده‌اند (به بند [۷] کتاب‌نامه مراجعه شود). برای کسب اطلاعات بیشتر، به استاندارد ISO 5667-1 و با توجه به نوع پیکره آبی به استانداردهای سری ISO 5667 مراجعه شود.

البته بررسی نقطه نمونه‌برداری با توجه به شرایط محلی، ضروری است. ارزیابی این که آیا یک نقطه نمونه‌برداری نمایان‌گر منطقه مورد بررسی است و این که آیا نقطه نمونه‌برداری به راحتی در دسترس است، تنها در محل امکان‌پذیر است.

۷ جمع‌آوری و جابه‌جایی نمونه

۷-۱ بررسی تجهیزات و وسیله نقلیه پیش از انجام یک برنامه نمونه‌برداری

بهتر است، کارکنان نمونه‌برداری یک برنامه نمونه‌برداری تنظیم شده واضح را دریافت نمایند. سپس نمونه‌برداری بر اساس رویه‌های عملیاتی تهیه می‌شود. توصیه می‌شود، به منظور تهیه مواد و تجهیزات و همچنین آماده‌سازی آنها برای نمونه‌برداری، تعهدات بین مشتری، آزمایشگاه و کارکنان نمونه‌برداری به صورت روشن تعریف شود (به بند [۸] کتاب‌نامه مراجعه شود). مراحل اصلی آماده‌سازی به منظور نمونه‌برداری عبارتند از (به بند [۷] کتاب‌نامه مراجعه شود):

۷-۱-۱ تهیه تجهیزات تمیز نمونه‌برداری، ظرف ذخیره و انتقال مایعات و دستگاه‌های پیش تصفیه نمونه (همگن سازی، پالایش).

۷-۱-۲ تهیه ظروف تمیز نمونه و مهر و موم آن‌ها به تعداد کافی با توجه به عوامل یا گروه‌های عامل مورد بررسی. توصیه می‌شود از دربندی ظروف حین حمل و نقل، اطمینان حاصل شود؛ هیچ تغییراتی نمی‌تواند در عوامل یا گروه‌های عامل مورد بررسی ناشی از جنس ظروف از طریق آلودگی، جذب، انتشار یا خروج گاز، مجاز باشد.

۷-۱-۳ تهیه مواد (به عنوان مثال، برچسب‌های ظروف نمونه).

۷-۱-۴ تهیه مواد به منظور حفاظت نمونه و جداسازهای لازم؛

۷-۱-۵ تهیه اسناد نمونه‌برداری متشکل از برنامه نمونه‌برداری، فرم‌های نمونه‌برداری و مدارک نقطه نمونه-برداری؛

۷-۱-۶ تهیه و آماده‌سازی تجهیزات برای اندازه‌گیری‌های در محل (به عنوان مثال دما، اکسیژن، مقدار pH، هدایت الکتریکی، کدورت و محلول‌های آزمون مورد نیاز برای انجام آزمون در محل)؛

۷-۱-۷ تهیه تجهیزات حفاظتی و ایمنی مناسب؛

۷-۱-۸ پیش‌بینی دسترسی‌های مجاز (به عنوان مثال مجوزهای خاص، مجوزهای عبور و مرور، برگه‌های شناسایی شرکت، راهنماها)؛

۷-۱-۹ آماده‌سازی وسیله نقلیه نمونه‌برداری با توجه به عملیات و ایمنی عبور و مرور، نظافت و دستگاه خنک‌کننده وسیله نقلیه؛

۷-۱-۱۰ بارگیری دستگاه‌ها و تجهیزات به‌منظور انبارش در وسیله نقلیه نمونه‌برداری به‌طوری که در مقابل لغزش مقاوم و از آسیب مصون بوده و به خوبی در آن توزیع شده باشد.

۷-۲ آماده‌سازی برای نمونه‌برداری در محل

مهم این است که:

۷-۲-۱ درستی مکان نمونه‌برداری (مختصات، تعداد نقطه نمونه‌برداری، موقعیت دقیق (به عنوان مثال، ساحل/چپ / راست)، رودخانه-مرکز) را تصدیق نمایید؛

۷-۲-۲ شرایط نمونه‌برداری (تاریخ، زمان، آب و هوا، مشخصات سطح و درون آب‌ها، در صورت لزوم سابقه سطح و جریان آب) را پایش کنید؛

۷-۲-۳ تجهیزات نمونه‌برداری و ظروف نمونه را بر اساس نوع و مواد انتخاب کنید؛

۷-۲-۴ از به کارگیری تجهیزات تمیز در هر نمونه برداری اطمینان حاصل کنید. مطلوب است تا تعدادی از دستگاه‌های نمونه برداری به راحتی در دسترس باشد. در صورتی که امکان پذیر نباشد، بهتر است، دستگاه‌های نمونه برداری توسط پیش شستشو^۱ با مواد نمونه یا آب یون زدایی شده به منظور جلوگیری از انتقال هر گونه جزء سازنده نمونه، تمیز شود. ممکن است در موارد خاص (به عنوان مثال غلظت بالای مواد جامد یا وجود آشکار روغن‌ها و چربی‌ها)، دستگاه‌های نمونه برداری با مواد نمونه، پیش شستشو نشود؛

۷-۲-۵ ظروف نمونه علامت گذاری شده را به منظور درستی و کامل بودن یا برای برچسب گذاری دائمی، بررسی کنید.

۷-۳ اندازه گیری‌های میدانی

بهتر است، اندازه گیری‌های در محل قبل از نمونه برداری واقعی انجام شود، چون این اندازه گیری‌ها می‌توانند رویه‌هایی را که برای نمونه برداری توصیه می‌شود، ارائه دهند. این اندازه گیری‌ها می‌تواند یا به طور مستقیم در محیط نمونه برداری، یا در نمونه نقطه‌ای که پس از اندازه گیری دور ریخته می‌شود، انجام گیرد. توصیه می‌شود، در اسکوپ^۲ یا ظروف جمع‌آوری نمونه از حسگرها یا الکترودهای مختلف استفاده نشود، زیرا استفاده از حسگرهای مختلف، می‌تواند در آلودگی نمونه نقش داشته باشد (به بند [۸] کتاب‌نامه مراجعه شود).

آنچه اهمیت دارد این است که اطمینان حاصل شود، دستگاه‌های در محل به صورت منظم و اسنجی می‌شوند. آزمون‌ها و واسنجی‌های عملکردی و هم‌چنین نوع اسناد برای هر عامل در رویه‌های عملیات تنظیم می‌شود. بهتر است، تصدیق در محل تجهیزات، در جا، قبل و بعد از مجموعه‌ای از اندازه گیری انجام شود.

دمای نمونه را در محل اندازه گیری و ثبت نمایید. بهتر است، عوامل فیزیکی (برای مثال pH، گازهای محلول، جامدات معلق) در محل یا در اسرع وقت پس از آن تعیین شود. اندازه گیری pH در آب‌های کم یون با ظرفیت بافری کم یا در آب‌های شور، مستلزم شرایط اندازه گیری خاصی است. بهتر است، برای بعضی از حسگرهای اکسیژن، جریان یا تحریک کمینه تضمین شود. در صورت شکستگی، حسگرهای جایگزین را آماده نمایید.

توصیه می‌شود، نتایج این عملیات (کنترل اوزان و مقیاس دستگاه‌های میدانی، مدیریت محلول‌های واسنجی) ثبت و ذخیره گردد.

۷-۴ نمونه برداری

۷-۴-۱ نمونه‌های لحظه‌ای

نمونه‌های لحظه‌ای مستلزم گرفتن وضعیت جاری با توجه به زمان و/یا مکان از پیکره آبی است. بهتر است، نمونه‌ها به‌خصوص در مواقعی که تغییر کوتاه مدت در غلظت مواد سنجیدنی تحت اندازه گیری در نمونه انتظار

1 - Pre-rinsing
2 - Scoop

می‌رود، جمع‌آوری شوند. از جمله دلایل این مسئله می‌تواند خروج شدید گاز، تخریب سریع‌تر، جذب یا آلودگی باشد. هنگام بیرون آوردن نمونه به وسیله دستگاه‌های مناسب، این اثرات کاهش می‌یابد. بهتر است، پر کردن مستقیم نمونه لحظه‌ای در ظرف نمونه، مورد توجه باشد. توصیه می‌شود، مواد در مخزن با توجه به عوامل مورد بررسی انتخاب شود. از آلودگی نمونه از طریق ته‌نشینی مواد جامد یا مایع در تجهیزات نمونه‌برداری باید جلوگیری شود.

برای کسب اطلاعات بیشتر، به استاندارد ISO 5667-1 و با توجه به نوع پیکره‌آبی به استانداردهای سری ISO 5667 مراجعه شود.

در برخی موارد بهتر است، ظرف نمونه به گونه‌ای بسته شود که نسبت به هوا نفوذ ناپذیر بوده و هیچ گازی پس از پر کردن در بالای مایع، وجود نداشته باشد.

۷-۴-۲ نمونه‌های مرکب

برای جمع‌آوری نمونه‌ی مرکب، چند نمونه‌ی لحظه‌ای در طول یک دوره زمانی معین گرفته می‌شود. این نمونه‌ها به صورت دستی یا به وسیله یک دستگاه نمونه‌برداری خودکار که نمونه‌ها را به صورت مداوم یا ناپیوسته جمع‌آوری می‌کند، مخلوط می‌شوند. بهتر است، هنگام استفاده از سیستم‌های نمونه‌برداری خودکار، مراقب بود که هیچ موادی در سیستم‌های خط لوله قرار نداشته باشد. بهتر است، کلیه بخش‌های انتقال آب از پمپ، شلنگ‌ها یا لوله‌ها و تجهیزات نمونه‌برداری وابسته از موادی تولید شوند که با توجه به مواد سنجیدنی تحت اندازه‌گیری، نمونه را تغییر ندهد.

بهتر است، به منظور به حداقل رساندن خروج گاز مواد فرار، پمپ‌های فشاری با عملکرد جانبی^۱ (پمپ‌های شناور) به سیستم‌های خلاء ترجیح داده شود. توصیه می‌شود، برای جلوگیری از نشت روان‌کننده به آب یا نمونه، پمپ به صورت خود روان‌کاری^۲ عمل نماید.

بهتر است، برای نمونه‌برداری خودکار با دستگاه‌های پیوسته و مجزا در محل، روش‌های تضمین کیفیت ویژه‌ای توسط متصدی، همانند طرح زیر، تنظیم شود (به بند [۷] کتاب‌نامه مراجعه شود):

۷-۴-۲-۱ موقعیت نقطه برداشت آب؛

۷-۴-۲-۲ نوع پمپ (مکش یا فشاری)؛

۷-۴-۲-۳ جنس ماده تمامی بخش‌های انتقال آب (پمپ، لوله‌ها / شلنگ‌ها از جمله اتصالات، دستگاه نمونه-برداری)؛

1 -Pressure side-acting pumps

2- Self-lubricating

۷-۴-۲-۴ فواصل زمانی و حجم‌های نمونه‌های افزایشنده؛

۷-۴-۲-۵ خنک کردن / منجمد کردن / حفاظت؛

۷-۴-۲-۶ انتقال نمونه‌های مرکب پس از همگن‌سازی در ظروف نمونه؛

۷-۴-۲-۷ تمیز کردن، تعمیر و نگهداری تجهیزات.

۷-۴-۳ پیش تصفیه نمونه برداری

از آنجایی که نمونه‌های آب با توجه به اجزای تشکیل دهنده آنها می‌تواند در معرض تغییرات بسیار سریع ناشی از فعالیت زیستی و فرایندهای واکنش شیمیایی باشد، بهتر است، بلافاصله پس از نمونه برداری، اقدامات حفاظت یا پیش تصفیه مناسب انجام گیرد. بهتر است، نوع پیش تصفیه و حفاظت نمونه برای هر عامل یا گروه عامل در یک " طرح ظرف و نگهداری " تنظیم و در یک روش عملیاتی استاندارد، گنجانده شود. توصیه می‌شود، کارکنان نمونه برداری به آیین کارهای حفاظت ارائه شده توسط آزمایشگاه عمل کنند.

۷-۴-۴ همگن‌سازی و زیر نمونه برداری

اگر حجم نمونه مورد نیاز آنقدر بزرگ است که چندین برداشت از طریق مکش مورد نیاز است و/یا باید ظروف مختلف نمونه با یک نمونه پر شود، بهتر است، از همگنی نمونه اطمینان حاصل شود. این امر به ویژه در نمونه‌های حاوی ذرات و برای تعیین مواد مورد تجزیه، که با ذرات جامد غنی می‌شود، حائز اهمیت است. بهتر است، برای حجم‌های نمونه بزرگ، از همگن‌کننده‌هایی با ظروف نمونه قابل حمل و با همزن مغناطیسی یا مکانیکی برای نمونه برداری فاضلاب استفاده شود.

با توجه به دامنه تحقیقات، انواع زیر به وجود می‌آیند (به بند [۷] کتاب‌نامه مراجعه شود).

۷-۴-۴-۱ زیرنمونه برداری از یک سطل

در عمل، سهولت انجام نمونه برداری با سطل ثابت شده است. پیش شرط این است که تمام زیرنمونه‌ها را می‌توان از آن پر کرد و هیچ ناهمگنی در نمونه لحظه‌ای وجود ندارد. نمونه با استفاده از ظرف مناسب جمع‌آوری و سپس در ظروف مختلف نمونه توزیع می‌شود. زیر نمونه‌ها برای عوامل وابسته به مواد معلق وجود دارد (از قبیل فلزات سنگین، فسفرکل)، فوری در بطری ریخته می‌شود. در صورت لزوم، بهتر است، نمونه برداشته شده به آرامی، بین عملیات پر کردن مجزا با استفاده از میله همزن مناسب، همگن شود.

