



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۸۶۲

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19862

1st.Edition

2015

اندازه‌گیری فلئوریدها در اتمسفر محیط
کار به روش الکتروود انتخابگر یون

**Determination of Fluorides in Workplace
Atmospheres by Ion-Selective Electrode**

ICS: 13.040.30

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در 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 پیشنهادات 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 ذی صلاح 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 شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل 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 استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین 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 ملی استاندارد ایران 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 Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« اندازه گیری فلوتوریدها در اتمسفر محیط کار به روش الکتروود انتخابگر یون »

رئیس:

افشاری، داود
(دکتری مهندسی بهداشت حرفه‌ای)

دبیر:

حاتمی، امیر
(دکتری شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آتشی، مژگان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه اداره حفاظت محیط
زیست

آذریان، علیرضا
(کارشناس ارشد محیط زیست)

کارشناس مسئول آزمایشگاه اداره حفاظت
محیط زیست

جولاباف، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس دانشگاه شهید چمران

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت شبنم خوزستان

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

کجباف، نسیم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس دانشگاه شهید چمران اهواز

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

گیلاسی، فهیمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس مسئول بهداشت حرفه‌ای معاونت
بهداشت دانشگاه

ملتجی، جلال
(کارشناس ارشد محیط زیست)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ مزاحمت‌ها
۲	۶ وسایل
۳	۷ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۸ نمونه برداری
۴	۹ آنالیز
۶	۱۰ محاسبات
۷	۱۱ دقت و انحراف
۸	۱۲ گزارش آزمون

پیش گفتار

استاندارد " اندازه گیری فلئوریدها در اتمسفر محیط کار به روش الکتروود انتخابگر یون " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در شصت و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۱۹ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D 4765: 2013, Standard Test Method for Measurement of Fluorides in Workplace Atmospheres by Ion-Selective Electrodes

اندازه‌گیری فلئوریدها در اتمسفر محیط کار به روش الکتروود انتخابگر یون

هشدار- در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای جمع آوری هم‌زمان و اندازه‌گیری مجزای فلئورید گازی (برای مثال هیدروژن فلئورید) و فلئورید ذره‌ای موجود در برخی محیط‌های کاری صنعتی است. فلئوریدهای گازی و ذره‌ای جمع آوری شده و برحسب فلئورید گزارش می‌شوند. این استاندارد برای جمع آوری نمونه، آماده‌سازی و اندازه‌گیری فلئورید کاربرد دارد. این استاندارد برای جمع آوری و آنالیز ترکیبات گازی فلئوردار (برای مثال ترکیبات فلئوروکربن یا فلئوروسولفور) کاربرد ندارد.

به دلیل قابلیت این روش آزمون برای جمع آوری و تعیین کمی فلئوریدهای گازی و ذره‌ای در سراسر گستره‌هایی که معمولاً در اتمسفرهای صنعتی وجود دارد، این استاندارد برای کنترل و ارزیابی بهداشت صنعتی کاربرد دارد. گستره پیشنهادی این روش آزمون 0.05 mg تا 5 mg فلئورید در هر متر مکعب هوا (0.05 mg/m^3 تا 5 mg/m^3) است.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون
- 2-2 ASTM D 1356, Terminology Relating to Sampling and Analysis of Atmospheres
- 2-3 ASTM D 4840, Guide for Sample Chain-of-Custody Procedures
- 2-4 ASTM D 5337, Practice for Flow Rate Adjustment of Personal Sampling Pumps
- 2-5 ASTM E 1370, Guide for Air Sampling Strategies for Worker and Workplace Protection

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد ASTM D 1356 به کار می‌رود:

۴ اصول آزمون

مواد ذره‌ای از یک حجم معین هوا به وسیله صافی غشایی جمع آوری می‌شوند. فلوتورید گازی حاصل از نمونه هوا با استفاده از یک پد سلولزی^۱ اشباع شده با قلیا که در پشت صافی غشایی قرار دارد، جذب می‌شود. صافی غشایی و جامدات جمع آوری شده، قلیایی و خاکستر می‌شوند و باقی‌مانده با قلیای بیشتری ذوب می‌شود. در نهایت فلوتورید در محلولی از مذاب با استفاده از یک الکتروود انتخابگر یون فلوتورید اندازه‌گیری می‌شود. فلوتورید گازی موجود در مایع استخراجی آبی حاصل از پد سلولزی نیز به وسیله یک الکتروود انتخابگر یون فلوتورید اندازه‌گیری می‌شود.

