



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۸۷۲

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19872

1st. Edition

2015

هوای محیط کار - تعیین ذرات آرسنیک،
ترکیبات آرسنیک و بخار آرسنیک تری
اکسید با روش تولید هیدرید و طیفسنجی
جذب اتمی

**Workplace air - Determination of
particulate arsenic and arsenic compounds
and arsenic trioxide vapour using
hydride generation and atomic absorption
spectrometry method**

ICS:13.040.30

بنام 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند 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 می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات 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 می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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
« هوای محیط کار - تعیین ذرات آرسنیک، ترکیبات آرسنیک و بخار آرسنیک تری اکسید با
روش تولید هیدرید و طیفسنجی جذب اتمی »

رئیس:

عبداله میرزایی، رسول
(دکتری شیمی فیزیک)

سمت و / یا نمایندگی

هیئت علمی دانشگاه شهید رجایی

دبیر:

تیزپر، عدالت
(کارشناس ارشد شیمی کاربردی)

رئیس گروه مطالعات تفصیلی و تهیه طرح سانا

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

حسین سعیدی، لیلا
(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

کارشناس آزمایشگاه اداره کل محیط زیست استان تهران

داوری، مهدی
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

مدیر آزمایشگاه محیط زیست سازمان پژوهش‌های علمی و
صنعتی

دشتی، بهروز
(کارشناس ارشد محیط زیست)

رئیس گروه مطالعات زیستی در سانا

صادقی، فاطمه
(کارشناس ارشد مهندسی بهداشت حرفه‌ای)

رئیس اداره کنترل عوامل شغلی مؤثر بر سلامت وزارت بهداشت

طلعتی، بابک
(کارشناس مکانیک)

کارشناس آزاد

طلعتی، حسین
(کارشناس مهندسی بهداشت حرفه‌ای)

کارشناس اداره کنترل عوامل شغلی مؤثر بر سلامت وزارت
بهداشت

فرجی، رحیم
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

رئیس آزمایشگاه در پژوهشگاه استاندارد

رئیس آزمایشگاه‌ها در سازمان توان

پژوهشگر دانشگاه شهید رجایی

قاسمی، زهرا
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

معینی، بهنام
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۳	۳ اصول
۴	۴ واکنش‌ها
۴	۵ مواد یا واکنشگرها
۹	۶ دستگاه
۹	۶-۱ تجهیزات نمونه‌برداری
۱۵	۷ نمونه‌برداری
۱۵	۷-۱ روش اجرایی نمونه‌برداری
۱۸	۷-۲ آماده‌سازی تجهیزات نمونه‌برداری
۱۹	۷-۳ جمع‌آوری نمونه
۲۱	۷-۴ حمل و نقل نمونه
۲۱	۸ روش اجرایی آنالیز
۲۱	۸-۱ تمیز کردن ظروف شیشه‌ای و بطری‌های پلی پروپیلن
۲۲	۸-۲ تهیه محلول‌های نمونه و محلول‌های آزمون شاهد
۲۴	۸-۳ تهیه محلول‌های کالیبراسیون
۲۵	۸-۴ کالیبراسیون
۲۹	۸-۵ سنجش
۳۰	۸-۶ تخمین محدوده‌ی تشخیص دستگاهی
۳۰	۸-۷ روش اجرایی توقف عملیات
۳۱	۹ گزارش نتایج
۳۱	۹-۱ محاسبات

۳۲
۳۵
۳۵
۳۶
۳۸

۲-۹ کارایی روش
۳-۹ حد تشخیص و محدوده کاری
۱۰ موارد خاص
۱۱ گزارش آزمون
پیوست (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش گفتار

استاندارد " هوای محیط کار- تعیین ذرات آرسنیک، ترکیبات آرسنیک و بخار آرسنیک تری اکسید با روش‌های تولید هیدرید و طیفسنجی جذب اتمی" که پیش نویس آن توسط کمیسیون‌های مربوط در سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در چهل و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۳/۱۱/۱۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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

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

ISO 11041: 1996, Workplace air - Determination of particulate arsenic and arsenic compounds and arsenic trioxide vapour - Method by hydride generation and atomic absorption spectrometry

هوای محیط کار - تعیین ذرات آرسنیک، ترکیبات آرسنیک و بخار آرسنیک تری اکسید با روش تولید هیدرید و طیف‌سنجی جذب اتمی

هشدار - آرسنیک و ترکیبات آرسنیک سمی و سرطان‌زا می‌باشند (به مرجع [۱] در پیوست مراجعه شود). لذا از حضور در منطقه‌ی تنفسی که این ماده وجود دارد اکیداً اجتناب کنید. در محل‌هایی که احتمال مواجهه با آرسنیک و ترکیبات آن وجود دارد، از وسایل حفاظت فردی (برای مثال: ماسک تنفسی با کارایی بالا) استفاده کنید.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای سنجش غلظت جرمی ذرات آرسنیک، ترکیبات آرسنیک و بخار آرسنیک تری اکسید در هوای محیط کار با استفاده از تولید هیدرید با جریان پیوسته^۱ یا تولید هیدرید با آنالیز جریان تزریقی^۲ و طیف‌سنجی جذب اتمی است. این روش برای سنجش آرسنیک که به شکل آرسنیدهای فلزی بوده و در آب یا اسید تجزیه می‌گردند، کاربرد ندارد (به بند ۱۰-۱ مراجعه شود).

این روش برای سنجش جرم آرسنیک موجود در نمونه در محدوده‌ی تقریبی ۱۰۰ ng تا ۱۲۵ µg و برای آنالیز محلول‌های آزمون تهیه شده با استفاده از حجم‌های مساوی از محلول‌های نمونه، در محدوده غلظتی توصیه شده کاربرد دارد (به بند ۹-۳ مراجعه شود). محدوده‌ی غلظتی برای آرسنیک موجود در هوا (برای مواردی که این روش اجرایی کاربرد دارد) تا حدودی با روش اجرایی انتخاب شده توسط کاربر برای نمونه‌برداری، تعیین می‌گردد.

این روش برای نمونه‌برداری از افراد یا نمونه‌برداری از محل‌های ثابت^۳ کاربرد دارد. در فرایند تعیین آرسنیک به وسیله تولید هیدرید یا طیف‌سنج جذب اتمی، تعدادی از فلزات واسطه ممکن است ایجاد مزاحمت کنند (به بند ۱۰-۳ مراجعه شود).