۷-۴-۴-۲ زیرنمونه برداری با استفاده از یک همگن‌کننده

نمونه‌های قاشقی تکی، نخست در یک ظرف جمع‌آوری به اندازه کافی بزرگ قرار می‌گیرد که ظروف نمونه مختلف (زیر نمونه‌ها) پس از اختلاط آرام، مداوم و کامل به وسیله یک شیر توزیع پر خواهد شد. برای جمع‌آوری، اختلاط و پرکردن حجم‌های بزرگ نمونه، از همگن‌کننده‌ها با مخازن قابل حمل نمونه و با همزن مغناطیسی یا مکانیکی به خوبی مناسب هستند، همان‌گونه که برای نمونه‌برداری فاضلاب به کار برده می‌شوند. در طول پرشدن ظروف نمونه، بهتر است همزدن ملایم ادامه یابد و در نتیجه از تبادل گاز اجتناب شود. برای نشان دادن همگنی نمونه در ظرف، پایش عوامل فیزیکی- شیمیایی مربوطه (به عنوان مثال ماده معلق، فلزات، ترکیبات آلی) روی نمونه‌ها، در ارتفاع‌های مختلف در ظرف صورت می‌گیرد. - برای تعیین مدت همگن‌سازی برای دستیابی به ترکیب همگن جریان داخل ظرف، - برای حصول اطمینان از نمایان‌گر بودن نمونه. بهتر است، به منظور برآوردن معیار همگنی، بیشینه اختلاف بین دو اندازه‌گیری عامل انتخاب شده به طور ترجیحی $> 20\%$ باشد. برای کسب جزئیات بیشتر، به مثال پیوست پ مراجعه شود. برای جلوگیری از تغییرات ناشی از ورود بیش از حد هوا، بهتر است، ظروف نمونه برای تعیین عوامل فرار خاص تا زمان لبریز شدن، پر شوند، حداقل دو حجم برای سرریز شدن منظور گردد و سپس بلافاصله درپوش گذاشته شده و برای حصول اطمینان از عدم وجود حباب‌های هوا، بررسی شود.

۷-۴-۵ پالایه کردن^۱

در برخی از موارد، هدف نمونه‌برداری تعیین اجزای محلول (به عنوان مثال فلزات، مواد مغذی، DOC) است. برخی از الزامات در استاندارد ISO 5667-3:2012 بند ۲-۶ (پالایه کردن در محل) ارائه می‌شود. برای این منظور، مقتضی است در محل نمونه‌برداری پیش از انتقال به آزمایشگاه، "ذرات" موجود از جزء "محلول" جدا شود. به این ترتیب، تغییرات در ترکیب که ممکن است پس از نمونه‌برداری و قبل از هر گونه پالایه در آزمایشگاه یا تجزیه اتفاق افتد، به حداقل می‌رسد. اگر پالایه کردن در محل ممکن نباشد، بهتر است نمونه‌ها بلافاصله پس از دریافت نمونه در آزمایشگاه پالایه شوند. اگر عملیات جداسازی مواد جامد (به عنوان مثال پالایه کردن، ته‌نشینی، سانتریفیوژ) مورد نیاز باشد، بهتر است به طور کلی قبل از حفاظت انجام شود. انتخاب روش‌های پالایه کردن بستگی به طیف بررسی دارد. توصیه می‌شود، رویه‌های مربوطه استانداردهای مجزا، در نظر گرفته شود.

به منظور پالایه کردن در محل، دستگاه‌های قابل حمل پالایه با استفاده از پالایه‌های غشایی (به عنوان مثال μm ۰/۴۵) همراه با سرنگ‌های یک‌بار مصرف استفاده شده است. شستشوی پالایه در آزمایشگاه یا در محل برای عوامل خاصی که با توجه به جنس پالایه، ممکن است در آن موجود باشد، ضروری است (به بند [۸] کتاب‌نامه

مراجعه شود). بهتر است، جنس پالایه به طور منظم برای مقادیر شاهد، قبل از استفاده به منظور نمونه‌برداری بررسی شود.

به دلیل هدر رفتن قابل توجه نمونه، به ویژه در نمونه‌های با مقادیر بالای مواد معلق که به احتمال زیاد از طریق جذب به دیواره‌های ظرف در زمان بسیار کوتاهی رخ می‌دهد، توصیه می‌شود که به منظور پایش فلزات محلول در الویت، پالایه‌کردن نمونه‌های آب تحت شرایط استاندارد و بلافاصله بعد از نمونه‌برداری در محل صورت گیرد (به بند [۹] کتاب‌نامه مراجعه شود).

۷-۴-۶ نگره‌داری ضمن نمونه‌برداری

الزامات نگره‌داری از اجزاء مورد تجزیه به طور جداگانه براساس استاندارد ملی شماره ۹۸۸۶، مستند می‌شود. این الزامات، مبنای آماده‌سازی یک " طرح ظرف و نگره‌داری " را تشکیل می‌دهد. اگر نمونه‌ها تابع استانداردهای دیگر نباشند، الزامات استاندارد ملی شماره ۹۸۸۶، را در نظر گرفته می‌شود.

برای نمونه‌هایی که در آنها از نگره‌دارنده استفاده نمی‌شود، برای به حداقل رساندن آلودگی ناشی از منابع خارجی، بهتر است ظروف نمونه پر و بلافاصله بسته شوند (به عبارت زیر توجه نمایید).

ضروری است، اطمینان حاصل شود که هر گونه مواد نگره‌دارنده به طور دقیق تهیه و توزیع می‌شود. بهتر است، ظروف نمونه مربوط به نمونه‌های نگره‌داری شده شیمیایی (به طور انحصاری برای بررسی‌های یکسان) استفاده و طبق آن علامت‌گذاری شود. از برچسب زنی مغشوش و آلودگی در بطری اجتناب کنید. توصیه می‌شود، به زمان ماندگاری نگره‌دارنده توجه شود.

هنگام آماده‌سازی بطری‌های حاوی مواد نگره‌دارنده، توصیه می‌شود که آماده‌سازی ظروف به ترتیبی انجام گیرد تا خطر وقوع انحراف ناشی از آلودگی ماده مورد تجزیه در اثر نگره‌دارنده مورد استفاده برای جزء مورد اندازه‌گیری دیگر در ادامه‌ی تجزیه، به حداقل برسد. به عنوان مثال، بهتر است استفاده از کلروفرم به عنوان یک عامل زیست‌کش در نگره‌داری نمونه‌ها برای کاربردهای خاص در محیطی مشابه با جایی که بطری‌ها برای جمع‌آوری نمونه‌ها به منظور غربالگری حلال‌کلردار مورد نیاز است، صورت نگیرد.

بهتر است، فرایند روی نمونه‌های تضمین کیفیت مورد استفاده برای انتقال، تثبیت و انبارش همانند نمونه‌های آزمون باشد. علاوه بر این، بهتر است اطلاعات شناسایی بر روی برچسب‌های نمونه مربوط به نمونه‌های تضمین کیفیت از مجهول بودن هویت به عنوان نمونه QA اطمینان حاصل شود.

۸ شناسایی نمونه

بهتر است، هر ظرف نمونه به طور واضح و بادوام علامت‌گذاری شود. از نشان‌گرهای حاوی حلال (خطر آلودگی نمونه) استفاده نکنید. به عنوان مثال، برچسب می‌تواند شامل اطلاعات زیر باشد:

(۱) تعداد نمونه؛

۲) نقطه نمونه برداری؛

۳) تاریخ و زمان؛

۴) مواد نگهدارنده، با اطلاعات کاربردی در مورد نوع و مقدار افزایش؛

۵) پیش تصفیه نمونه در محل (به عنوان مثال پالایه شده).

برای عوامل مورد نظر (گروه‌ها)، به منظور جلوگیری از آلودگی جانبی، از مجموعه‌هایی به طور واضح قابل تشخیص برای ظروف نمونه استفاده کنید.

۹ پروتکل نمونه میدانی

هر نقطه نمونه برداری را شرح دهید. در مورد برنامه بلند مدت، شرایطی که مورد توافق است و بدون تغییر می ماند نیاز به بیان دوباره ندارد. در این مورد، فقط ثبت خلاصه وضعیت از اندازه‌گیری‌های در محل و متغیرهایی مانند شرایط آب و هوایی و مشاهدات غیرمعمول، نیاز است، به عنوان مثال:

۱) انحراف‌ها از برنامه نمونه برداری؛

۲) ناهنجاری‌ها و جزئیات نمونه برداری؛

۳) استفاده‌های انسانی غیر معمول (تخلیه‌ها، برداشت‌های آب)؛

۴) انحراف از روش‌های کار عملیاتی.

هنگامی که اختلالات رخ می‌دهد، تکمیل پروتکل با طرح‌ها و عکس‌ها مفید است.

هنگامی که نمونه برداری به دلایل خاص انجام می‌شود، بهتر است، اطلاعات تفصیلی از جمله، دلایل نمونه برداری و هر گونه مراحل نگهداری اعمال شده، معلوم باشد.

۱۰ انتقال و انبارش نمونه‌ها

انتقال نمونه و پذیرش آن در آزمایشگاه ارتباط بین نمونه برداری و تجزیه است.

الزامات در استانداردهای تجزیه‌ای مجزا در رابطه با استاندارد ISO 5667-3 مبنای انتقال و انبارش نمونه است. اگر نمونه‌ها تابع استانداردهای دیگر نباشد، الزامات استاندارد ISO 5667-3 را در نظر بگیرید.

بهتر است در صورت امکان، نمونه‌ها در همان روز نمونه برداری به آزمایشگاه تحویل داده شوند. توصیه می‌شود طی انتقال، شرایط انتقال مقرر در روش کار تجزیه (به عنوان مثال، خنک نگاه داشتن) رعایت شود. بهتر است، نمونه برداری و تجزیه در دوره زمانی مربوط به روش‌های تجزیه مربوطه، اتفاق افتد.

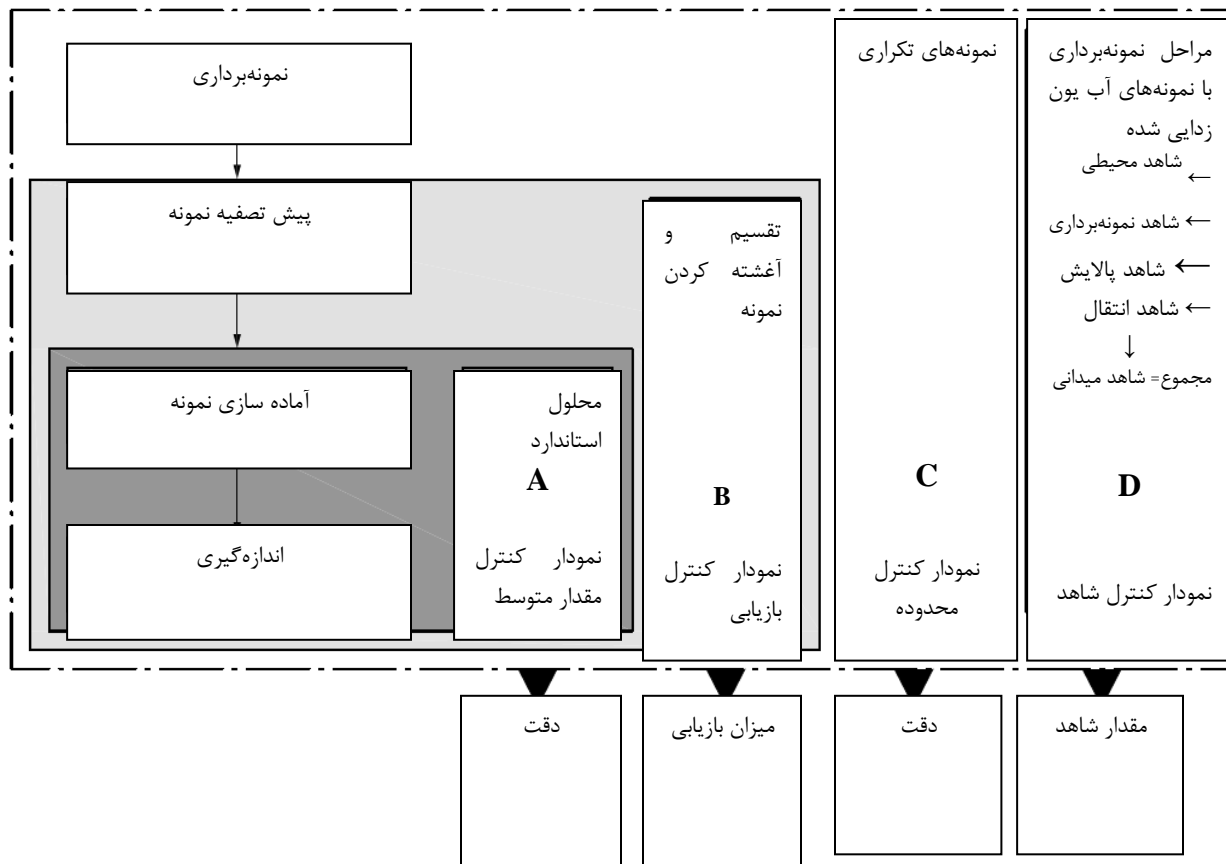
بهتر است، ظروف محتوی نمونه مطابق " طرح ظرف و نگهدارنده " طوری به آزمایشگاه منتقل شود که از یخ زدن و شکستگی، گرما و نور حفاظت شود. این کار برای حصول اطمینان و تایید پروتکل نمونه برداری است.