۵ مزاحمت‌ها

۱-۵ به دلیل این‌که الکتروود انتخابگر یون به فعالیت یونی پاسخ می‌دهد، شکل‌های کمپلکس و نامحلول فلوتورید باید با ترکیب مناسبی از فرایندهای ذوب، تنظیم pH و افزودن عامل کمپلکس کننده آزاد شوند.

۲-۵ مواد صافی، همه نوع مواد صافی نمی‌توانند به طور موثری برای نمونه برداری فلوتوریدهای ذره‌ای در هوای محیط کار استفاده شوند. صافی‌های غشایی سلولزی اغلب از انواع مناسب صافی برای نمونه برداری فلوتوریدها هستند. چندین سازنده، صافی‌های استر سلولز مخلوط را به صورت تجاری عرضه می‌کنند. با این وجود ضروری است که کیفیت هر بسته صافی استفاده شده برای نمونه برداری را بررسی کنید.

۳-۵ اسیدیته (pH) و قدرت یونی محلول‌های استاندارد فلوتورید باید با محلول‌های نمونه مطابقت داشته باشد.

۴-۵ دمای نمونه و محلول‌های استاندارد باید در محدوده $\pm 2^{\circ}\text{C}$ کنترل شود.

۶ وسایل

۱-۶ پمپ نمونه‌برداری فردی، با قابلیت تثبیت جریان هوا ($\pm 5\%$) در گستره ۱ l/min تا ۵ l/min در یک نگاه‌دارنده (بند ۶-۲) صافی حاوی صافی غشایی سلولزی با اندازه حفرات $0.8\ \mu\text{m}$ (بند ۶-۳) و پد سلولزی (بند ۶-۴) به مدت حداکثر ۸ ساعت

۲-۶ نگاه‌دارنده صافی، برای نمونه برداری کسر قابل استنشاق آئروسول^۲، با قطر مناسب برای صافی‌ها (برای مثال ۳۷ mm، بند ۶-۳) را ببینید). نگاه‌دارنده باید به منظور شناسایی شماره گذاری شود.

۳-۶ صافی غشایی، از نوع استر سلولز مخلوط (MCE)^۳ با اندازه حفرات $0.8\ \mu\text{m}$ و قطر مناسب با نگاه‌دارنده صافی (بند ۶-۲) را ببینید).

۴-۶ پد سلولزی، با اندازه مناسب با نگاه‌دارنده صافی (بند ۶-۲) را ببینید). پد به صورت اشباع یا اشباع نشده با قلیا به صورت تجاری در دسترس است.

1- Cellulose pad
2- Aerosol
3- Mixed-cellulose esters

۵-۶ بوتله، با ظرفیت ۲۰ ml از جنس نیکل، پلاتین یا آلیاژهای مناسب نیکل و کروم

۶-۶ الکتروود انتخابگر یون فلئورید

۷-۶ الکتروود مرجع، از نوع کالومل، ترجیحا به صورت ترکیبی با الکتروود انتخابگر یون فلئورید

۸-۶ الکترومتر یا pH متر با مقیاس وسیع، با مقیاس میلی ولت برای اندازه گیری پتانسیل

یادآوری- پتانسیومترهای تجاری برای الکترودهای حساس به فلئورید مجهز به کالیبراسیون داخلی هستند.

۹-۶ میله هم زن مغناطیسی، با روکش فلئوروکربن

۱۰-۶ بشر پلاستیکی، با ظرفیت های ۵۰ ml و ۱۰۰ ml

۱۱-۶ بشر، از جنس شیشه بوروسیلیکات، با ظرفیت ۲۵۰ ml

۱۲-۶ بالن حجم سنجی، با ظرفیت های ۵۰ ml و ۱۰۰ ml

۷ مواد و/یا واکنشگرها

در طول آزمون به جز در موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرها با درجه خلوص تجزیه ای استفاده کنید. درجات دیگر می توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش صحت اندازه گیری استفاده شوند.

۱-۷ آب، به غیر از موارد ذکر شده باید از آب درجه ۱ مطابق استاندارد ملی یاران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۲-۷ محلول ثابت کننده قلیایی، ۲۵ g سدیم کربنات (Na_2CO_3) را در آب حل کرده، ۲۰ ml گلیسرول افزوده و تا حجم ۱ l با آب رقیق کنید.