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

1- Countinuous-flow hydride generation
2- Flow-injection-analysis hydride generation
3- Fixed location

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدرکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹: سال ۱۳۹۰، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی - پیپت‌های تک حجم
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰: سال ۱۳۸۳، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی - بالن‌های حجم‌سنجی با یک خط نشانه - ویژگی‌ها
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۱۵۰۴: سال ۱۳۹۱، ابزارهای حجمی با کارکرد پیستونی - قسمت ۱: اصطلاح‌شناسی، الزامات کلی و توصیه‌های کاربر
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۱۵۰۴: سال ۱۳۸۸، تجهیزات حجم‌سنجی پیستونی - قسمت ۲: پیپت‌های پیستونی
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳-۱۱۵۰۴: سال ۱۳۹۱، ابزارهای حجمی با کارکرد پیستونی - قسمت ۳: بورت‌های پیستونی
- ۶-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴-۱۱۵۰۴: سال ۱۳۹۱، ابزارهای حجمی با کارکرد پیستونی - قسمت ۴: رقیق‌کننده‌ها
- ۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۶۳: سال ۱۳۹۲، ظروف شیشه‌ای غذاخوری بوریلیکاتی مقاوم در برابر شوک حرارتی - ویژگی‌ها

- 2-8 ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use - Specification and test methods.
- 2-9 ISO 6955:1982, Analytical spectroscopic methods - Flame emission, atomic absorption and atomic fluorescence - Vocabulary.
- 2-10 ISO 7708:1995, Air quality - Particle size fraction definitions for health-related sampling.
- 2-11 EN 48211994, Workplace atmospheres – General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents. EN 482, CEN, Brussels, Belgium (1994).
- 2-12 EN 1232:-1, Workplace atmospheres - Pumps for personal sampling of chemical agents - Require- men ts and test methods.

۳ اصول

۱-۳ ذرات آرسنیک، ترکیبات آرسنیک و بخار آرسنیک تری اکسید به وسیله مکش حجم مشخصی از هوا و از میان یک صافی غشایی استر سلولزی و یک صفحه کاغذی پشتیبان که آغشته به سدیم کربنات است جمع‌آوری می‌شوند. این مجموعه (غشاء و کاغذ) در داخل یک نمونه‌بردار که به منظور جمع‌آوری کسری از ذرات معلق قابل استنشاق موجود در هوا طراحی شده است، قرار می‌گیرد.

۲-۳ صافی از جنس غشای استر سلولزی، کاغذ قرار گرفته در پشت و نمونه جمع‌آوری شده، به وسیله نیتریک اسید، سولفوریک اسید و هیدروژن پراکسید به خاکستر مرطوب تبدیل می‌شوند. با جوشاندن محلول روی هیتر تا مرحله تغلیظ شدن و آزاد شدن دود سفید سولفور تری اکسید، نیتریک اسید و هیدروژن پراکسید از محلول جدا شده و سپس محلول نمونه، سرد و با آب تا حجم مشخصی رقیق می‌گردد.

یادآوری- روش اجرایی خاکستر مرطوب که در بند ۸-۲-۲ توضیح داده شده است بر اساس روش اجرایی NIOSH (به مرجع [۲] در پیوست مراجعه شود) می‌باشد که به منظور جلوگیری از خشک شدن محلول نمونه، اصلاحاتی روی آن انجام شده است.

۳-۳ محلول آزمون با انتقال حجم مساوی از محلول نمونه به همراه حجم‌های مناسبی از سولفوریک اسید رقیق، هیدروکلریک اسید تغلیظ شده و محلول پتاسیم یدید به داخل یک بالن ژوژه و به حجم رساندن بالن ژوژه با آب مقطر تهیه می‌گردد.

۴-۳ محلول آزمون در داخل یک سیستم تولید هیدرید با جریان پیوسته یا سیستم تولید هیدرید با آنالیز جریان تزریقی با محلول سدیم تترابورات واکنش داده و گاز آرسین و هیدروژن آزاد می‌گردد. گازهای تولید شده، به وسیله یک جداساز گاز/مایع از مایع واکنش جدا شده و به وسیله یک گاز تخلیه‌ی بی‌اثر به داخل یک سل جاذب از جنس کوارتز یا شیشه حمل می‌گردند. این سل جاذب، در یک مسیر نوری واقع در داخل طیف‌سنج جذب اتمی که مجهز به لامپ هالو کاتد آرسنیک یا لامپ تخلیه‌ی بدون الکتروود است قرار گرفته و به صورت الکتریکی یا با استفاده از شعله اکساینده استیلن/هوا گرم می‌گردد.

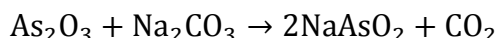
یادآوری- این استاندارد استفاده از دو نوع سیستم تولید هیدرید را شرح می‌دهد. سیستم‌های جریان پیوسته با استفاده از پمپ کردن جریان پیوسته‌ای از محلول آزمون به یک قطعه‌ی مخلوط کننده کار کرده و یک پیام جذب اتمی ثابت را ایجاد می‌کنند. اما سیستم‌های آنالیز با جریان تزریقی، حجم ناپیوسته‌ای از محلول آزمون را تزریق کرده و پیام جذب اتمی گذرا را ایجاد می‌کنند.

۵-۳ اندازه‌گیری جذب در طول موج‌های ۱۹۷٫۲ nm یا ۱۹۳٫۷ nm انجام گرفته و نتایج به وسیله روش منحنی تجزیه‌ای^۱ (به زیربند ۶-۱-۱ مندرج در استاندارد ISO 6955 مراجعه شود) یا روش افزایش آنالیت (به زیربند ۶-۱-۳ مندرج در استاندارد ISO 6955 مراجعه شود) به دست می‌آید.

1- Analytical- curve technique

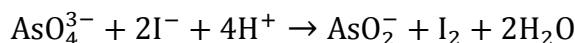
۴ واکنش‌ها

۱-۴ در اکثر موقعیت‌های موجود در محیط کار، جایی که مواجهه با آرسنیک وجود دارد (برای مثال در فرایند پالایش فلزات بازی، جوشکاری و سایر فرایندهای مربوط به فلزات داغ)، سهم زیادی از آرسنیک به صورت بخار آرسنیک تری اکسید وجود دارد (به مرجع [۳] در پیوست مراجعه شود). این بخار به وسیله واکنش با سدیم کربنات موجود روی صفحه کاغذی پشتیبان جمع‌آوری می‌گردد.



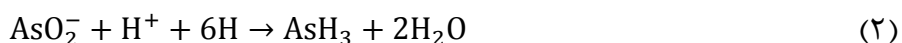
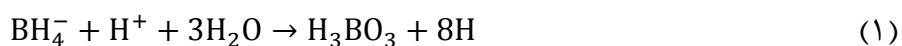
۲-۴ اکثر ترکیبات آرسنیکی که در نمونه‌های مربوط به هوای محیط کار وجود دارند با روش خاکستر مرطوب که در زیر بند ۸-۲-۲ بدان اشاره است به یون‌های آرسنات محلول (AsO_4^{3-}) تبدیل می‌گردند. بنابراین اگر هرگونه تردیدی در مورد مؤثر بودن این روش اجرایی در حل کردن ترکیبات آرسنیک (به صورت ذرات معلق) موجود در محیط آزمون وجود داشته باشد در این صورت قبل از هر گونه اقدامی باید بررسی‌های لازم را انجام داد.