بهتر است، نمونه‌ها و پروتکل نمونه‌برداری توسط کارکنان نمونه‌برداری به صورت صحیح، به متصدی آزمایشگاه یا نقطه جمع‌آوری نمونه مربوطه منتقل شود. در صورت عدم امکان، بهتر است نمونه‌ها با روشی مناسب ذخیره شود.

۱۱ فنون کنترل کیفیت نمونه‌برداری

۱-۱۱ عمومی

نمونه‌برداری در استاندارد ISO 5667-1 به عنوان فرایند برداشتن قسمتی از پیکره آبی (لجن و/یا رسوب)، با هدف نمایان‌گر بودن نمونه به منظور بررسی خصوصیات معین مختلف، تعریف می‌شود. راهنمایی که با توجه به روش‌های کار کنترل کیفیت، در زیر ارائه می‌شود، می‌تواند برای شناسایی و تعیین کمی خطاهای مرتبط با نمونه‌برداری، مورد استفاده قرار گیرد. اندازه‌گیری‌های کنترل کیفیت برای کنترل روند کلی یا بخشی از مراحل تجزیه، استفاده می‌شود. کنترل‌های کیفی متداول در شکل ۲ نشان داده می‌شود. درستی نمونه‌برداری به صورت مجموع دقت و درستی را نمی‌توان به طور مستقیم تعیین کرد، زیرا فقدان درستی مراحل بعدی (آماده‌سازی نمونه و اندازه‌گیری) در اندازه‌گیری وارد می‌شود. درستی نتایج بررسی آب از مقادیر بزرگ‌تر از نتیجه نمایان‌گر، به طور معمول قابل تصدیق نیست، از آن جایی که تنها راه تصدیق روش کار، آغشته کردن نمونه به آسانی امکان‌پذیر نیست. اگر دقت سایر زیرگام‌های تجزیه معلوم شود، دقت نمونه‌برداری را تنها می‌توان به طور غیرمستقیم تعیین کرد.



راهنما:

- A تعیین دقت و درستی آماده سازی نمونه و اندازه گیری
 B تعیین بازیابی از پیش تصفیه نمونه، آماده سازی نمونه و اندازه گیری
 C تعیین دقت فرآیند کلی (نمونه برداری، پیش تصفیه نمونه، آماده سازی نمونه و اندازه گیری)
 D تعیین مقدار شاهد فرآیند کلی

شکل ۲- تصویر طرحواره کنترل های کیفی معمول برای تجزیه آب^۱

لازم به تاکید است که بهتر است، معیارهای کنترل کیفیت مورد بحث در زیر، به طور کامل در چارچوب یک روش سازمان یافته خوب، به منظور کنترل کیفیت به کار گرفته شود. این امر شامل بازیابی روش کلی برای نمونه برداری با توجه به تناسب آن با هدف مورد انتظار است. بهتر است، انتخاب روش های نمونه برداری، مکان-های نمونه برداری، تعداد و نوع نمونه گرفته شده، آموزش کارکنان نمونه برداری، انتقال، نگهداری و انبارش نمونه در نظر گرفته شود. توصیه می شود، روش برگزیده به طور مناسب مستند و یک سیستم نگهداری سوابق ایجاد گردد. برنامه کنترل کیفیت مناسب می تواند شامل یک یا همه روش های ذکر شده در زیر باشد. تلاش انجام گرفته برای کنترل کیفیت نمونه به اهداف برنامه بستگی دارد، اما توصیه می شود که حداقل ۲٪ فعالیت های

^۱ - به بند [۱۰] کتاب نامه مراجعه شود.

تجزیه‌ای، به کنترل کیفیت نمونه‌برداری اختصاص یابد. همان‌طور که پیش‌تر اشاره شد، معیارهای کنترل کیفیت در نمونه‌برداری دارای سه هدف است:

(۱) ارائه یک روش پایش و تشخیص خطاهای نمونه‌برداری و هم‌چنین به عنوان وسیله رد داده‌های نامعتبر یا گمراه کننده؛

(۲) اثبات این که خطاهای نمونه‌برداری به طور مناسب کنترل شده است؛

(۳) نشان دادن تغییرپذیری نمونه‌برداری و در نتیجه ارائه راهنمای این جنبه مهم خطا.

در این بند، روش‌های کنترل کیفیت تشریح می‌شود:

(۱) جمع‌آوری نمونه‌های تکراری برای بررسی روی دقت نمونه‌برداری (به بند ۱۱-۲ مراجعه شود)؛

(۲) استفاده از نمونه‌های شاهد میدانی به منظور پایش منابع آلودگی نمونه (به بند ۱۱-۳ مراجعه شود)؛

(۳) استفاده از نمونه‌های آغشته‌شده به عنوان کنترل‌های کیفیت برای ارزیابی پایداری نمونه طی انتقال و انبارش (به بند ۱۱-۶ مراجعه شود).

۱۱-۲ نمونه‌های تکراری کنترل کیفیت

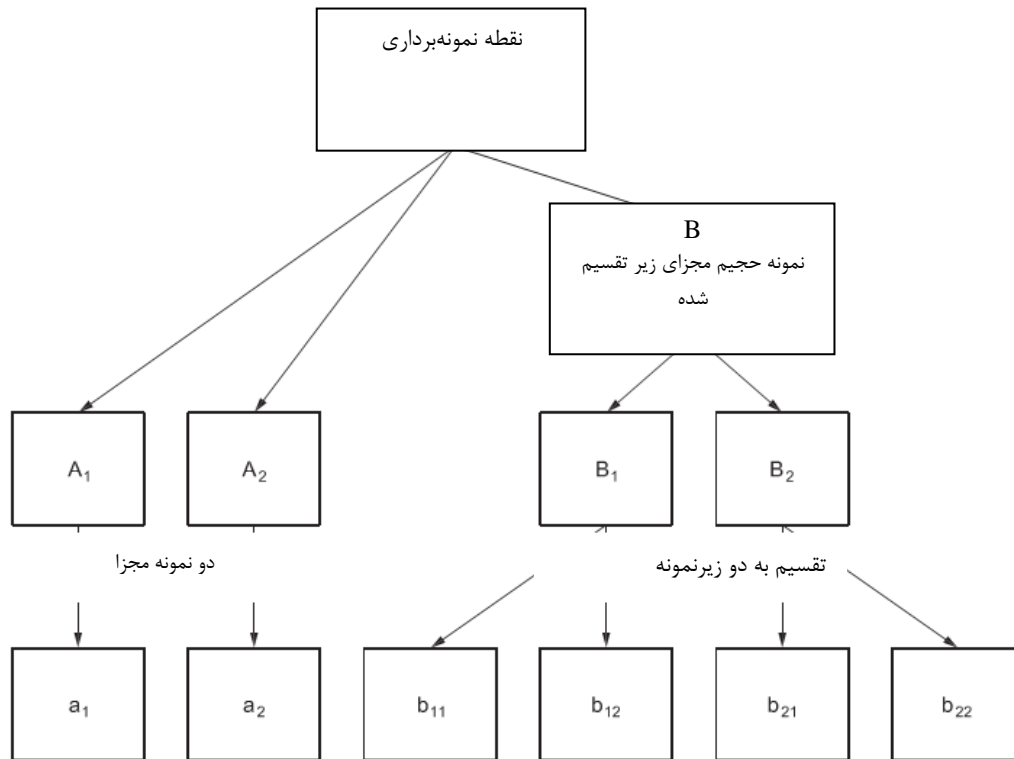
این اصطلاح می‌تواند برای پوشش طیف وسیعی از روش‌های کنترل کیفیت، با هدف ارزیابی خطای تصادفی مربوط به سطوح مختلف فرایند نمونه‌برداری مورد استفاده قرار گیرد:

۱۱-۲-۱ واریانس تحلیلی: آنالیزهای تکراری از نمونه یکسان آماده شده در آزمایشگاه می‌تواند برای برآورد خطای تجزیه‌ای کوتاه مدت استفاده شود؛

۱۱-۲-۲ واریانس تحلیلی و زیرنمونه‌برداری / انتقال: آنالیزهای نمونه‌های تکراری صورت گرفته در میدان (B_1) و (B_2) از نمونه فله (B) (نمونه به دست آمده از اجرای جداگانه روش کار نمونه‌برداری). تفاوت بین این قبیل داده‌ها، برآوردی از واریانس تحلیلی زیرنمونه‌برداری / انتقال (شامل انبارش اما به جز اثر ظروف نمونه‌برداری) را ارائه می‌دهد؛

۱۱-۲-۳ واریانس تحلیلی و کل نمونه‌برداری: آنالیز نمونه‌های فله‌ای به دست آمده از نمونه‌برداری مجزا. این مورد بیان‌گر واریانس فرآیند کلی نمونه‌برداری و آنالیز (A_1 و A_2) است.

ارتباط بین واریانس‌های نمونه‌برداری مختلف در نمونه‌های ۱۱-۲-۲ و ۱۱-۲-۳ به صورت طرح‌واره در شکل ۳ نشان داده می‌شود.



شکل ۳ - نمودار گردش نشانی دهنده ارتباط بین واریانس‌های نمونه‌برداری مختلف

تفاوت بین A_1 و A_2 ، برآوردی را از واریانس کل نمونه‌برداری (نمونه‌برداری، ظروف، انبارش و آنالیز) فراهم می‌آورد. تفاوت بین B_1 و B_2 (به صورت میانگین b_{11} و b_{12} و b_{21} و b_{22})، برآوردی را از واریانس تحلیلی به علاوه نمونه‌برداری (از جمله انبارش، به استثنای ظرف نمونه‌برداری) فراهم می‌آورد. تفاوت بین آنالیزهای تکراری b_{11} و b_{12} و b_{21} و b_{22} ، برآوردی را از دقت تجزیه‌ای ارائه می‌دهد. آنالیز نمونه‌های تکراری، برآوردی را از سهم خطای تجزیه‌ای برای همه مثال‌ها در شکل ۹ تا ۴ فراهم می‌کند. مقایسه بین برآوردهای مختلف واریانس تشریح شده در بالا می‌تواند برای شناسایی مهم‌ترین منابع عدم قطعیت اندازه‌گیری، مورد استفاده قرار گیرد، که در جداول ۲ و ۳ نشان داده می‌شود.

جدول ۲ - واریانس تحلیلی مورد استفاده برای شناسایی منابع عدم قطعیت اندازه‌گیری

| شماره نمونه | | ۱ | ۲ | ۳ | ۴ | ۵ | ۶ | ۷ |
|-------------------------------|----|--------|--------|--------|---------|---------|---------|---------|
| نتایج تکراری | -۱ | ۱,۶۱ | ۱,۷۲ | ۲,۲۱ | ۱,۳۸ | ۲,۲۵ | ۲,۸ | ۱,۷۴ |
| | -۲ | ۱,۵۵ | ۱,۹۸ | ۱,۹۹ | ۱,۵۵ | ۲,۴۴ | ۲,۵۵ | ۱,۵۵ |
| برآورد واریانس (درجه آزادی ۱) | | ۰,۰۰۱۸ | ۰,۰۳۳۸ | ۰,۰۲۴۲ | ۰,۰۱۴۴۵ | ۰,۰۱۸۰۵ | ۰,۰۳۱۲۵ | ۰,۰۱۸۰۵ |

یادآوری - برآورد مجموع واریانس (میانگین برآوردهای بالا) با درجه آزادی ۷ برابر ۰,۰۲۰۲۳ است.

نتایج تکراری زیر برای مجموعه‌ای از نمونه‌های فاضلاب به دست آمد، که هر کدام به دو بخش تجزیه‌ای تقسیم شدند. این نتایج به منظور کسب نتایج نشان داده شده در زیر، مورد آنالیز قرار گرفت.

جدول ۳ - واریانس تحلیلی و زیرنمونه‌برداری / حمل و نقل برای مجموعه‌ای از نمونه‌برداری فاضلاب

| شماره نمونه | | ۱ | ۲ | ۳ | ۴ | ۵ | ۶ | ۷ |
|-------------------------------|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| نتایج نمونه‌های تکراری | -۱ | ۲,۶۶ | ۱,۶۶ | ۲,۳۱ | ۱,۹۹ | ۱,۸۵ | ۱,۸۱ | ۲,۶۶ |
| | -۲ | ۱,۸۵ | ۲,۲۲ | ۱,۴۴ | ۱,۵۵ | ۲,۵۴ | ۲,۵۵ | ۱,۸۵ |
| برآورد واریانس (درجه آزادی ۱) | | ۰,۳۲۸۱ | ۰,۱۵۶۸ | ۰,۳۷۸۵ | ۰,۰۹۶۸ | ۰,۲۳۸۱ | ۰,۳۵۲۸ | ۰,۳۲۸۱ |

یادآوری ۱- برآورد مجموع واریانس به علاوه‌ی جاب‌جایی نمونه با درجه آزادی ۶ برابر ۰,۲۵۸ است.
یادآوری ۲- بهتر است، غلظت‌های نمونه‌ی منتخب مشابه با موارد انتخاب شده در جدول ۲ باشد.

دو برآورد واریانس تحلیلی و زیرنمونه‌برداری / حمل و نقل را می‌توان با استفاده از F-Table مناسب مقایسه کرد: مقدار F مشاهده شده برابر ۱۲,۷۵ است.