۳-۷ محلول بافر، ۶۰ g سیتریک اسید تک آبه ($\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)، ۲۱۰ g سدیم سیترات ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) و ۵۳/۵ g آمونیوم کلرید (NH_4Cl) را در ۵۰۰ ml آب حل کنید. ۶۷ ml آمونیوم هیدروکسید (NH_4OH) با وزن مخصوص ۰/۹۰ افزوده و تا حجم ۱ l با آب رقیق کنید.

۴-۷ سدیم فلئورید استاندارد، ۰/۲۲۱۱ g سدیم فلئورید (NaF) خشک شده به مدت دو ساعت در دمای 105°C) را در آب حل کرده و در بالن حجم سنجی ۱ l تا خط نشانه به حجم برسانید.

۵-۷ اتانول، با درجه خلوص تجزیه ای

۶-۷ مخلوط ذوب بورات- کربنات، ترکیبی از سدیم تترابورات ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) و سدیم کربنات (Na_2CO_3) را به نسبت ۱:۲ کاملا مخلوط کنید.

۷-۷ هیدروکلریک اسید، به نسبت ۱:۱، یک حجم هیدروکلریک اسید و یک حجم آب را به صورت محلولی همگن مخلوط کنید.

۸ نمونه برداری

۸-۱ اشباع کردن پد سلولزی، پد سلولزی (بند ۶-۴) را با حجم معینی از محلول ثابت کننده قلیایی (بند ۷-۳ را ببینید) مرطوب کنید. حجم ۰/۸ ml برای یک پد با قطر ۳۷ mm مورد نیاز است. پد را به مدت ۳۰ دقیقه تا ۴۵ دقیقه در دمای ۱۰۵ °C خشک کرده و بگذارید در دمای اتاق در یک دسیکاتور به مدت یک شبانه روز بماند تا خشک شود.

یادآوری- آماده سازی پدهای اشباع با قلیا باید در محیطی با فلوئورید کم با حداقل احتمال آلودگی انجام شود.

۸-۲ مجموعه نمونه بردار، نگه دارنده صافی را سوار کنید، یک پد اشباع با صافی غشایی در بالای آن وارد کرده و مجموعه را در مقابل نشت هوا درزبندی کنید. دهانه های ورودی و خروجی نگه دارنده صافی را ببندید.

۸-۳ پمپ نمونه برداری فردی، از پمپ های نمونه برداری با نرخ جریان آنها (۱ l/min تا ۵ l/min) و کالیبره شده مطابق استاندارد ASTM D 5337 استفاده کنید.

۸-۴ جمع آوری نمونه، برای حصول اطلاعات کلی درباره راهکارهای نمونه برداری به استاندارد ASTM E 1370 مراجعه کنید.

۸-۴-۱ کارگر در معرض را به یک نمونه بردار که از طریق لوله ارتجاعی به طول ۷۵ cm به یک پمپ نمونه برداری فردی دارای کمربند محافظ متصل است، مجهز کنید. نمونه بردار را به محلی در محدوده منطقه تنفسی کارگر برای نمونه برداری وصل کنید. هوا را با نرخ کالیبره ۱ l/min تا ۵ l/min از میان نمونه بردار بکشید (میزان نمونه برداری ۲ l/min معمول است). در انتهای نمونه برداری، مدت نمونه برداری را ثبت کنید. حداقل ۲۵۰ l نمونه هوا به دست آورید.

۸-۵ انتقال نمونه، نمونه بردارها را به آزمایشگاه منتقل کنید به گونه ای از آلودگی یا خسارت اجتناب شود. روش های زنجیره حفاظت را برای اثبات به قابلیت ردیابی نمونه مطابق استاندارد ASTM D 4840 دنبال کنید.

۹ آنالیز

۹-۱ استانداردهای کالیبراسیون فلوئورید

یادآوری- نگهداری این استانداردها به مدت چندین ماه در بطری های پلی اتیلنی با درپوش غیر قابل نفوذ در یخچال مجاز است.