۳-۴ قبل از ایجاد هیدرید (به بند ۴-۴ مراجعه شود)، یون‌های آرسنات (AsO_4^{3-}) و سیله واکنش با پتاسیم یدید به یون‌های آرسنیت (AsO_2^-) احیاء می‌گردند (به بند ۸-۲-۴ مراجعه شود).



این فرایند احیاء به دلیل این که آرسنیک پنج ظرفیتی، پیام‌های تجزیه‌ای پایین‌تری را نسبت به آرسنیک سه ظرفیتی می‌دهد (چون با سرعت کم‌تری به گاز آرسین تبدیل می‌گردد)، ضروری است.

۴-۴ تولید هیدرید در نتیجه‌ی واکنش بین آرسنیک سه ظرفیتی و هیدروژن نوزاد تولید شده (با واکنش بین هیدروکلریک اسید و محلول سدیم تتراهیدروبورات ایجاد می‌گردد) اتفاق می‌افتد.



۵-۴ اتم‌های آرسنیکی که با گرمایش گاز آرسین در سل جاذب کوارتزی یا شیشه‌ای تولید می‌گردند، به وسیله شعله‌ی ضعیف استیلن/ هوا یا به صورت الکتریکی حرارت داده می‌شوند.

۵ مواد یا واکنشگرها

در طول فرایند آنالیز، صرفاً از واکنشگرهایی با درجه خلوص تجزیه‌ای و از آبی که دارای مشخصاتی مطابق با بند ۵-۱ است، استفاده نمایید.

۱-۵ آب، باید از درجه ۲ و مطابق با الزامات مندرج در استاندارد ISO 3696 (هدایت الکتریکی کمتر از ۰٫۱ mS/m و مقاومت ویژه بیشتر از ۰٫۱ MΩ.m در ۲۵ °C) باشد.

۲-۵ سدیم کربنات، ۱ mol/l محلول سدیم کربنات در محلول گلیسرول (V/V) ۵٪

مقدار ۱۰٫۶ g از سدیم کربنات را به داخل بشر ۲۵۰ ml بریزید (به بند ۶-۲-۱-۱ مراجعه شود). مقدار ۵ ml از محلول گلیسرول و ۵۰ ml از آب را به آن اضافه کرده و به هم بزنید تا حل گردد (به بند ۵-۱ مراجعه شود). محلول را به بالن ژوژه ۱۰۰ ml منتقل کرده و آن را با آب مقطر به حجم رسانده و با گذاشتن درپوش بالن، بالن را خوب به هم بزنید (به بند ۶-۲-۱-۵ مراجعه شود).

۳-۵ هیدروکلریک اسید، به صورت تغلیظ شده، $\rho \approx 1,18 \text{ g/ml}$ ، ۳۵٪ (m/m) تا ۳۶٪ (m/m) غلظت آرسنیک باید کمتر از $0,01 \mu\text{g/ml}$ باشد.

هشدار- هیدروکلریک اسید غلیظ، خورنده بوده و بخار آن سوزش آور است. به همین دلیل از تماس آن با پوست یا چشم یا استنشاق بخارات آن اجتناب کنید. هنگام کار با هیدروکلریک اسید تغلیظ شده یا رقیق شده از تجهیزات حفاظت فردی (برای مثال: دستکش، محافظ صورت، عینک‌های ایمنی و...) استفاده کنید. هنگام کار با هیدروکلریک اسید تغلیظ شده، حتماً از هود استفاده نمایید. با توجه به فشار بالای هیدروکلریک، هنگام تهیه مخلوط آب/ اسید، از فشار ایجاد شده در داخل بالن درپوش دار آگاه باشید.

۴-۵ هیدروکلریک اسید، رقیق شده با نسبت ۱+۱

مقدار ۹۰۰ ml از آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) را به داخل بالن ژوژه ۲۰۰۰ ml بریزید. با دقت تمام مقدار ۱۰۰۰ ml از هیدروکلریک اسید غلیظ (به بند ۵-۳ مراجعه شود) را به بالن ژوژه اضافه کرده و آن را خوب به هم بزنید. پس از این مرحله بالن را سرد کرده و تا خط نشانه با آب پر کنید و با گذاشتن درپوش بالن، آن را خوب به هم بزنید.

یادآوری- این محلول به عنوان حلال شاهد (مطابق با زیربند ۵-۴-۲ مندرج در استاندارد ISO 6955) مورداستفاده قرار می‌گیرد. اما در این استاندارد، اسید شاهد به عنوان حلال شاهد معرفی شده است.

۵-۵ هیدروکلریک اسید، رقیق شده با نسبت ۱+۴

مقدار ۷۰۰ ml از آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) را به داخل بالن ژوژه ۱۰۰۰ ml (به بند ۶-۲-۱-۵ مراجعه شود) بریزید. با دقت تمام مقدار ۲۰۰ ml از هیدروکلریک اسید تغلیظ شده (به بند ۵-۳ مراجعه شود) را به بالن ژوژه اضافه کرده و آن را خوب به هم بزنید. پس از این مرحله بالن را سرد کرده و تا خط نشانه با آب پر کرده و با گذاشتن درپوش بالن، آن را خوب به هم بزنید.

۶-۵ نیتریک اسید، به صورت تغلیظ شده، $\rho \approx 1,42 \text{ g/ml}$ ، ۶۹٪ (m/m) تا ۷۱٪ (m/m) غلظت آرسنیک باید کمتر از $0,01 \mu\text{g/ml}$ باشد.

هشدار- نیتریک اسید تغلیظ شده، خورنده و اکسیدکننده بوده و بخار آن سوزش آور است. به همین دلیل از تماس آن با پوست یا چشم یا استنشاق بخارات آن اجتناب کنید. هنگام کار با نیتریک اسید تغلیظ شده یا رقیق شده از تجهیزات حفاظت فردی (برای مثال: دستکش، محافظ صورت، عینک‌های ایمنی و...) استفاده کنید. هنگام کار با نیتریک اسید تغلیظ شده، حتماً از هود استفاده نمایید.

۷-۵ سولفوریک اسید، به صورت تغلیظ شده، $\rho \approx 1,84 \text{ g/ml}$ ، حدود (m/m) ۹۸ غلظت آرسنیک باید کمتر از $0,05 \mu\text{g/ml}$ باشد.