مقدار F از جدول F-Test (برای درجه‌های آزادی ۷ و ۶ و در سطح احتمال ۹۵٪) برابر ۴,۲ است. مقدار F مشاهده شده از مقادیر جدول ۲ و ۳ بزرگ‌تر از مقدار جدول F-Test است، این مسئله دلالت بر این دارد که منابع مهمی از اختلاف در مرحله نمونه‌برداری/جاب‌جایی وجود دارد. در مورد نمونه‌های گرفته شده، به عنوان مثال، برای اندازه‌گیری آمونیاک، بررسی این احتمال که نگهداری نمونه نیازمند توجه است یا غلظت‌هایی که در طول دوره‌ی نمونه‌برداری تغییر کرده‌اند، می‌تواند منطقی باشد.

۳-۱۱ نمونه‌های شاهد میدانی

این روش می‌تواند برای شناسایی هر گونه خطای مربوط به آلودگی ظروف نمونه‌برداری و فرایند نمونه‌برداری به کار رود (به شکل ۴ مراجعه شود).

یادآوری- نمونه‌های شاهد میدانی، نمونه‌های شاهد آزمایشگاهی هستند که به محل برده می‌شوند، عملیات مشابه نمونه‌ها روی آنها صورت می‌گیرد و به عنوان کنترل روش‌های نمونه‌برداری، آنالیز می‌شوند.

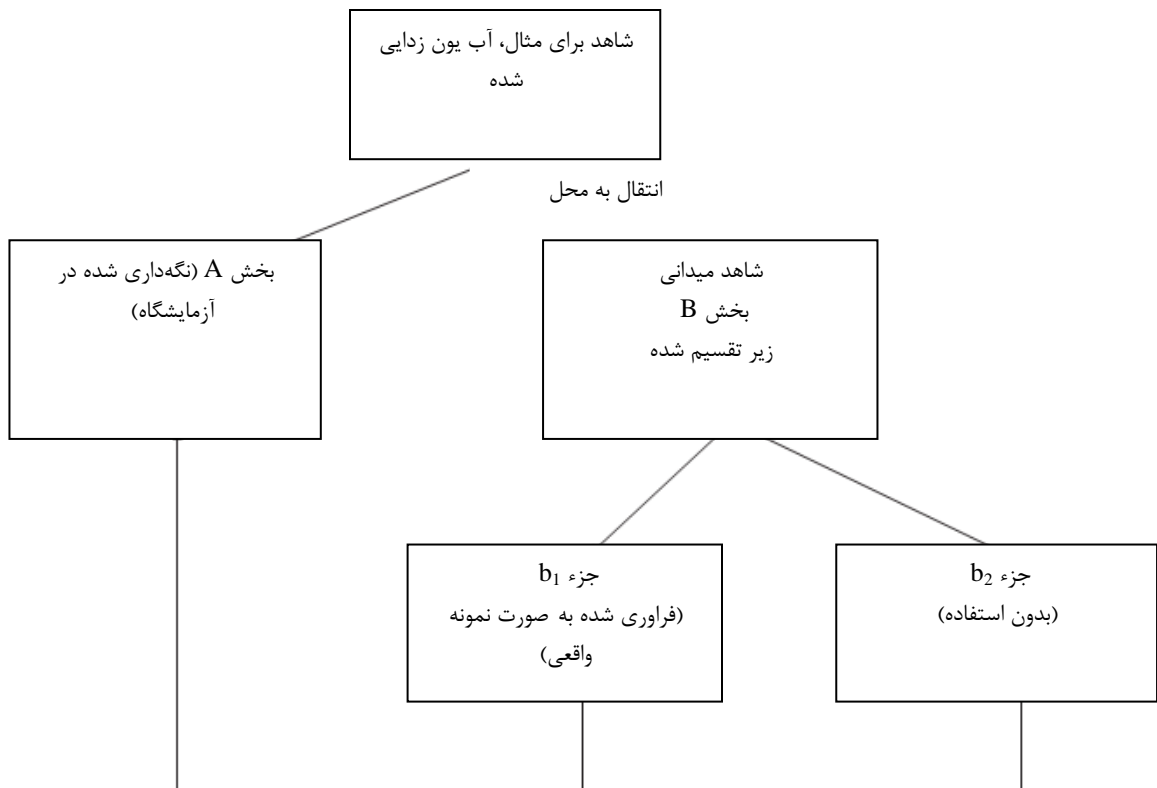
نمونه شاهد در آزمایشگاه تقسیم می‌شود، به عنوان مثال آب یون‌زدایی شده به دو بخش A و B تقسیم می‌گردد.

بخش A در آزمایشگاه باقی می‌ماند. بخش B شاهد میدانی، به محل منتقل شده و دوباره به اجزای b_1 و b_2 تقسیم می‌شود.

توصیه می‌شود، جزء b_1 با استفاده از ظرف نمونه‌برداری، تا حد امکان عملیات مشابه با نمونه‌های واقعی، بر روی آن صورت گیرد.

توصیه می‌شود، جزء b_2 نگهداری شده و بدون هیچ عملیاتی در محل، به آزمایشگاه برگردد.

بهتر است، جزء b_1 که عملیات بر روی آن صورت پذیرفته، به عنوان یک نمونه واقعی، به همراه جزء b_2 استفاده نشده به منظور تجزیه، به آزمایشگاه برگردانده شود.



شکل ۴ - نمودار گردشی تشریح روش‌های نمونه‌های شاهد میدانی با استفاده از آب یون‌زدایی شده برای شناسایی خطاهای آلودگی نمونه‌برداری

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و b_1 ، خطاهای ناشی از نمونه‌برداری، فراوری و انتقال را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و b_2 ، خطاهای ناشی از انتقال نمونه را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از b_1 و b_2 ، خطاهای ناشی از آلودگی ظروف نمونه‌برداری یا فرایندهای نمونه‌برداری را مشخص می‌کند.

۴-۱۱ شستشوی تجهیزات (ظروف نمونه‌برداری)

این روش می‌تواند برای شناسایی هر گونه خطای مربوط به آلودگی وسایل نمونه‌برداری و فرایند نمونه‌برداری ناشی از تمیز کردن ناقص مخازن نمونه‌برداری، مورد استفاده قرار گیرد (به شکل ۵ مراجعه شود).

روش‌های کار مربوط به شاهد‌های میدانی را می‌توان پس از نمونه‌برداری بلافاصله در محل استفاده کرد.

در آزمایشگاه، نمونه آب یون‌زدایی شده به دو بخش A و B تقسیم می‌شود. بخش A در آزمایشگاه نگاه‌داری می‌گردد. بخش B (شاهد میدانی) به محل منتقل شده و دوباره به اجزاء b_1 و b_2 تقسیم می‌شود.

توصیه می‌شود، جزء b_1 با استفاده از ظرف نمونه‌برداری، تا حد امکان عملیات مشابه با نمونه‌های واقعی، بر روی آن صورت گیرد.

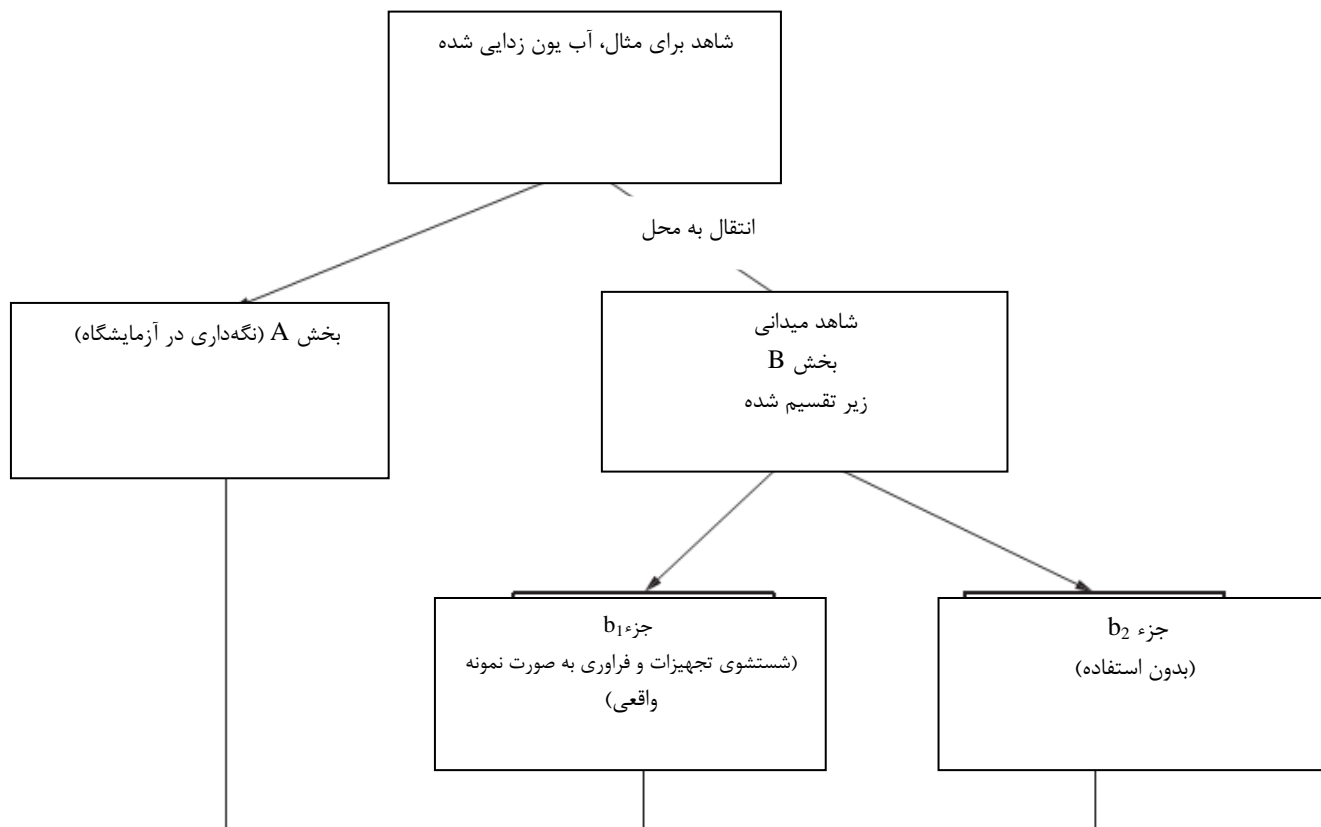
توصیه می‌شود، جزء b_2 نگاه‌داری شده و بدون هیچ عملیاتی در محل، به آزمایشگاه برگردد.

توصیه می‌شود، به منظور آنالیز، جزء b_1 به همراه جزء b_2 استفاده نشده، به آزمایشگاه برگردانده شود.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و جزء b_1 ، خطاهای ناشی از تمیز کردن ناقص ظروف نمونه‌برداری را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و جزء b_2 خطاهای ناشی از انتقال نمونه را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از اجزای b_1 و b_2 خطاهای ناشی از آلودگی ظروف نمونه‌برداری یا فرایندهای نمونه‌برداری ناشی از تمیز کردن ناقص ظروف نمونه‌برداری را مشخص می‌کند.



شکل ۵ - نمودار گردش تشریح شستشو با استفاده از آب یون زدایی شده شاهد به منظور شناسایی

آلودگی جانبی ناشی از وسیله نمونه برداری و فرایندهای نمونه برداری

۱۱-۵ باز یابی پالایه کردن

۱۱-۵-۱ عمومی

این روش می تواند برای شناسایی هر گونه خطای مربوط به آلودگی ظروف نمونه برداری و فرایند نمونه برداری مرتبط با پالایه کردن نمونه ها، مورد استفاده قرار گیرد.

در صورت الزام پالایه کردن نمونه ها در محل، بهتر است شاهد های میدانی و/یا نمونه های تضمین کیفیت استاندارد با استفاده از روش های کار پالایه کردن یکسان با نمونه های واقعی، تحت عملیات قرار گیرند.

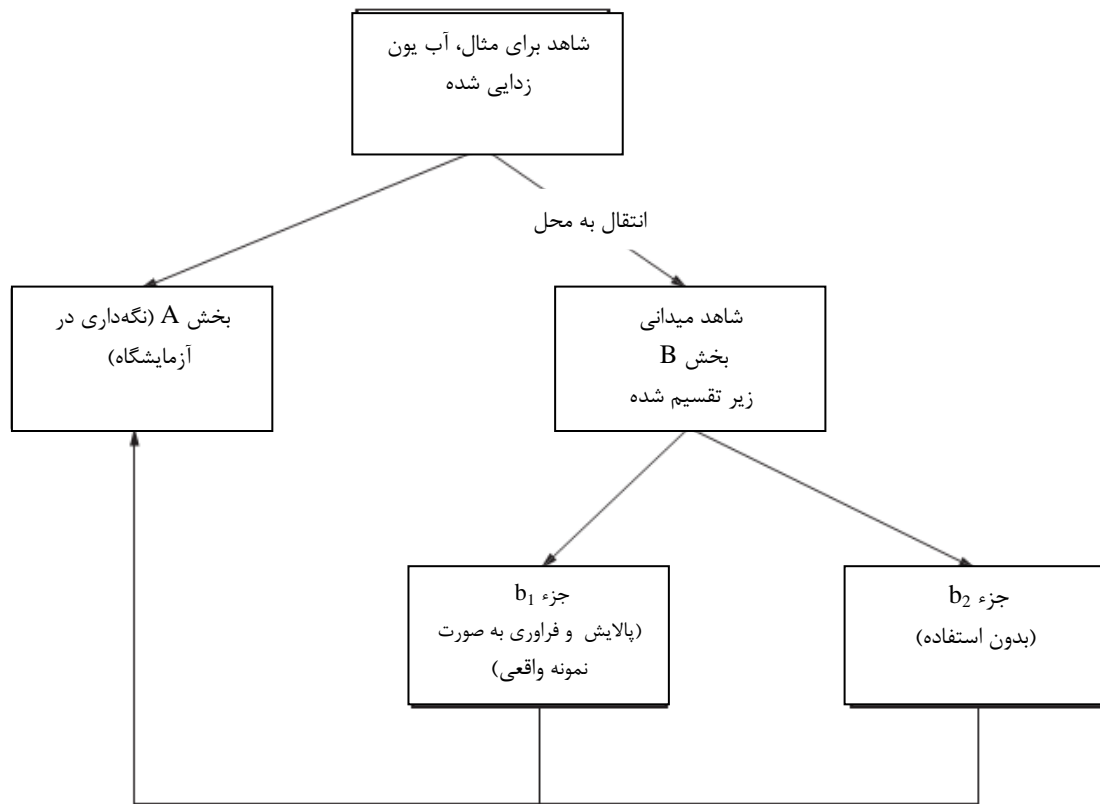
۱۱-۵-۲ پالایه کرن آب یون زدایی شده شاهد

این روش می تواند برای شناسایی هر گونه خطای مربوط به ظروف نمونه برداری، تجهیزات پالایه کردن، فرایندهای نمونه برداری و آلودگی نمونه ها، مورد استفاده قرار گیرد (به شکل ۶ مراجعه شود).