۹-۱-۱ فلوئورید ذره ای، ۱/۰ g مخلوط مذاب بورات-کربنات را به هر چهار بشر ۲۵۰ ml حاوی ۱۰ ml آب و ۵۰ ml محلول بافر (بند ۷-۳) اضافه کنید. چند قطره هیدروکلریک اسید (بند ۷-۷) افزوده و حجم های مختلفی (۱ ml، ۵ ml، ۱۰ ml و ۲۵ ml) محلول استاندارد فلوئورید ۱۰۰ µg/ml (بند ۷-۴) اضافه کنید تا مجموعه ای از استانداردهای کاری (با غلظت ۱ µg/ml، ۵ µg/ml، ۱۰ µg/ml و ۲۵ µg/ml فلوئورید) تهیه شود. هر مخلوط را به یک بالن حجم سنجی ۱۰۰ ml منتقل کرده، با آب تا خط نشانه رقیق کنید.

۲-۱-۹ فلئورید گازی، ۱۰ ml آب و ۵۰ ml محلول بافر (بند ۷-۳) را به هر چهار بالن حجم‌سنجی ml ۱۰۰ منتقل کنید. حجم‌های مختلفی (۱ ml، ۵ ml، ۱۰ ml و ۲۵ ml) محلول استاندارد فلئورید $\mu\text{g/ml}$ ۱۰۰ (بند ۷-۴) اضافه کنید تا مجموعه‌ای از استانداردهای کاری (با غلظت $\mu\text{g/ml}$ ۱، $\mu\text{g/ml}$ ۵، $\mu\text{g/ml}$ ۱۰ و $\mu\text{g/ml}$ ۲۵ فلئورید) تهیه شود. هر بالن را با آب تا خط نشانه رقیق کنید.

۲-۹ کالیبراسیون

۱-۲-۹ برای کالیبراسیون الکتروود، حدود ۲۰ ml محلول استاندارد کاری را درون یک بشر پلاستیکی حاوی میله هم‌زن با روکش فلئوروکربن (بند ۶-۹) بریزید. دمای محلول را در محدوده $^{\circ}\text{C}$ ± 2 از دمای استاندارد انتخابی برای مثال $^{\circ}\text{C}$ ۲۵ تنظیم کنید. الکترودهای فلئورید و مرجع را درون محلول (که با سرعت ثابت هم زده می‌شود) وارد کنید و پتانسیل را بعد از دو دقیقه اندازه‌گیری کنید. این کار را برای هر استاندارد کاری (بند ۹-۱) تکرار کنید.

۲-۲-۹ منحنی کالیبراسیون را با مقیاس نیمه لگاریتمی با رسم پتانسیل برحسب میلی ولت (مقیاس خطی) در مقابل غلظت فلئورید برحسب میکروگرم بر میلی‌لیتر (مقیاس لگاریتمی) تهیه کنید. تجدیدپذیری هر نقطه باید ± 1 mV باشد. یک منحنی کالیبراسیون خطی در گستره $\mu\text{g/ml}$ ۰٫۵ تا $\mu\text{g/ml}$ ۲۵ با شیب ۵۷ mV تا ۵۹ mV به ازای ۱۰ برابر تغییر در غلظت فلئورید به دست می‌آید.

۳-۲-۹ منحنی‌های کالیبراسیون جداگانه برای فلئورید ذره‌ای و گازی از اندازه‌گیری‌های پتانسیل این استانداردها (بند ۹-۱) تهیه کنید. در صورت اندازه‌گیری محلول‌های حاوی کمتر از $\mu\text{g/ml}$ ۰٫۵، محلول استاندارد بیشتری باید تهیه کنید زیرا منحنی کالیبراسیون ممکن است در غلظت‌های کم فلئورید خطی نباشد.

۳-۹ آماده‌سازی نمونه و روش اندازه‌گیری

۱-۳-۹ فلئورید ذره‌ای، صافی غشایی را با دقت از نگاه‌دارنده صافی خارج کرده و آن را در بوته نیکلی، اینکونل^۱ یا پلاتینی حاوی ۰٫۵ g مخلوط مذاب بورات- کربنات قرار دهید. هرگونه ذرات گردو غبار را از درون درپوش صافی و واشر به بوته منتقل کنید. صافی را به متانول آغشته کرده و با شعله گازی کوچکی مشتعل کنید. باقی‌مانده را تا رسیدن به دمای ذوب (با یک تابش قرمز کند تا زمانی که کل نمونه مصرف شود) به مدت ۱ دقیقه تا ۲ دقیقه گرم کنید. در حین فرایند ذوب، بوته را بیش از حد گرم نکنید زیرا فلئورید می‌تواند در اثر تبخیر هدر رود. بوته را تا دمای اتاق خنک کرده و محتویات آن را در چند میلی‌لیتر آب حل کنید. همان محلول را با ۲۵ ml محلول بافر (بند ۷-۳) به یک بشر پلاستیکی منتقل کرده و بوته را با چند قطره هیدروکلریک اسید (بند ۷-۷) بشویید. سپس در یک بالن حجم‌سنجی ۵۰ ml تا خط نشانه رقیق کرده، مخلوط کنید و به دمای استاندارد برای مثال $^{\circ}\text{C}$ ۲۵ برسانید. حدود ۲۰ ml از محلول را درون یک بشر پلاستیکی ریخته، الکترودها را در محلول که به آرامی هم زده می‌شود فروبرده و پتانسیل را اندازه‌گیری