هشدار- سولفوریک اسید غلیظ، خورنده بوده و موجب سوزش می‌گردد. به همین دلیل از تماس آن با پوست یا چشم یا استنشاق بخارات آن اجتناب کنید. هنگام کار با سولفوریک اسید تغلیظ شده یا رقیق شده از تجهیزات حفاظت فردی (برای مثال: دستکش، محافظ صورت، عینک‌های ایمنی و...) استفاده کنید. بخارات ناشی از گرمایش این اسید سوزش‌آور بوده بنابراین هنگام کار با سولفوریک اسید غلیظ، حتماً از هود استفاده نمایید. افزودن آب به اسید سولفوریک به دلیل شدید بودن واکنش آب با این اسید، باید با احتیاط لازم صورت گیرد (برای کاستن این اثر لازم است اسید را به آب اضافه کنید).

۸-۵ هیدروژن پراکسید، تقریباً یک محلول (m/m) ۳۰ است. غلظت آرسنیک باید کمتر از $0,01 \mu\text{g/ml}$ باشد.

هشدار- هیدروژن پراکسید، یک ماده خورنده و اکسیدکننده است. به همین دلیل از تماس آن با پوست یا چشم اجتناب کنید. هنگام کار با هیدروژن پراکسید از تجهیزات حفاظت فردی (برای مثال: دستکش، محافظ صورت، عینک‌های ایمنی و...) استفاده کنید.

۹-۵ پتاسیم پدید، محلول 100 g/l

مقدار $10,0 \text{ g}$ از پتاسیم یدید را به داخل بشر 250 ml بریزید (به بند ۶-۲-۱-۱ مراجعه شود). مقدار 50 ml از آب را به آن اضافه کرده به هم بزنید تا حل شود (به بند ۵-۱-۱ مراجعه شود). محلول را به بالن ژوژه 100 ml (به بند ۶-۲-۱-۵ مراجعه شود) منتقل کرده و آن را با آب مقطر به حجم رسانده و با گذاشتن درپوش بالن، آن را خوب به هم بزنید.

۱۰-۵ سولفوریک اسید، رقیق شده با نسبت ۱+۹

به دقت، 25 ml از سولفوریک اسید تغلیظ شده (به بند ۵-۷ مراجعه شود) را به 200 ml آب (به بند ۵-۱-۱ مراجعه شود) در داخل یک بشر 1000 ml بریزید. پس از به هم زدن بشر، محلول را سرد کرده و آن را به یک بالن ژوژه 250 ml (به بند ۶-۲-۱-۵ مراجعه شود) منتقل کنید. پس از این مرحله بالن را با آب به حجم برسانید و با گذاشتن درپوش آن را به هم بزنید.

۱۱-۵ محلول استاندارد آرسنیک مادر^۱، متناظر با 1000 mg از آرسنیک در هر لیتر

۱-۱۱-۵ از محلول استاندارد آرسنیک که در غلظت 1000 mg/l و به صورت تجاری موجود است استفاده کنید. به تاریخ انقضای تولید کننده یا تاریخ مصرف توصیه شده توجه کنید.

متناوباً، محلول استاندارد آرسنیک را مطابق با روش اجرایی مندرج در بند ۵-۱۱-۲ تهیه کنید.

۲-۱۱-۵ به دقت، $g \pm 0,001$ از $1,320 \text{ g}$ آرسنیک تری اکسید را به داخل بشر 50 ml (به بند ۶-۲-۱-۱ مراجعه شود) ریخته و 10 ml از هیدروکلریک اسید تغلیظ شده (به بند ۵-۳ مراجعه شود) را به آن اضافه کنید.

1- Arsenic stock standard solution

بشر را با شیشه ساعت پوشانده (به بند ۶-۲-۱-۲ مراجعه شود) و آن را در زیر هود و با استفاده از یک هیتر تا دمای °C ۱۵۰ گرم کنید تا انحلال کامل گردد. بشر را از روی هیتر برداشته و اجازه دهید تا سرد گردد. محلول داخل بشر را به داخل بالن ژوژه ۱۰۰۰ ml (به بند ۶-۲-۱-۵ مراجعه شود) منتقل کرده و آن را با هیدروکلریک اسید رقیق شده با نسبت ۱+۱ (به بند ۵-۴ مراجعه شود)، تا خط نشانه رقیق نموده و با گذاشتن درپوش بالن، آن را به هم بزنید.

این محلول ممکن است در داخل بطری از جنس پلی پروپیلن (به بند ۶-۲-۲ مراجعه شود) تا یک سال نگهداری شود.

هشدار- آرسنیک تری اکسید سمی بوده و به عنوان یک ماده سرطان‌زا شناخته می‌شود (به مرجع [۱] در پیوست مراجعه شود). همچنین به هشدار کلی که در خصوص آرسنیک و ترکیبات آن، درست پس از عنوان این استاندارد داده شده است، مراجعه شود.

۱۲-۵ محلول استاندارد کاری آرسنیک^۱ A، که متناظر با ۱۰ mg از آرسنیک در هر لیتر است. با استفاده از یک پیپت (به بند ۶-۲-۱-۳ مراجعه شود) به دقت، ۱۰۰ ml از محلول آرسنیک مادر (به بند ۵-۱۱ مراجعه شود) را به داخل یک بالن ژوژه ۱۰۰ ml (به بند ۶-۲-۱-۵ مراجعه شود) اضافه کرده و محلول داخل بالن را با افزودن هیدروکلریک اسید رقیق شده به نسبت ۱+۱ (به بند ۵-۴ مراجعه شود)، تا خط نشانه، رقیق نمایید و با گذاشتن درپوش بالن، آن را به هم بزنید.

این محلول ممکن است در داخل بطری از جنس پلی پروپیلن (به بند ۶-۲-۲ مراجعه شود) تا یک ماه نگهداری شود.

۱۳-۵ محلول استاندارد کاری آرسنیک^۲ B، که متناظر با ۱ mg از آرسنیک در هر لیتر است. با استفاده از یک پیپت (به بند ۶-۲-۱-۳ مراجعه شود) به دقت ۱۰ ml از محلول استاندارد کاری آرسنیک A (به بند ۵-۱۲ مراجعه شود) را به داخل یک بالن ژوژه ۱۰۰ ml (به بند ۶-۲-۱-۵ مراجعه شود) اضافه کرده و محلول داخل بالن را با افزودن هیدروکلریک اسید رقیق شده به نسبت ۱+۱ (به بند ۵-۴ مراجعه شود)، تا خط نشانه، رقیق نمایید و با گذاشتن درپوش بالن، آن را به هم بزنید.

این محلول ممکن است در داخل بطری از جنس پلی پروپیلن (به بند ۶-۲-۲ مراجعه شود) تا یک ماه نگهداری شود.