در آزمایشگاه، نمونه آب یون زدایی شده را به دو بخش A و B تقسیم کنید. بخش A در آزمایشگاه نگهداری می‌گردد. بخش B (شاهد میدانی) به محل منتقل و دوباره به اجزاء b_1 و b_2 تقسیم می‌شود.

توصیه می‌شود، جزء b_1 با استفاده از ظرف نمونه‌برداری و تجهیزات پالایه کردن، تا حد امکان عملیات مشابه با نمونه‌های واقعی، بر روی آن صورت گیرد. بهتر است جزء b_2 نگهداری شده و بدون هیچ عملیاتی در محل، به آزمایشگاه برگردانده شود.

بهتر است، جزء b_1 که عملیات بر روی آن صورت پذیرفته، به‌عنوان یک نمونه واقعی، به همراه جزء b_2 استفاده نشده به منظور تجزیه، به آزمایشگاه برگردانده شود.



شکل ۶ - نمودار گردش روش پالایه کردن آب یون زدایی شده شاهد برای شناسایی خطاهای ظرف نمونه و فرایند پالایه کردن نمونه

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و جزء b_1 ، خطاهای ناشی از پالایه کردن، فراوری و انتقال نمونه‌برداری را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و جزء b_2 ، خطاهای ناشی از انتقال نمونه را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از اجزای b_1 و b_2 ، خطاهای ناشی از آلودگی ظروف نمونه‌برداری یا فرایندهای نمونه‌برداری طی پالایه کردن را مشخص می‌کند.

۱۱-۵-۳ پالایه کردن نمونه تضمین کیفیت آغشته

این روش می‌تواند برای شناسایی هر گونه خطای مربوط به ظروف نمونه‌برداری، تجهیزات پالایه کردن، فرایندهای نمونه‌برداری و ناپایداری و آلودگی نمونه‌ها، مورد استفاده قرار گیرد (به شکل ۷ مراجعه شود).

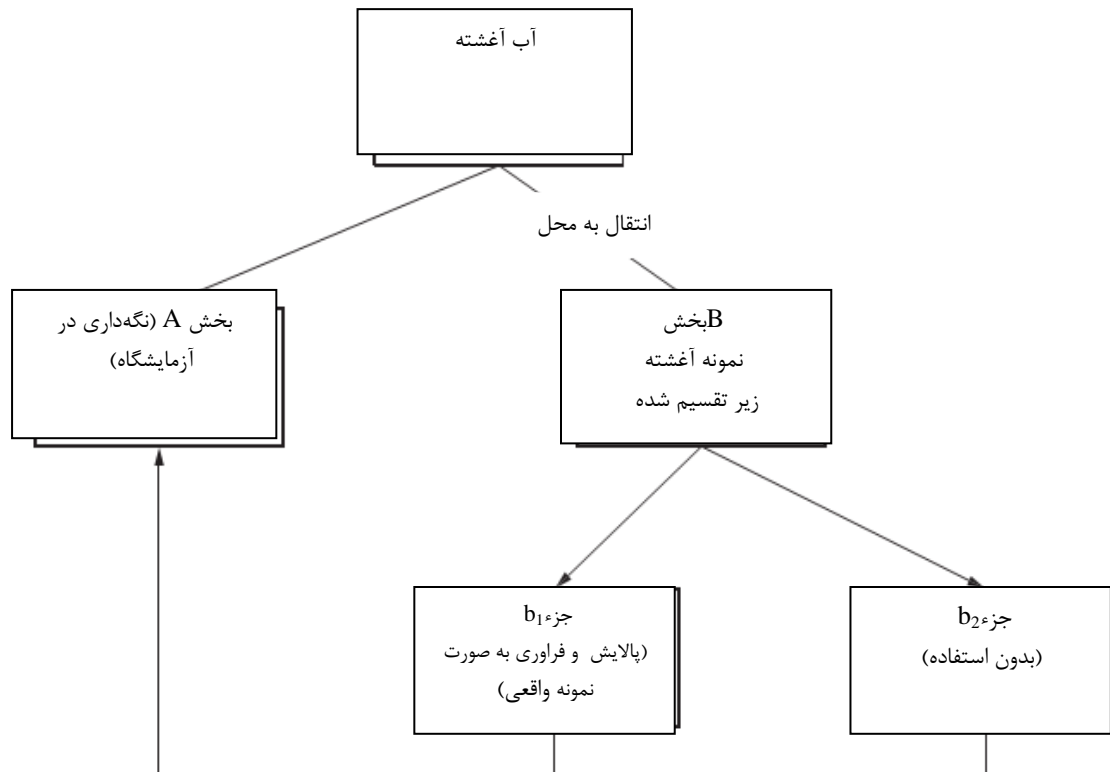
در آزمایشگاه، نمونه زیست محیطی از پیش آنالیز شده را از طریق آغشته نمودن نمونه با آلاینده مورد نظر، تهیه کنید. بهتر است مقدار آلاینده در نمونه آغشته به گونه‌ای انتخاب شود که اندازه‌گیری‌ها در غلظتی که در آن بهترین دقت به دست می‌آید، صورت گیرد.

این نمونه را به دو بخش، A و B تقسیم کنید. بخش A در آزمایشگاه باقی می‌ماند. بخش B (نمونه آغشته) به محل منتقل شده و دوباره به اجزای b_1 و b_2 تقسیم می‌شود.

توصیه می‌شود، جزء b_1 با استفاده از ظرف نمونه‌برداری و تجهیزات پالایه کردن، تا حد امکان عملیات مشابه با نمونه‌های واقعی، بر روی آن صورت گیرد.

توصیه می‌شود، جزء b_2 نگهداری شده و بدون هیچ عملیاتی در محل، به آزمایشگاه برگردانده شود.

بهتر است، جزء b_1 که عملیات بر روی آن صورت پذیرفته، به‌عنوان یک نمونه واقعی، به همراه جزء b_2 استفاده نشده به منظور تجزیه، به آزمایشگاه برگردانده شود



شکل [۷] - نمودار گردشی تشریح پالایه کردن نمونه تضمین کیفیت آغشته به منظور شناسایی آلودگی نمونه‌ها و پالایه کردن نمونه و خطای تجهیزات

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و جزء b_1 ، خطاهای ناشی از نمونه برداری، از جمله فرایندهای نمونه برداری و تجهیزات پالایه کردن، ناپایداری و انتقال نمونه را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و جزء b_2 ، خطاهای ناشی از انتقال نمونه را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از اجزای b_1 و b_2 ، خطاهای ناشی از آلودگی ظروف نمونه برداری، تجهیزات پالایه کردن و فرایندهای نمونه برداری و خطاهای ناشی از ناپایداری و آلودگی نمونه را مشخص می‌کند.

۱۱-۶ روش اول - نمونه‌های آغشته

۱۱-۶-۱ کلیات

این روش می‌تواند برای برآورد خطای سیستماتیک فرایندهای نمونه برداری از جمله شناسایی خطاهای مربوط به آلودگی ظروف نمونه برداری و فرایندهای نمونه برداری، مورد استفاده قرار گیرد. این موضوع به خصوص در شناسایی خطاهای ناشی از ناپایداری نمونه، از جمله هدررفت آلاینده‌ها از طریق تبخیر، جذب سطحی و عوامل بیولوژیکی، برای مثال، آلاینده‌هایی مانند ترکیبات آلی فرار، فلزات کمیاب (که در آن نمونه‌ها پالایه می‌شوند) و مواد مغذی، حائز اهمیت است. دو روش عمده وجود دارد، آغشته کردن نمونه‌های آب یون‌زدایی شده (به شکل ۸ مراجعه شود) و آغشته کردن نمونه‌های زیست‌محیطی (به شکل ۹ مراجعه شود).

۱۱-۶-۲ نمونه‌های آب یون‌زدایی شده آغشته

نمونه آب یون‌زدایی شده را در آزمایشگاه به دو بخش A و B (شاهد میدانی) تقسیم کنید. بخش A در آزمایشگاه نگهداری می‌شود. بخش B به میدان منتقل شده و دوباره به سه جزء b_1 ، b_2 و b_3 تقسیم می‌شود.

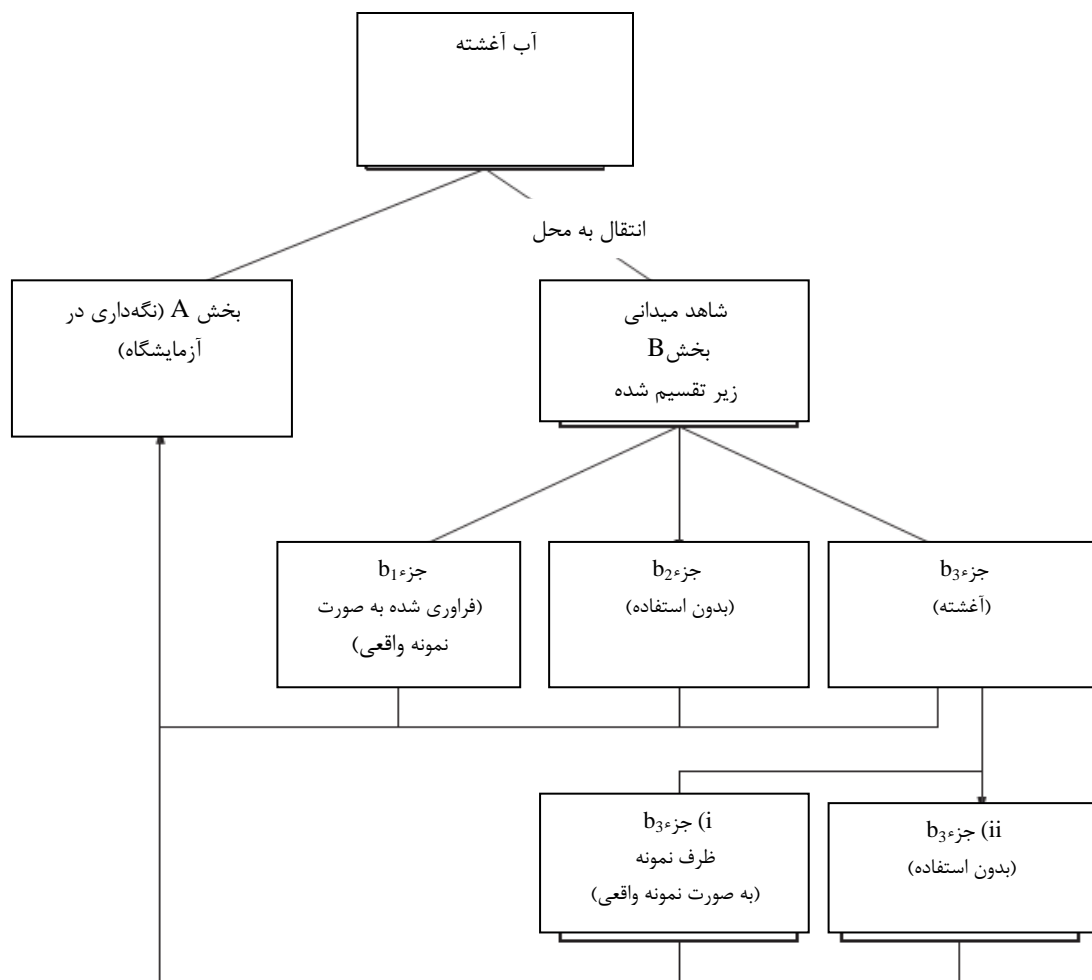
بهتر است، جزء b_1 با استفاده از ظرف نمونه برداری، تا حد امکان عملیات مشابه با نمونه‌های واقعی، روی آن صورت گیرد.

بهتر است، جزء b_1 که عملیات بر روی آن صورت پذیرفته، به عنوان یک نمونه واقعی، به همراه جزء b_2 استفاده نشده به منظور تجزیه، به آزمایشگاه برگردانده شود.

بهتر است، جزء b_3 با غلظت معین از آلاینده مورد نظر آغشته شده و دوباره به اجزای (i) b_3 و (ii) b_3 تقسیم شود.