۱ - آلیاژی از نیکل حاوی کروم و آهن که در دماهای بالا در برابر خوردگی مقاوم است.

کنید. پتانسیل (mV) را به وسیله منحنی کالیبراسیون تعیین شده از مجموعه استانداردهای فلوتورید حاوی کمک ذوب بورات- کربنات (بند ۹-۲ را ببینید)، به غلظت فلوتورید ($\mu\text{g/ml}$) تبدیل کنید.

۴-۹ فلوتورید گازی، پد سلولزی اشباع را به یک بشر پلاستیکی ۱۰۰ ml حاوی ۲۵ ml آب و ۲۵ ml محلول بافر (بند ۷-۳) منتقل کنید. بگذارید پد به مدت حدود ۳۰ دقیقه همراه با هم زدن کافی خیسانده شود تا به خمیر تبدیل شود. محلول را به دمای استاندارد برای مثال 25°C برسانید. الکترودها را در محلول که به آرامی هم زده می‌شود، فروبرده و بعد از دو دقیقه پتانسیل را اندازه‌گیری کنید. پتانسیل (mV) را به وسیله منحنی کالیبراسیون تعیین شده از مجموعه استانداردهای فلوتورید (بند ۹-۲ را ببینید)، به غلظت فلوتورید ($\mu\text{g/ml}$) تبدیل کنید.

۱۰ محاسبات

۱-۱۰ غلظت فلوتوریدهای ذره‌ای موجود در هوا (در طول مدت نمونه‌برداری) را با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید:

$$C_p = 0.05 \times \frac{C_1}{V} \quad (1)$$

که در آن:

C_p غلظت فلوتورید ذره‌ای برحسب میلی‌گرم بر متر مکعب؛

۰٫۰۵ ضریب تبدیل برای حجم نمونه ۵۰ ml و تبدیل میکروگرم به میلی‌گرم؛

C_1 غلظت فلوتورید در محلول نمونه ذره‌ای برحسب میکروگرم بر میلی‌لیتر؛

V حجم نمونه هوا تصحیح شده در دمای 25°C و فشار ۷۶۰ mmHg برحسب متر مکعب؛

۲-۱۰ غلظت فلوتوریدهای گازی موجود در هوا (در طول مدت نمونه‌برداری) را با استفاده از رابطه ۲ محاسبه کنید:

$$C_g = 0.05 \times \frac{C_2}{V} \quad (2)$$

که در آن:

C_g غلظت فلوتورید گازی برحسب میلی‌گرم بر متر مکعب؛

۰٫۰۵ ضریب تبدیل برای حجم نمونه ۵۰ ml و تبدیل میکروگرم به میلی‌گرم؛

C_2 غلظت فلوتورید در محلول نمونه گازی برحسب میکروگرم بر میلی‌لیتر؛

V حجم نمونه هوا تصحیح شده در دمای 25°C و فشار ۷۶۰ mmHg برحسب متر مکعب؛

۳-۱۰ در صورت تمایل، غلظت فلوتورید گازی در هوا برحسب میلی‌گرم بر متر مکعب را می‌توانید با استفاده از رابطه ۳ به غلظت معادل برحسب قسمت در میلیون تبدیل کنید.

$$C_g(\text{mg/m}^3) \times 1.29 = C_g(\text{ppm}) \quad (3)$$

۱۱ دقت و انحراف

۱-۱۱ دقت (تک آزمون گر و کلی)