۱۴-۵ سدیم تترا هیدرو بورات، محلول متناظر با مقدار بین ۲ g و ۲۰ g از سدیم تترا هیدرو بورات بر لیتر در محلول ۰/۱ mol/l از سدیم هیدروکسید است.

محلول سدیم تترا هیدرو بورات را در غلظتی که توسط تولید کننده سیستم تولید هیدرید توصیه شده است، تهیه کنید (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود). مقداری از تترا هیدرو بورات قرصی یا پودری را بین ۲ g و ۲۰ g وزن کرده و آن را به همراه ۴ g از سدیم هیدروکسید به داخل بشر یک لیتری (به بند ۶-۲-۱-۱ مراجعه شود)

1- Arsenic working standard solution

بریزید. مقدار ml ۲۰۰ از آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) را به آن اضافه کرده و محتویات بشر را به هم بزنید تا مخلوط شوند. محلول را به داخل یک بالن ژوژه ml ۱۰۰۰ (به بند ۶-۲-۱-۵ مراجعه شود) منتقل کرده، قبل از انتقال محلول به بالن ژوژه، به کمک یک صافی غشایی و دستگاه صافی مکشی (به بند ۶-۲-۶ مراجعه شود) آن را صاف کنید. بالن را تا خط نشانه با آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) پر کرده و با گذاشتن درپوش بالن آن را به هم بزنید.
محلول باید به صورت روزانه تهیه شده و تازه باشد.

یادآوری ۱- صاف کردن محلول به دلیل حذف ذرات نامحلول الزامی است. این ذرات نامحلول ممکن است موجب بسته شدن لوله شده یا اجزاء سیستم تولید هیدرید را با هم مخلوط کنند (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود). افزودن مقداری قلیا، هیدرولیز محلول سدیم تترا هیدرو بورات را کم می کند.

یادآوری ۲- چند قطره از ماده ضد کف برای کاهش کف در جداساز گاز/ مایع مربوط به سیستم تولید هیدرید (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود) به محلول افزوده می شود. کف ممکن است موجب ایجاد یک نوفه در پیام اصلی گردد.

یادآوری ۳- اگر محلول به داخل مخزن احیاء کننده ی مربوط به سیستم تولید هیدرید پیوسته (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود) منتقل نگردد، در این صورت باید آن را بلافاصله پس از تهیه (به بند ۸-۴-۲-۲ مراجعه شود)، در داخل بطری از جنس پلی پروپیلن نگهداری کرد. به دلیل آزاد شدن تدریجی هیدروژن در بطری، درب آن نباید به طور محکم بسته شود.

۱۵-۵ سدیم هیدروکسید، محلول ۵ g/l

مقدار ۵۰ g از سدیم هیدروکسید را به داخل یک بشر ml ۱۰۰۰ ریخته و به آن ml ۲۵۰ آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) اضافه کرده و به هم بزنید تا حل شود. محلول داخل بشر را به بالن ژوژه ml ۱۰۰۰ (به بند ۶-۲-۱-۵ مراجعه شود) منتقل کرده و آن را با آب تا خط نشانه رقیق نموده، درب آن را با چوب پنبه ببندید و به طور کامل مخلوط کنید.

۱۶-۵ محلول پاک کننده آزمایشگاه، مناسب برای تمیز کردن نمونه بردارها و تجهیزات آزمایشگاهی بوده که مطابق با دستورالعمل تولید کننده، با آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) رقیق می گردد.

۱۷-۵ گاز تخلیه بی اثر، برای مثال آرگون یا نیتروژن که در داخل یک مخزن یا به صورت یک سیال برودتی تحویل داده می شود.

۱۸-۵ هوا، به صورت فشرده و صاف شده

یادآوری- اگر سل جاذب کوارتزی یا شیشه ای (به بند ۶-۲-۹ مراجعه شود)، به صورت الکتریکی گرم شود در نتیجه نیازی به استفاده از این گاز نیست.

۱۹-۵ استیلن، در داخل یک مخزن

یادآوری - اگر سل جاذب کوارتزی یا شیشه ای (به بند ۶-۲-۹ مراجعه شود)، به صورت الکتریکی گرم شود در نتیجه نیازی به استفاده از این گاز نیست.

۶ دستگاه

۱-۶ تجهیزات نمونه برداری

۱-۱-۶ نمونه بردارها، مطابق با استاندارد ISO 7708، برای جمع‌آوری کسری از ذرات قابل استنشاق موجود در هوا به کار می‌رود (به بند ۷-۱-۱ مراجعه شود) که برای استفاده با صافی غشایی از نوع استر سلولزی و صفحات کاغذی پشتیبان مناسب بوده (به بند ۶-۱-۲ مراجعه شود) و با پمپ‌های نمونه‌برداری استفاده شده (به بند ۶-۱-۳ مراجعه شود) سازگار می‌باشند.

یادآوری ۱- اصطلاحات مختلفی برای توصیف نمونه‌بردارهایی که برای جمع‌آوری کسری از ذرات قابل استنشاق موجود در هوا به کار می‌رود وجود دارد که به عنوان مثال عبارت‌اند از: هد نمونه‌برداری^۱، گیره‌های صافی^۲، جعبه‌های صافی^۳ و جعبه‌های پایش کننده‌ی هوا.

یادآوری ۲- در حالت کلی، ویژگی‌های جمع‌آوری مربوط به نمونه‌بردارهای استنشاقی^۴، به گونه‌ای است که ذرات معلق جمع شده روی صافی، کسری از ذرات قابل استنشاق موجود در هوا بوده و مواد ترسیب شده در سطوح داخلی نمونه‌بردار مدنظر نیست. بنابراین برخی از نمونه‌بردارها به گونه‌ای طراحی می‌گردند که ذرات موجود در هوا که از منافذ^۵ ورودی عبور می‌کنند، کسر قابل استنشاق را تشکیل می‌دهند که در این مورد، ذرات معلق ترسیب شده روی سطوح داخلی نمونه‌بردار به عنوان بخشی از نمونه به حساب می‌آیند. نمونه‌بردارهای معینی از این نوع، از یک جعبه صافی داخلی یا کارتریجی، به منظور بازیابی آسان این مواد تشکیل شده و قابلیت جدا شدن از نمونه‌بردار را دارا هستند.