بهتر است زیر جزء (i) b_3 ، با استفاده از ظرف نمونه برداری، تا حد امکان عملیات مشابه با نمونه‌های واقعی، بر روی آن صورت گیرد.

بهتر است زیر جزء (ii) b_3 ، نگهداری شده و بدون هیچ‌گونه عملیات بیشتر در میدان، به آزمایشگاه بازگردانده شود.



شکل ۸ - نمودار گردشی به منظور تشریح روش اول - نمونه‌های آب یون‌زدایی شده آغشته برای شناسایی آلودگی ناشی از ظرف و فرایندهای نمونه‌برداری

اجزای b_1 ، b_2 ، b_3 (i) و b_3 (ii) را به منظور آنالیز به آزمایشگاه برگردانید.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و جزء b_1 ، خطاهای ناشی از عملیات انجام شده در نمونه‌برداری و انتقال را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و جزء b_2 ، خطاهای ناشی از انتقال نمونه را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و زیر جزء b_3 (ii) مشخص شده، خطاهای ناشی از هرگونه ناپایداری و آلودگی نمونه و انتقال را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و زیرجزء b_3 (i) مشخص شده، خطاهای ناشی از عملیات انجام شده در نمونه‌برداری و انتقال نمونه و هر گونه خطای ناشی از ناپایداری و آلودگی نمونه را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از اجزاء b_1 و b_2 ، خطاهای ناشی از آلودگی ظروف و عملیات انجام شده در نمونه‌برداری (حذف خطاهای انتقال) را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از جزء b_2 ، زیرجزء b_3 (ii)، خطاهای ناشی از ناپایداری و آلودگی نمونه را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از اجزاء b_3 (i) و b_3 (ii)، خطاهای ناشی از آلودگی ظروف و فرایندهای نمونه‌برداری را مشخص می‌کند.

۷-۱۱ روش دوم - نمونه‌های محیطی آغشته

نمونه ممکن است، داخل آزمایشگاه یا در محل آماده شود. در وضع مطلوب، بهتر است، آغشته کردن نمونه‌ها در زمان نمونه‌برداری در محل، انجام شود. این مسئله ممکن است مستلزم مهارت متخصص بوده و نیز بر اساس روتین‌های، غیرعملی باشد.

روش دیگر آن است که نمونه محیطی از پیش تجزیه شده را در آزمایشگاه از طریق آغشته کردن نمونه با جزء تحت آزمون مورد نظر، آماده کنید. بهتر است مقدار جزء تحت آزمون در نمونه آغشته طوری انتخاب شود که اندازه‌گیری‌ها در غلظتی که در آن بهترین دقت به دست می‌آید، صورت گیرد.

نمونه را به دو بخش A و B تقسیم کنید. بخش A در آزمایشگاه نگهداری می‌شود. بخش B به میدان منتقل شده و به اجزاء b_1 و b_2 تقسیم می‌شود.

بهتر است، جزء b_1 با استفاده از ظرف نمونه‌برداری، تا حد امکان عملیات مشابه با نمونه‌های واقعی، بر روی آن صورت گیرد.

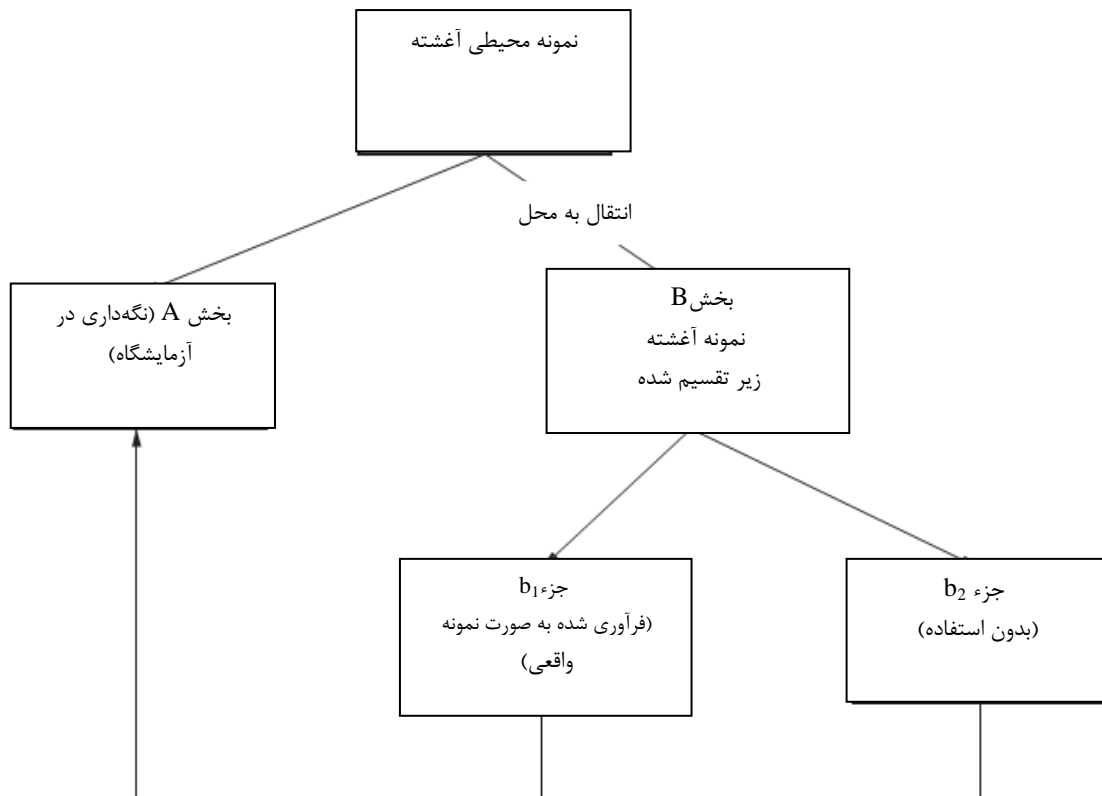
بهتر است، جزء b_2 نگهداری شده و بدون هیچ گونه عملیاتی در محل، به آزمایشگاه برگردانده شود.

بهتر است، جزء b_1 که عملیات بر روی آن صورت پذیرفته، به‌عنوان یک نمونه واقعی، به همراه جزء b_2 استفاده نشده به منظور تجزیه، به آزمایشگاه برگردانده شود.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و جزء b_1 ، خطاهای ناشی از عملیات در نمونه‌برداری و انتقال را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از بخش A و جزء b_2 ، خطاهای ناشی از انتقال نمونه را مشخص می‌کند.

مقایسه نتایج حاصل از قسمت‌های b_1 و b_2 ، خطاهای ناشی از آلودگی ظروف و همچنین فرایندهای نمونه‌برداری و خطاهای ناشی از ناپایداری و آلودگی نمونه را مشخص می‌کند.



شکل ۹ - نمودار گردشی به منظور تشریح روش دوم - نمونه‌های محیطی آغشته مورد استفاده برای شناسایی آلودگی ناشی از ظروف و فرایندهای نمونه‌برداری.

۱۲ آنالیز و تفسیر داده‌های کنترل کیفیت

۱-۱۲ نمودارهای کنترل شوهارت

هدف سیستم کنترل کیفیت این است که از سازگاری اعتبار داده‌های نمونه‌برداری با معیارهای عملکرد مورد نیاز، اطمینان حاصل شود.

گسترده‌ترین شکل مورد استفاده نمودار کنترلی، نمودار شوهارت است (به استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۵۳۲ مراجعه شود). این نمودار به شکلی است که در آن متغیر مورد نظر به ترتیب ترسیم می‌شود. مقادیر اندازه‌گیری شده با مقدار معیار کنترل مقایسه می‌شوند. اطلاعات زیادی را می‌توان فقط با یک بررسی چشمی از نمودار به دست آورد (به شکل‌های B.1 و B.2 مراجعه شود).

۲-۱۲ تفسیر نمودارهای کنترلی تکراری

نموداری که در آن اختلاف، d ، بین اندازه‌گیری‌های تکراری رسم می‌شود.

$$d = R_1 - R_2 \quad (1)$$

که در آن:

R_1 نتیجه اولین نمونه تجزیه شده؛

R_2 نتیجه دومین نمونه تجزیه شده.

همواره ضروری است نتیجه دوم از نتیجه اول تفریق شود و اختلاف با توجه به علامت آن ترسیم گردد. مقدار مورد انتظار برای نمودار، صفر است. انحراف استاندارد نمونه مربوطه، s_d ، از فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$s_d = \sqrt{\sum_{i=1}^m \frac{(d_i - \bar{D})^2}{m-1}}$$

که در آن:

\bar{D} = میانگین اختلاف بین تکرارهای دسته‌های m نمونه‌ها است.

d_i = تفاوت‌های انفرادی هستند.

m = تعداد جفت‌های تکرارها هستند.

نمونه‌هایی از نمودار کنترلی برای داده‌های تکراری و بازیابی در پیوست ب ارائه می‌شود.

۱۳ ممیزی‌های مستقل

توصیه می‌شود، در برنامه‌های کیفیت نمونه‌برداری، بازیابی‌های منظم مستقل لحاظ شود. به استاندارد ملی شماره ۱۷۰۲۵ و ISO 19011 مراجعه شود.

بهتر است، بازیابی‌ها موارد زیر را در برگیرد، ولی محدود به ارزیابی‌های زیر نباشد.

۱-۱۳ آیا کارکنان نمونه‌برداری به صورت واضح مسئولیت‌های مشخص، صلاحیت‌های کافی، آموزش مناسب و نظارت کافی دارند؟

۲-۱۳ آیا مکان‌های جمع‌آوری نمونه به طور مناسبی انتخاب و آماده می‌شوند؟

۳-۱۳ آیا هیچ‌گونه نگرانی‌های ایمنی وجود ندارد؟ آیا کارکنان نمونه‌برداری دارای تجربه و آموزش کافی برای اداره این نوع مسائل ایمنی هستند؟

۴-۱۳ آیا تجهیزات نمونه‌برداری و پایش به طور منظم سرویس، نگهداری و واسنجی می‌شود؟

۵-۱۳ آیا همه واکنشگرها به طور واضح، برچسب گذاری می‌شوند و مصرف آن‌ها منقضی نشده است؟ آیا کارکنان، لباس ایمنی لازم، عینک و تجهیزات می‌پوشند؟ آیا کارکنان واکنشگرهای قدیمی را امحاء و مواد را به طور ایمن و مناسب استفاده می‌کنند؟

۶-۱۳ آیا کارکنان نمونه‌برداری می‌توانند واکنشگرهای تغییرماهیت داده شده یا نمونه‌های غیر معمول را تشخیص دهند؟

۷-۱۳ آیا هر یک از اعضای کارکنان دارای کتابچه راهنمای کاربر نمونه‌برداری به روز شده، هستند و روش‌های معینی را دنبال می‌کنند؟ آیا همه روش‌ها مستند و تایید شده است؟

۸-۱۳ آیا نمونه‌ها به درستی برچسب‌گذاری، نگهداری و به طور مناسبی به آزمایشگاه منتقل می‌شوند و در محدوده هدف قرار دارند؟

۹-۱۳ آیا سوابق جمع‌آوری نمونه تکمیل شده و آیا آنها به روشنی مکان، زمان نمونه و نام فرد نمونه‌بردار را مشخص می‌کنند؟ هم‌چنین، آیا آنها روش‌های تجزیه‌ای و کنترل کیفیت و تضمین کیفیت مربوطه را برای انجام اندازه‌گیری‌ها در محل، در بر می‌گیرند؟

۱۰-۱۳ در صورتی که کارکنان نمونه‌برداری مسئول سرویس کردن تجهیزات پایش برخط هستند، آیا نگهداری لازم و اسناد تایید کیفیت به صورت مرتب به روز می‌شوند؟

۱۱-۱۳ آیا سوابق جمع‌آوری نمونه و داده‌ها به صورت ایمن بایگانی شده و به سهولت قابل دستیابی هستند؟

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

منابع متداول خطای نمونه‌برداری^۱

الف-۱ خطای معمول

منابع متداول خطا عبارتند از:

الف-۱-۱

نادرست بودن مکان جمع‌آوری نمونه، به عنوان مثال، ناشی از کافی نبودن مستندات (به بندهای ۶-۲ و ۷-۲ و ۹ مراجعه شود).

الف-۱-۲

اشتباه شدن نمونه‌ها ناشی از برچسب‌گذاری نامناسب یا ناقص یا انجام نادرست پروتکل نمونه‌برداری (به بندهای ۸ و ۹ مراجعه شود).

الف-۱-۳

نمونه‌برداری غیرنمایان‌گر، ناهمگن یا سایر نقاط نمونه‌برداری نامناسب، ناسازگار با موضوع پژوهش، به عنوان مثال از طریق تنظیم یک برنامه نمونه‌برداری نامناسب (به بند ۶ مراجعه شود).

الف-۱-۴

جابه‌جایی نامناسب یا ناقص نمونه در محل، در طول انتقال و انبارش (به بندهای ۷-۴ و ۱۰ مراجعه شود).

الف-۲ آلودگی از طریق وارد کردن مواد در نمونه

منابع خطا در این دسته عبارتند از:

الف-۲-۱

انتقال مواد از طریق شستشو / تمیز کردن نامناسب تجهیزات نمونه‌برداری (به بندهای ۴-۵، ۱-۷ و ۲-۷ مراجعه شود)؛

۱ - به بند [۷] کتاب‌نامه مراجعه شود.