۱-۱-۱۱ چهار غلظت فلوئورید گازی (mg ۰,۰۳۰، mg ۰,۲۹۵، mg ۱,۴۹ و mg ۲,۹۰ فلوئورید در نمونه) تهیه و روی صافی آماده جمع آوری شدند. هر غلظت سه مرتبه توسط هشت آزمایشگاه شرکت کننده آنالیز شد. انحراف استاندارد نسبی آزمون گر منفرد (RSD) از % ۱۰,۳ تا % ۲,۸ با انحراف استاندارد نسبی مشارکتی % ۷,۵ تغییر می کند. انحراف استاندارد نسبی کل برای هشت آزمایشگاه از % ۲۴,۸ تا % ۷,۶ با انحراف استاندارد نسبی مشارکتی % ۱۶,۰ تغییر می کند.

۱-۱-۱۱-۲ برای تهیه نمونه های ارزیابی عملکرد، سه غلظت فلوئورید ذره ای با توزین یک نمونه استاندارد و قرار دادن کسرهایی از نمونه روی صافی ها در غلظت های mg ۰,۷۴۲، mg ۱,۴۸ و mg ۲,۴۱ فلوئورید در نمونه تهیه شدند. هر غلظت سه مرتبه توسط هشت آزمایشگاه شرکت کننده آنالیز شد. انحراف استاندارد نسبی آزمون گر منفرد (RSD) از % ۱۳,۹ تا % ۴,۴ با انحراف استاندارد نسبی مشارکتی % ۹,۲ تغییر می کند. انحراف استاندارد نسبی کل برای هشت آزمایشگاه از % ۳۱,۵ تا % ۲۱,۲ با انحراف استاندارد نسبی مشارکتی % ۲۷,۲ تغییر می کند.

۱۱-۲ انحراف

۱-۲-۱۱ استانداردهای ذره ای، بازیابی های مقادیر معلومی از فلوئورید ذره ای استاندارد در جدول ۱ نشان داده شده است. درصد بازیابی کل نمونه فلوئورید ذره ای در سراسر گستره غلظتی mg ۰,۷۴ تا mg ۲,۴۱ فلوئورید به ازای هر صافی برابر % ۷۸,۲ بود.

جدول ۱- بازیابی های مقادیر معلومی از فلوئورید ذره ای استاندارد

مقدار افزوده شده mg فلوئورید	میانگین بازیابی (X̄) mg فلوئورید	انحراف	درصد انحراف	درصد بازیابی	معنی داری آماری (سطح اطمینان % ۹۵)
۰,۷۴۲	۰,۵۷۵	- ۰,۱۶۷	-۲۲,۵	۷۷,۵	بله
۱,۴۸	۱,۱۵	- ۰,۳۳	-۲۲,۳	۷۷,۷	بله
۲,۴۱	۱,۹۱	- ۰,۵۰	-۲۰,۷	۷۹,۳	بله

۱-۲-۱۱ استانداردهای گازی، بازیابی های مقادیر معلومی از فلوئورید گازی تولید شده استاندارد که روی یک صافی جذب شده اند، در جدول ۲ نشان داده شده است. درصد بازیابی کل نمونه فلوئورید گازی در سراسر گستره غلظتی mg ۰,۰۳ تا mg ۲,۹ فلوئورید برابر % ۹۹,۱ بود.

جدول ۲- بازیابی‌های مقادیر معلومی از فلئوئورید گازی تولید شده استاندارد

مقدار تولید شده mg فلئوئورید	میانگین بازیابی (X $\bar{}$) mg فلئوئورید	انحراف	درصد انحراف	درصد بازیابی	معنی داری آماری (سطح اطمینان % ۹۵)
۰٫۰۳۰	۰٫۰۳۲	+۰٫۰۰۲	+۶٫۷	۱۰۶٫۷	نه
۰٫۲۹۵	۰٫۲۷۸	-۰٫۰۱۷	-۵٫۸	۹۴٫۲	بله
۱٫۴۹	۱٫۴۴	-۰٫۰۵	-۳٫۴	۹۶٫۶	بله
۲٫۹۰	۲٫۸۷	-۰٫۰۳	-۱٫۰	۹۹٫۰	نه

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد.

۱-۱۲ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۲ کل جزییات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛

۳-۱۲ نتایج آزمون؛

۴-۱۲ شرایط آزمون؛

۵-۱۲ هر گونه انحراف از روش آزمون مشخص شده؛

۶-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛

۷-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛

۸-۱۲ نام و امضای آزمون‌گر؛