یادآوری ۳- نمونه‌بردارهایی که به وسیله اتصالات پیچ‌های رزوه‌ای مونتاژ شده باشند ممکن است برای استفاده با صافی غشایی از نوع استر سلولزی و یک صفحه کاغذی پشتیبان مناسب نباشند. محدودیت بالای صافی غشایی از نوع استر سلولزی در مقایسه با یک صفحه کاغذی بدین معنی است که هوا تمایل دارد که از یک مسیر با مقاومت کم عبور کرده و در امتداد رزوه‌های پیچ کشیده شده و به جای عبور از میان صافی غشایی از نوع استر سلولزی، از میان لبه‌های صفحات کاغذی عبور نماید. گهگاه می‌توان با سفت کردن اتصالات مربوط به پیچ به منظور فشرده کردن و آب‌بندی لبه‌های صفحات کاغذی، تا حد امکان از نشتی موجود جلوگیری کرد اما این روش برای انواع معینی از نمونه‌بردارها، به طور کامل مؤثر نیست. در حالت کلی، استفاده از نمونه‌بردارهایی با جعبه‌ی قطعات فشرده، مطمئن‌تر است.

-
- 1- Sampling heads
 - 2- Filter holders
 - 3- Filter cassettes
 - 4- Inhalable samplers
 - 5- Orifice

یادآوری ۴- نمونه‌بردارهایی که از مواد نارسا ساخته شده باشند دارای خصوصیات الکترواستاتیکی هستند که ممکن است روی نمونه‌برداری مربوطه تأثیر بگذارد. اثرات الکترواستاتیکی باید تا حد امکان با استفاده از نمونه‌بردارهای تولید شده از مواد رسانا، کاهش پیدا کند.

۶-۱-۲ صافی‌های غشایی از نوع استر سلولزی و صفحات کاغذی پشتیبان، با قطر مناسب برای استفاده در نمونه‌بردار انتخاب شده (به بند ۶-۱-۱ مراجعه شود).

جرم آرسنیک موجود در صافی غشایی از نوع استر سلولزی و صفحه کاغذی پشتیبان باید کمتر از $0.1 \mu\text{g}$ باشد.

۶-۱-۲-۱ قدرت نگه‌دارندگی صافی‌های غشایی از نوع استر سلولزی برای ذراتی با قطر آئرودینامیکی متوسط $0.3 \mu\text{g}$ (به بند ۲-۲ در استاندارد ISO 7708 مراجعه شود)، نباید کمتر از ۹۹٪ باشد.

۶-۱-۲-۲ صفحات کاغذی پشتیبان باید در محیطی که میزان آلاینده‌ی آرسنیک کم باشد، با روش زیر، با سدیم کربنات آغشته گردند:

صفحات کاغذی را روی یک ورق تمیز از جنس پلی‌تترافلوئورواتیلن^۱ یا روی یک صفحه مشابه، بی‌اثر و صاف قرار دهید (به بند ۶-۲-۴ مراجعه شود). حجم مشخصی از محلول سدیم کربنات (به بند ۵-۲ مراجعه شود) را که با پاشش چند دقیقه‌ای محلول روی کاغذ، قادر به مرطوب‌سازی کل صفحه کاغذی باشد، تهیه کنید. محلول تهیه شده را روی هر کدام از صفحات کاغذی، پخش کرده و اجازه دهید تا صفحات به مدت چند ساعت در دمای اتاق خشک گردند. صفحات کاغذی آغشته به سدیم کربنات را در ظروفی غیرقابل نفوذ نسبت به هوا نگهداری کرده و آن را حداکثر تا یک هفته بعد از تهیه استفاده کنید.

یادآوری ۱- به طور معمول، مقدار محلول سدیم کربنات لازم برای آغشته کردن صفحات کاغذی پشتیبان، $175 \mu\text{l}$ برای صفحه کاغذی به قطر 25 mm و $400 \mu\text{l}$ برای صفحه کاغذی به قطر 37 mm است.

یادآوری ۲- با قرار دادن صفحات کاغذی آغشته به سدیم کربنات در آونی به دمای 40°C و به مدت 45 min ، زمان خشک کردن آن‌ها کاهش می‌یابد.

یادآوری ۳- صافی‌های با الیاف شیشه‌ای یا کوارتزی آغشته به سدیم کربنات نیز، راندمان بالایی جهت جمع‌آوری بخار آرسنیک تری اکسید (به مرجع [۴] در پیوست مراجعه شود) داشته و ممکن است به عنوان جایگزین صافی‌های غشایی از نوع استر سلولزی و صفحات کاغذی پشتیبان آغشته به سدیم کربنات مورد استفاده قرار گیرند. هیچ کدام از صافی‌های با الیاف شیشه‌ای یا کوارتزی، با روش خاکستر مرطوب که در بند ۸-۲-۲ ذکر شده است، حل نمی‌شوند لیکن، با بهبود این محدودیت می‌توان استفاده از آن‌ها را مجاز اعلام کرد (به یادآوری ۲ در بند ۸-۲-۲ مراجعه شود).

۶-۱-۳ پمپ‌های نمونه‌برداری، مطابق با الزامات استاندارد EN 1232، با دبی قابل تنظیم، مجهز به دبی سنج یا عقربه نشانگر افت دبی بوده و در طول دوره نمونه‌برداری، توانایی حفظ مناسب دبی (به بند ۷-۱-۱ مراجعه شود) در محدوده $\pm 5\%$ مقدار اسمی، را داشته باشد (به بند ۷-۱-۲ مراجعه شود). برای نمونه‌برداری از

1- Polytetrafluoroethylen (PTFE)

افراد، پمپ‌ها باید دارای این قابلیت باشند که توسط یک فرد و بدون مزاحمت در کار عادی آن فرد پوشیده شوند. پمپ‌ها باید تأمین کننده دبی بدون نوسان باشند (در صورت لزوم باید بین نمونه‌بردار و پمپ (تا حد ممکن نزدیک به پمپ)، از یک تعدیل کننده نوسان^۱ استفاده نمود).

یادآوری - پمپ‌های نمونه‌برداری با دبی ثابت، ممکن است نیازمند حفظ دبی در محدوده مشخص شده در بند ۶-۱-۳ باشند.

۴-۱-۶ دبی‌سنج قابل حمل، که توانایی اندازه‌گیری دبی مناسب (به بند ۷-۱-۱ مراجعه شود) در محدوده $\pm 5\%$ را دارا بوده و نسبت به یک استاندارد اولیه کالیبره شده باشد، یعنی دبی‌سنجی که دقت آن، نسبت به استانداردهای ملی قابل ردیابی باشد.

یادآوری ۱- دبی سنج قرار گرفته در پمپ نمونه‌بردار مشروط بر این که حساسیت کافی داشته باشد ممکن است مورد استفاده قرار گیرد. این پمپ‌ها که هم‌راستا با نمونه‌بردار قرار گرفته‌اند با کمک استانداردهای اولیه کالیبره می‌گردند. بنابراین اطمینان از عدم وجود نشتی در مجموعه نمونه‌برداری، بین نمونه‌بردار و دبی‌سنج، به دلیل این که در طول این فرایند، دبی‌سنج قرار گرفته در پمپ نمونه‌برداری یا جای دیگری از مسیر نمونه‌برداری ممکن است دبی را اشتباه نشان دهد، مهم است.