الف-۲-۲

آلودگی نمونه با استفاده از وسیله نمونه برداری نامناسب (به عنوان مثال، سایش مواد، روان کننده در پمپها) و ظروف نمونه (به زیر بند ۵-۴ و بند ۷ مراجعه شود).

الف-۲-۳

ورود آلاینده‌ها طی روش نمونه برداری، به عنوان مثال، سایش نرده‌های پل، مواد شاهد، رسوب (به زیر بندهای ۷-۲ و ۷-۴ مراجعه شود)؛

الف-۲-۴

خطر آلودگی جانبی از مواد شیمیایی نگه‌دارنده (به زیر بند ۷-۴-۶ مراجعه شود).

الف-۲-۵

جابه‌جایی درپوش‌ها (به زیر بند ۷-۱ مراجعه شود)؛

الف-۲-۶

استفاده در محل از وسایلی که نامناسب بوده یا به طور کامل تمیز نشده‌اند، به عنوان مثال پی‌پت‌ها، تجهیزات پالایه (به بندهای ۷-۲ و ۷-۴ مراجعه شود)؛

الف-۲-۷

آلودگی ناشی از محیط، به عنوان مثال، از طریق:

الف-۲-۷-۱

تماس وسایل نمونه برداری، لوله‌ها، ظروف نمونه و درپوش‌ها با خاک (به بندهای ۷-۴-۱ و ۷-۴-۶ مراجعه شود)؛

الف-۲-۶-۲

استفاده از تجهیزات نمونه برداری آلوده (به بندهای ۷-۲ و ۷-۴-۲ مراجعه شود)؛

الف-۲-۶-۳

پر کردن و ذخیره نمونه‌ها در هوا که با آلاینده‌هایی مانند دود آگروز، حذف و جذب گاز مواد نگه‌دارنده یا نمونه‌های به شدت آلوده، آلوده شده‌اند (به زیربندهای ۷-۴-۱ و ۷-۴-۶ و بند ۱۰ مراجعه شود).

الف-۳ هدر رفت با خروج آلاینده‌ها از نمونه

منابع خطا در این دسته عبارتند از:

الف-۳-۱

حذف مواد فرار گازی با ذخیره آن در ظروف نمونه قابل نفوذ گاز یا به طور کامل پرنشده (به زیر بندهای ۷-۴-۱ و ۷-۴-۲ مراجعه شود).

الف-۳-۲

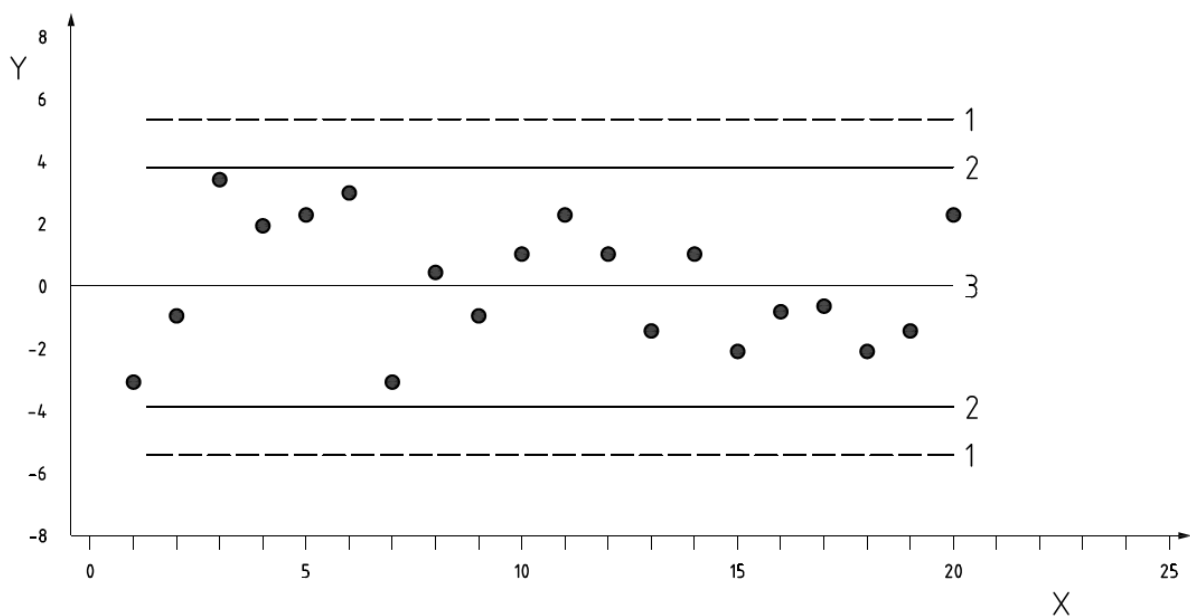
هدر رفت مواد به علت فن‌آوری نادرست نمونه‌برداری یا پرکردن به کاررفته، به عنوان مثال استفاده از پمپ‌های مکش، انتقال متعدد یا پر کردن متلاطم نمونه (به بندهای ۷-۴-۱، ۷-۴-۲ و ۷-۴-۴ مراجعه شود).

الف-۳-۳

نفوذ اجزای نمونه در و/یا جذب روی لوله و مواد ظرف (به بند ۷-۴-۲ مراجعه شود).

پیوست ب
(آگاهی‌دهنده)
نمودارهای کنترلی

ب-۱ نمونه‌ای از یک نمودار کنترلی برای داده‌های تکراری (شکل ب-۱)



راهنما:
 X شماره نمونه کنترلی
 Y تفاوت در مقدار
 ۱ حد اقدام
 ۲ حد هشدار
 ۳ میانگین

شکل ب-۱ نمودار شوهارت نمونه‌های کنترلی تکراری

جامدات معلق در گستره پساب‌های صنعتی برای پایش تطبیق با حد تخلیه 30 mg/l اندازه‌گیری می‌شوند. مجموعه نمونه‌های تکراری، مثال‌های نشان داده شده در شکل ب-۱، مربوط به جامدات معلق در نمونه‌های پساب در گستره مورد نظر 20 mg/l تا 40 mg/l گرفته شده است. فرض می‌شود که انحراف معیار نمونه-برداری و تجزیه در سراسر این گستره محدود، ثابت است. این موضوع برآورد و کنترل دقت نمونه‌برداری شده در یک روال عادی را امکان‌پذیر می‌کند.

در هر مورد، یک نمونه مجزای حجیم از پساب گرفته و به طور کامل همگن شد. سپس نمونه حجیم با استفاده از روش کار نمونه برداری معمول به منظور تولید نمونه های آزمون تکراری، زیر نمونه برداری شد. هر یک از نمونه های آزمون یک بار تجزیه شدند.

داده های تجزیه ای برای ۲۰ نمونه تکراری در جدول ب-۱ نشان داده می شود. نمودار کنترلی مربوطه پیوست می شود. مقدار میانی نمودار در مقدار متوسط تفاوتها بین داده های تکراری، ثابت می شود. حدود اقدام و هشدار به ترتیب در انحراف استانداردهای $3 \pm$ و $2 \pm$ رسم می شود.

جدول ب-۱ - داده‌های جامدات معلق مربوط به نمونه‌های تکراری کنترل کیفیت

| اختلاف mg/l | مقادیر اندازه‌گیری شده mg/l | |
|----------------|--------------------------------|-----------|
| | دومین بار | اولین بار |
| -۲٫۸ | ۳۶٫۰ | ۳۳٫۲ |
| -۰٫۶ | ۲۶٫۲ | ۲۵٫۶ |
| ۳٫۴ | ۳۴٫۸ | ۳۸٫۲ |
| ۱٫۶ | ۲۷٫۲ | ۲۸٫۸ |
| ۱٫۶ | ۲۹٫۸ | ۳۱٫۴ |
| ۲٫۴ | ۳۲٫۲ | ۳۴٫۶ |
| -۲٫۲ | ۲۴٫۶ | ۲۲٫۴ |
| ۰٫۴ | ۲۶٫۸ | ۲۷٫۲ |
| -۱٫۲ | ۲۳٫۲ | ۲۲٫۰ |
| ۱٫۲ | ۳۲٫۸ | ۳۴٫۰ |
| ۲٫۰ | ۲۲٫۶ | ۲۴٫۶ |
| ۰٫۸ | ۲۳٫۰ | ۲۳٫۸ |
| -۱٫۶ | ۳۵٫۲ | ۳۳٫۶ |
| ۰٫۸ | ۳۶٫۶ | ۳۷٫۴ |
| -۲٫۲ | ۳۱٫۴ | ۲۹٫۲ |
| -۱٫۲ | ۳۱٫۲ | ۳۰٫۰ |
| ۰٫۶ | ۳۵٫۸ | ۳۶٫۴ |
| -۲٫۲ | ۳۹٫۴ | ۳۷٫۲ |
| -۱٫۴ | ۳۵٫۰ | ۳۳٫۶ |
| ۱٫۶ | ۲۶٫۴ | ۲۸٫۰ |

اختلاف میانگین ۱٫۰
انحراف معیار تفاوت‌ها ۴۷/۱۸۰
یادآوری- انحراف معیار مشاهده شده، دقت تجزیه‌ای و دقت نمونه‌برداری را نشان می‌دهد.

ب-۲ نمونه‌ای از نمودار کنترلی برای بازیابی (شکل ب-۲)

داده‌های زیر (به جدول ب-۲ مراجعه شود) مربوط به اندازه‌گیری غلظت‌های جزیی جیوه در آب رودخانه است. برای هرگروه از تجزیه، آزمون بازیابی آغشته‌کردن با تجزیه یک نمونه رودخانه قبل و بعد از آغشته‌کردن با ۹۰ ng/l انجام شد. جزئیات آغشته‌کردن به صورت زیر است:

$$C_{\text{spike}} = \text{غلظت محلول آغشته‌کردن} = 100 \mu\text{g/l}$$

$$V_{\text{sample}} = \text{حجم نمونه گرفته شده} = 1998,2 \text{ ml}$$

$$V_{\text{spike}} = \text{حجم آغشته} = 1,8 \text{ ml}$$

$C_{\text{meas,spike}}$ = (به ادامه مطلب مراجعه شود) غلظت اندازه‌گیری شده در نمونه آغشته

$C_{\text{meas,unspike}}$ = (به ادامه مطلب مراجعه شود) غلظت اندازه‌گیری شده در نمونه غیرآغشته

درصد بازیابی، R ، به صورت زیر محاسبه می‌شود:

$$R = 100(C_{\text{meas,spike}}(V_{\text{sample}} + V_{\text{spike}}) - C_{\text{meas,unspike}} V_{\text{sample}}) / C_{\text{spike}} V_{\text{spike}} \quad (\text{ب-۱})$$

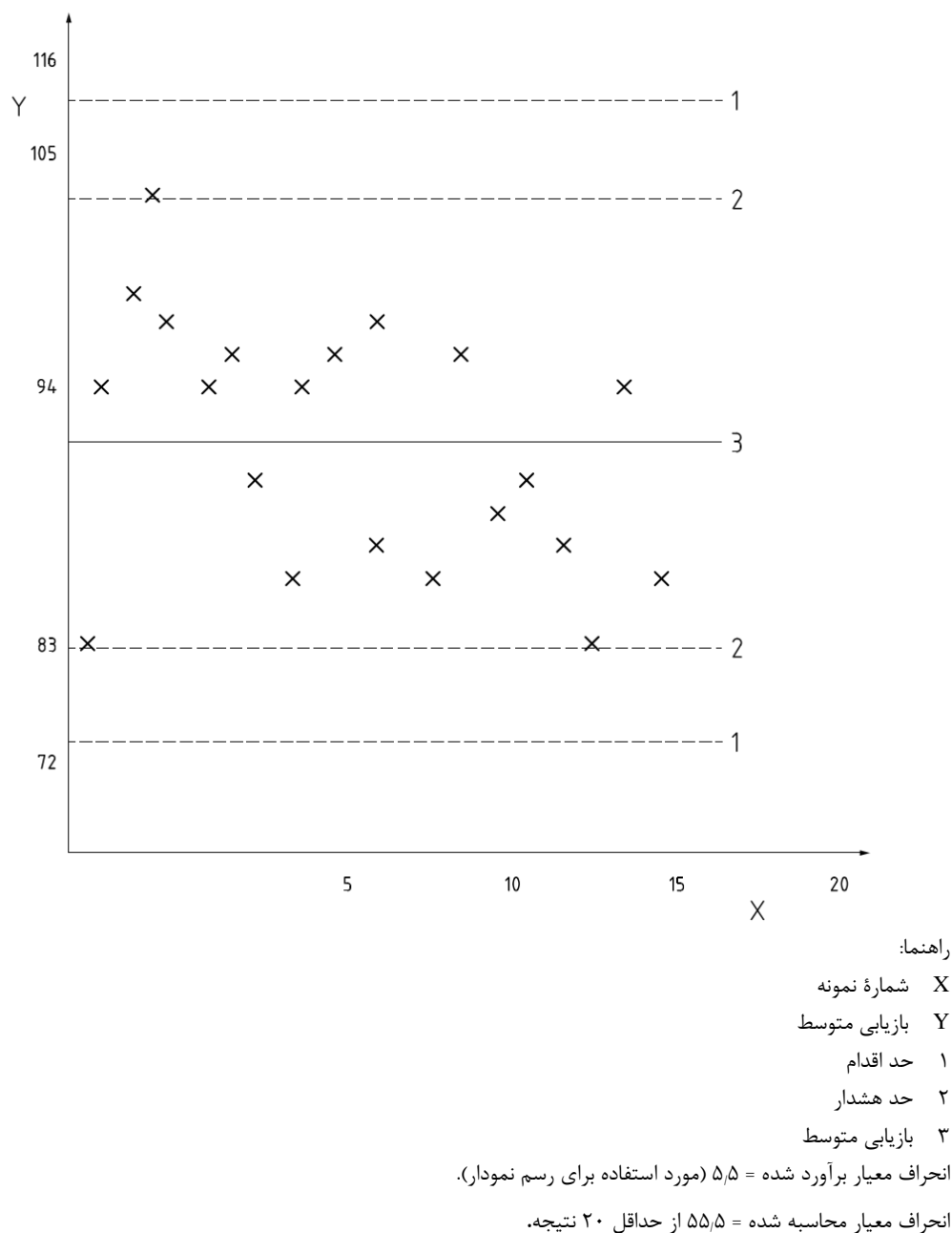
جدول ب-۲- داده‌های حاصل از آزمون بازیابی آغشته‌کردن