یادآوری ۲- دبی سنجی از نوع حباب صابون مشروط بر این که دقت آن با استانداردهای ملی همخوانی داشته باشد ممکن است به عنوان استاندارد اولیه مورد استفاده قرار گیرد.

یادآوری ۳- در صورت لزوم (به بند ۷-۱-۳-۲ مراجعه شود)، فشار و دمای محیطی مربوط به جایی که دبی سنج کالیبره می‌شود باید یادداشت گردد.

۵-۱-۶ تجهیزات کمکی، لوله‌های پلاستیکی انعطاف‌پذیر با قطر مناسب جهت ایجاد اتصالات بدون نشتی از نمونه‌بردارها (به بند ۶-۱-۱ مراجعه شود) به پمپ‌های نمونه‌برداری (به بند ۶-۱-۳ مراجعه شود)، تسمه یا قلاب‌هایی که پمپ‌های نمونه‌برداری را به راحتی، ثابت می‌کنند، مگر اینکه پمپ‌ها به اندازه کافی کوچک و متناسب با اندازه جیب کارگران باشند، انبرک‌هایی با نوک مسطح برای گذاشتن و برداشتن صافی‌های غشایی از جنس استر سلولزی و صفحات کاغذی پشتیبیان در داخل نمونه‌بردار و در صورت لزوم، جعبه‌های انتقال صافی یا مشابه آن (به بند ۷-۱-۴-۱ مراجعه شود) جهت انتقال نمونه‌ها به داخل آزمایشگاه را شامل می‌شوند.

۶-۱-۶ دماسنج، در محدوده دمایی بین 0°C تا 50°C و با درجه‌بندی 1°C یا بالاتر^۲، برای اندازه‌گیری دمای هوای محیط (به بند ۷-۱-۳ مراجعه شود).

۷-۱-۶ فشارسنج، برای اندازه‌گیری فشار محیطی (به بند ۷-۱-۳ مراجعه شود).

۲-۶ تجهیزات آزمایشگاهی یا تجزیه‌ای

شامل تجهیزات آزمایشگاهی معمول و وسایل زیر می‌باشند.

1- Pulsation damper

2- Better

۱-۲-۶ ظروف شیشه‌ای، از جنس شیشه بوروسیلیکات ۳/۳ و مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۶۳ است.

یادآوری- ترجیحاً از مجموعه‌ای از ظروف شیشه‌ای برای آنالیز آرسنیک با این روش، استفاده گردد. ظروف شیشه‌ای که در اثر استفاده عمومی به شدت آلوده شده‌اند، نمی‌توانند به طور رضایت‌بخشی، با روش تمیزکنندگی مشخص شده در بند ۸-۱-۴، تمیز گردند.

۱-۱-۲-۶ بشر، با ظرفیت ۵۰ ml برای خاکسترسازی مرطوب صافی‌های غشایی از نوع استر سلولزی و صفحات کاغذ پشتیبان که دارای قطر مورد استفاده در نمونه‌بردار می‌باشند (به بند ۸-۲-۲ مراجعه شود) و تهیه محلول استاندارد مادر آرسنیک (به بند ۵-۱۱-۲ مراجعه شود)، بشر با ظرفیت ۲۵۰ ml برای تهیه محلول سدیم کربنات (به بند ۵-۲ مراجعه شود) و محلول پتاسیم یدید (به بند ۵-۹ مراجعه شود)، بشر با ظرفیت ۱۰۰۰ ml برای تهیه محلول سدیم تتراهیدروبورات (به بند ۵-۱۴ مراجعه شود) و محلول سدیم هیدروکسید (به بند ۵-۱۵ مراجعه شود).

۲-۱-۲-۶ شیشه ساعت، برای پوشاندن بشرهای ۵۰ ml (به بند ۶-۲-۱-۱ مراجعه شود)

۳-۱-۲-۶ پیپت‌های تک نشانه، مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹ و به عنوان جایگزین برای تجهیزات حجم‌سنجی با عملکرد پیستونی^۱ (به بند ۶-۲-۳ مراجعه شود).

۴-۱-۲-۶ استوانه مدرج، با ظرفیت بین ۱۰ ml تا ۱۰۰۰ ml

۵-۱-۲-۶ بالن ژوژه‌های تک نشانه، با ظرفیت بین ۱۰ ml تا ۲۰۰۰ ml و مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰

۲-۲-۶ بطری‌هایی از جنس پلی پروپیلن و به ظرفیت ۱۰۰۰ ml

یادآوری- سایر بطری‌ها که از پلیمرهای دیگر ساخته شده باشند مشروط بر اینکه برای اهداف در نظر گرفته شده مناسب باشند، ممکن است مورد استفاده قرار گیرند (به بندهای ۵-۱۱-۲، ۵-۱۲، ۵-۱۳ و ۵-۱۴ مراجعه شود).

۳-۲-۶ تجهیزات حجم‌سنجی با عملکرد پیستونی، که مطابق با استانداردهای ملی ایران به شماره‌های ۱-۱۱۵۰۴ تا ۴-۱۱۵۰۴ هستند. این تجهیزات شامل پیپت‌های خودکار به عنوان جایگزین پیپت‌های تک نشانه (به بند ۶-۲-۱-۳ مراجعه شود) برای تهیه محلول‌های استاندارد کاری (به بندهای ۵-۱۲ و ۵-۱۳ مراجعه شود)، محلول‌های کالیبراسیون (به بند ۸-۳ مراجعه شود) و محلول‌های نمونه (به بند ۸-۲-۴ مراجعه شود) و نیز پاشنده‌هایی که برای پاشش اسید و محلول پتاسیم یدید (به بندهای ۸-۲ و ۸-۳ مراجعه شود) به کار می‌روند، می‌باشند.

۴-۲-۶ صفحاتی از جنس پلی‌تترافلوئورواتیلن، یا صفحات مسطح و مشابه آن که بی‌اثر بوده و برای تمیز کردن صافی‌ها و صفحات کاغذی با استفاده از محلول سدیم کربنات به کار می‌روند.

1- Piston-operated volumetric equipments

۵-۲-۶ هیتر، که قابلیت کنترل ترموستاتیکی و توانایی حفظ دمای سطح در محدوده تقریبی 150°C (به بند ۲-۱-۸ مراجعه شود)، 175°C و 200°C (به بند ۲-۲-۸ مراجعه شود) را دارا باشد.