| بازیابی | غلظت آغشته C_{spike} | غلظت غیر آغشته $C_{meas,unspike}$ | شماره ردیف |
|---------|---------------------------|--------------------------------------|------------|
| % | ng/l | ng/l | |
| ۸۴٫۵ | ۹۰ | ۱۴ | ۱ |
| ۹۴٫۵ | ۱۰۰ | ۱۵ | ۲ |
| ۱۰۰ | ۱۱۵ | ۲۵ | ۳ |
| ۱۰۵٫۶ | ۱۰۳ | ۸ | ۴ |
| ۹۸٫۹ | ۱۰۴ | ۱۵ | ۵ |
| ۹۴٫۴ | ۸۸ | ۳ | ۶ |
| ۹۶٫۷ | ۹۵ | ۸ | ۷ |
| ۹۲٫۲ | ۱۰۸ | ۲۵ | ۸ |
| ۸۷٫۸ | ۹۲ | ۱۳ | ۹ |
| ۹۴٫۵ | ۱۰۴ | ۱۹ | ۱۰ |
| ۹۶٫۱ | ۹۴ | ۷ | ۱۱ |
| ۸۸٫۹ | ۱۰۸ | ۲۸ | ۱۲ |
| ۹۸٫۹ | ۹۸ | ۹ | ۱۳ |
| ۸۷٫۸ | ۸۷ | ۸ | ۱۴ |
| ۹۶٫۷ | ۱۲۰ | ۳۳ | ۱۵ |
| ۹۱٫۱ | ۸۴ | ۲ | ۱۶ |
| ۹۲٫۲ | ۸۴ | ۱ | ۱۷ |
| ۸۸٫۹ | ۸۸ | ۸ | ۱۸ |
| ۸۳٫۳ | ۸۹ | ۱۴ | ۱۹ |
| ۹۵٫۳ | ۱۲۰ | ۳۴ | ۲۰ |
| ۸۷٫۸ | ۹۱ | ۱۲ | ۲۱ |

بازیابی میانگین (%): ۹۳٫۲
انحراف معیار بازیابی (%): ۵٫۵۵

نمودار کنترلی بازیابی (به شکل ب-۲ مراجعه شود) با استفاده از میانگین یا برآورد اولیه انحراف معیار رسم می‌شود (شکل می‌گیرد).

در صورتی که بازیابی مشاهده شده دارای انحراف است، توصیه می‌شود، بازیابی مورد انتظار ۱۰۰٪ استفاده نشود. بهترین روش بر پایه نمودار بازیابی میانگین برای ۲۰ یا این چنین تخمین‌های اولیه است. پس از انجام این کار، مهم این است که هر گونه تغییرات در بازیابی حقیقی با توجه به اهداف تجزیه‌ای و در نهایت به روزرسانی نمودار، بازیابی شود.



شکل ب-۲ نمودار کنترلی شوهارت مربوط به بازیابی

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

زیر نمونه برداری با استفاده از یک همگن کننده

ج-۱ اهداف

هدف دستیابی به یک نمونه همگن از زیر نمونه‌ها بدون آلودگی نمونه است. اگر این مرحله به درستی انجام نشود، می‌تواند تفاوت‌هایی را در غلظت جامدات معلق در بطری‌های آزمایشگاه ایجاد کند. ریزآلاینده‌های آبگریز آلی میل ترکیبی زیادی با جامدات معلق دارند. پی‌آمد همگن شدن ناکافی می‌تواند مهم باشد. به کارگیری شیوه‌های خوب همگن سازی، از جمله برای نمونه‌های با غلظت کم جامدات معلق، ضروری است. از همگن سازی دستی به دلایل زیر، به شدت جلوگیری می‌شود:

- امنیت شخص؛

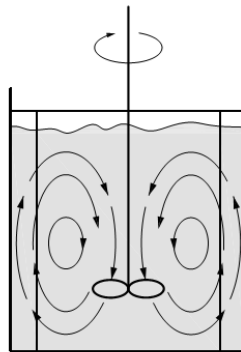
- همگن سازی جزئی و ناپیوسته طی توزیع حجم جمع‌آوری شده در بطری‌های مختلف برای تجزیه؛

- غیر نمایان گر بودن ذرات توزیع شده در بطری‌ها برای تجزیه؛

- آلودگی در هنگام استفاده از یک ابزار کثیف.

ج-۲ انتخاب تجهیزات

بهبتر است، همگن سازی با استفاده از جریان محوری (به شکل ج-۱ مراجعه شود)، بدون ایجاد یک جریان گردابی (برای جلوگیری از هدررفت ترکیبات فرار) به دست آید.



شکل ج-۱ - نمایش جریان محوری برای همگن سازی نمونه^۱

۱ - به بند [۱۲] کتاب‌نامه مراجعه شود.

تیغه(پره)های پروانه‌ای همانطور که در شکل ج-۲ نشان داده شده است (قطر ۱/۳ قطر بطری جمع‌آوری) یک جریان محوری موثر را ایجاد می‌کند.



الف) چهار پره مستطیلی شکل



ب) پروانه‌ای سه پره شکل داده



ج) پروانه دریایی

شکل ج-۲ انواع پروانه‌های مناسب به منظور اختلاط توسط جریان محوری

پروانه‌ای چهار پره مستطیلی شکل، کارآمدتر است (به بند [۱۲] کتاب‌نامه مراجعه شود). در همه موارد، یک هم‌زن را که برای کار آزمایشگاهی طراحی و ساخته شده انتخاب کنید. بهتر است، پروانه‌هایی با ترکیب و خصوصیات نامعلوم، که ممکن است به راحتی ساییده شده و سطوحی از خوردگی را نشان دهد، استفاده نشود. جدول ج-۱ تجهیزات مورد نیاز برای هم‌گن سازی نمونه را نشان می‌دهد (به بند [۱۲] کتاب‌نامه مراجعه شود).

جدول ج-۱ تجهیزات مورد نیاز برای همگن سازی نمونه

| | |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> - بطری جمع‌آوری با دهانه گشاد - پایه مته - پیچ گوشتی مته‌ای شارژی - پروانه جریان محوری (با قطری حدود ۱/۳ قطر یا عرض فلاسک جمع‌آوری) - پایه متناسب با پروانه فولادی ضد زنگ | <p>تجهیزات همگن-سازی</p> |
| <ul style="list-style-type: none"> - لوله سیفون پلی تترافلوئورواتیلن (PTFE) (با قطر مناسب برای جلوگیری از انسداد، به عنوان مثال، ۱۵ mm ، ۱۳ mm Øint Øext) - درپوش سیلیکونی (قطر بزرگ‌تر از لوله سیفون، به عنوان مثال: ۱۷mm $\text{Øint Øext} = ۱۵$) - سیستم سیفون سازی - بطری‌هایی برای تجزیه | <p>تجهیزات توزیع</p> <p>←</p> <p>یا</p> |
| <ul style="list-style-type: none"> - پمپ پرستالتیک عملیاتی در حالت پاک‌سازی (نمونه‌بردار خودکار) - استفاده از لوله پلی تترا فلوئورو اتیلن (PTFE) مسیر مکش - بطری‌های تجزیه | <p>←</p> |

ج-۳ کنترل تجهیزات

بهبتر است، کارآیی تجهیزات همگن‌سازی بررسی شود (موقعیت پروانه، سرعت هم‌زدن، مدت همگن‌سازی). توصیه رویه ممیزی این است که چند نمونه آزمون (در مجموع ۵) در ارتفاع‌های مختلف در بطری جمع‌آوری (به شکل ج-۳ مراجعه شود) گرفته شود. بهتر است، غلظت جامدات معلق در این نمونه‌ها، مطابق با استاندارد EN 872 تعیین شود.

تجهیزات همگن‌سازی زمانی موثر خواهد بود که مقادیر اندازه‌گیری شده در % ۹۰ تا % ۱۱۰ غلظت جامدات معلق مورد آزمون قرار گیرد.

به عنوان مثال: روش کار اعتباردهی تجهیزات همگن‌سازی

- تجهیزات همگن‌سازی منتخب را در بطری جمع‌آوری محکم کنید؛

- با استفاده از یک بالن ژوژه یا استوانه مدرج، بطری جمع‌آوری با حجمی از آب آشامیدنی (آب بدون جامدات معلق)، را با دقت پر کنید. بهتر است به طور کلی حجم وارد شده نزدیک به حجم جمع‌آوری شده در طول عملیات انجام گرفته در میدان باشد؛

- جرم معلومی از سلولز ریزبلورین از پیش آماده شده را برای به دست آمدن غلظتی در بالن جمع‌آوری (به عنوان نمونه، ۱۰۰ mg/l)، اضافه کنید (به توصیه‌های ارائه شده در استاندارد EN 872 مراجعه شود)؛

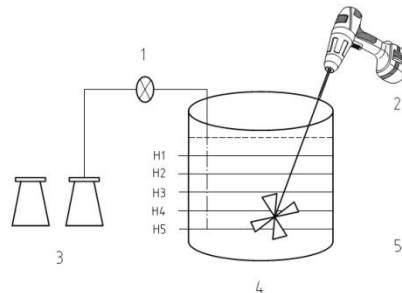
- هم‌زدن را شروع کنید و اجازه دهید که مخلوط پس از چند دقیقه به تعادل برسد؛

- لوله مکش را با ۳ بار استخراج ۵۰۰ ml خالی کنید و حجم برگشتی را در بطری جمع‌آوری بریزید؛

- ورودی لوله مکش را در ارتفاع H1 (به شکل ج-۳ مراجعه شود) قرار دهید، خالی نمایید و یک بطری ml ۵۰۰ را پر کنید؛

- ورودی لوله مکش را در ارتفاع H2 قرار دهید، خالی نمایید و دوباره یک بطری ml ۵۰۰ را پر کنید؛

- روش مشابهی را برای ارتفاع‌های H3، H4، H5 به کار ببرید.



راهنما:

۱ تجهیزات توزیع

۲ گرداننده مته

۳ بطری‌های تجزیه جامدات معلق

۴ ظرف (برای مثال بطری جمع‌آوری)

۵ همزن (چهار پره، سه پره یا پروانه دریایی)

شکل ج-۳ موقعیت‌های نمونه (H1, H2, H3, H4, H5) - اعتباردهی تجهیزات همگن‌سازی

کتابنامه

- [1] ISO 3534-1:2006, Statistics — Vocabulary and symbols — Part 1: General statistical terms and terms used in probability
- [2] ISO 3534-2:2006, Statistics — Vocabulary and symbols — Part 2: Applied statistics
- [3] ISO 7 87 0-2:2013, Control charts — Part 2: Shewhart control charts
- [4] ISO/TS 13530:2009, Water quality — Guidance on analytical quality control for chemical physicochemical water analysis.
- [5] ISO/IEC 17 025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- [6] ISO 15839, Water quality — On-line sensors/analysing equipment for water — Specifications and performance tests
- [7] – LAWA1)AQS-Merkblatt P-8/3 (March 2011). Probenahme aus Fließgewässern (Environmental quality standard Data Sheet P-8/3 - Sampling of rivers). Erich Schmidt Verlag, Berlin
- [8] LAWA AQS-Merkblatt P-8/1 (September 2009). Probenahme von Abwasser (Environmental quality standard Data Sheet - Sampling of waste waters). Erich Schmidt Verlag, Berlin
- [9] Environmental Research Plan of the German Federal Ministry of the Environment. Nature Conservation and Reactor Safety, Reference number (UFOPLAN) 204 22 213; Effects of sampling and sample preservation on results of selected priority substances according to the Water Framework Directive, September 2006, ISSN 1862-4804. This Publication is only available as download under <http://www.umweltbundesamt.de>
- [10] SelentK.-D., & GrupeA. Die Probenahme von Wasser – Ein Handbuch für die Praxis (Sampling of Water – a handbook for practice). R. Oldenbourg Verlag Munich, 1998
- [11] WilsonA.L., & CheesmanR.V. A Manual on Analytical Quality Control for the Water Industry. NS30. 1989. WRc, Medmenham, UK
- [12] EymeryF., ChoubertJ.-M., LepotB., GasperiJ., LachenalJ., CoqueryM. Guide technique opérationnel: Pratiques d'échantillonnage et de conditionnement en vue de la recherche de micropolluants prioritaires et émergents en assainissement collectif et industriel. 2011. Première version. Irstea/Cemagref, 85 p
- [13] EN 87 2, Water quality — Determination of suspended solids — Method by filtration through glass fibre filters. June 2005
- [14] ISO 19011:2011, Guidelines for auditing management systems

[15] ISO/IEC Guide 99:2007 , International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)

[16] ISO 1107 4:2005, Soil Quality — Vocabulary