بادآوری - در برخی مواقع، بازده تنظیم دمای هیترها کم و دمای نقاط مختلف روی سطح هیترهایی با مساحت سطح بالا، به طور قابل توجهی با هم دیگر متفاوت است. بنابراین تعیین عملکرد هیتر قبل از استفاده از آن ممکن است مفید باشد.

۶-۲-۶ تجهیزات صافی مکشی

۱-۶-۲-۶ قیف صافی به همراه مجموعه کمکی، برای صاف کردن محلول با کمک صافی‌هایی به قطر 47 mm به کار رفته و مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۶۳، از جنس شیشه بوروسیلیکات ۳/۳، است.

۲-۶-۲-۶ ارلن مایر، به ظرفیت 1000 ml از نوع بوخنر یا استاندارد و مطابق با "طراحی قیف صافی به همراه مجموعه کمکی" بوده (به بند ۱-۶-۲-۶ مراجعه شود) که ممکن است به سیستم خلاءساز متصل باشد. این وسیله از جنس شیشه بوروسیلیکات ۳/۳ بوده و مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۶۳، است.

۳-۶-۲-۶ پمپ صافی، عملکرد با آب یا پمپ خلأ که متصل به قیف صافی و مجموعه کمکی (به بند ۱-۶-۲-۶ مراجعه شود) یا ارلن مایر با لوله‌ی پلاستیکی است (به بند ۱-۶-۵ مراجعه شود).

۴-۶-۲-۶ صافی‌های غشایی، با قطر 47 mm و اندازه منافذ $0.8\ \mu\text{m}$ بوده و از استر سلولزی، پلی وینیل کلرید یا مواد دیگری که نسبت به محلول سدیم تتراهیدروبورات (به بند ۱۴-۵ مراجعه شود) مقاوم باشند تشکیل شده‌اند.

۷-۲-۶ طیف‌سنج جذب اتمی، مجهز به لامپ هالو کاتد آرسنیک یا لامپ تخلیه‌ی بدون الکتروود است. اگر سل جذب (به بند ۹-۲-۶ مراجعه شود) به وسیله شعله استیلن/ هوا گرم گردد در این صورت طیف‌سنج جذب اتمی باید مجهز به مجموعه‌ی مشعل استیلن/ هوا باشد که برای قرار دادن سل جذبی بر روی آن مناسب بوده و امکان تأمین هوای فشرده (به بند ۱۸-۵ مراجعه شود) و استیلن (به بند ۱۹-۵ مراجعه شود) در آن وجود داشته باشد.

۸-۲-۶ سیستم تولید هیدرید، که مربوط به یکی از انواع سیستم شرح داده شده در بندهای ۱-۸-۲-۶ و ۲-۸-۲-۶ است.

۱-۸-۲-۶ سیستم تولید هیدرید با جریان پیوسته، که استقرار و عملکرد آن مطابق با دستورالعمل تولید کننده بوده و از قسمت‌های زیر تشکیل شده است:

الف- مخازنی برای محلول سدیم تتراهیدرو بورات و اسید شاهد؛

ب- نمونه‌بردار خودکار برای عرضه محلول نمونه (اختیاری)؛

پ- شیر(های) سوچینگ بی‌اثر با سازوکار سولنوئیدی یا پنوماتیکی، جهت تسهیل سوچینگ بین جریان اسید شاهد و نمونه (اختیاری)؛

ت- پمپ‌های پرستالتیک^۱ یا پمپ پرستالتیک چند کاناله، مجهز به لوله‌ی پمپ مقاوم به اسید؛
ث- بخش‌های مخلوط کننده‌ی شیمیایی بی‌اثر جهت تسهیل در مخلوط کردن اسید شاهد یا محلول آزمون،
محلول سدیم تترا هیدرو بورات و جریان گاز بی‌اثر،
ج- سیم پیچی که واکنش در آن اتفاق می‌افتد^۲ (اختیاری)؛
چ- جداساز گاز/ مایع با ورودی‌های مناسب برای جریان مایع واکنش و گاز تخلیه بی‌اثر و خروجی‌هایی برای
محصولات گازی، مایع زائد و گاز تخلیه
نمودار شماتیکی یک سیستم نوعی در شکل ۱ ارائه شده است.

یادآوری- همه‌ی سیستم‌های تولید هیدرید با جریان پیوسته، با اصول مشابهی کار می‌کنند اما لوله‌کشی سیستم‌های مختلف با یکدیگر متفاوت است. به طور ویژه، پیکربندی برخی از سیستم‌های تولید هیدرید با جریان پیوسته به گونه‌ای است که هیچ شیر سوپچینگی وجود نداشته و محلول اسیدی و محلول آزمون، به طور پیوسته به داخل بخش اختلاط تکمیلی پمپ می‌گردند که در قسمت بالای بخش اختلاط، جایی که محلول سدیم تترا هیدرو بورات وارد می‌گردد، قرار گرفته است.

۶-۲-۸-۲ سیستم تولید هیدرید با آنالیز تزریق جریان، که استقرار و عملکرد آن مطابق با دستورالعمل تولید کننده بوده و از قسمت‌های زیر تشکیل شده است:

الف- مخازنی برای محلول سدیم تتراهیدرو بورات و اسید شاهد؛

ب- پمپ‌های پرستالتیک چند کاناله، مجهز به لوله‌ی پمپ مقاوم به اسید؛

پ- نمونه‌بردار خودکار برای عرضه محلول نمونه؛

ت- شیر تزریق بی‌اثر با سازوکار سولنوئیدی یا پنوماتیکی، جهت تزریق مکرر محلول نمونه به داخل جریان اسید شاهد؛

ث- بخش‌های مخلوط کننده شیمیایی بی‌اثر جهت تسهیل در اختلاط اسید شاهد یا محلول آزمون، محلول سدیم تترا هیدرو بورات و جریان گاز تخلیه بی‌اثر،

ج- سیم پیچی که واکنش در آن اتفاق می‌افتد (اختیاری)؛

چ- جداساز گاز/ مایع با یک ورودی برای جریان مایع واکنش و خروجی‌هایی برای محصولات گازی، مایع زائد و گاز تخلیه

نمودار شماتیکی یک سیستم نوعی در شکل ۲ ارائه شده است.

هشدار- وقتی که محلول‌های حاوی آرسنیک با سدیم تترا هیدرو بورات واکنش می‌دهند، گاز آرسین تولید می‌گردد. این گاز فوق‌العاده سمی بوده اما در مقادیر خیلی کم تولید می‌گردد. با این حال به منظور جلوگیری از مواجهه با این گاز، لازم است مخزن مایع زائد، به یک سیستم تهویه محلی کارآمد مجهز گردد تا از نشت گاز از مایعات زائد به محیط عمومی آزمایشگاه، ممانعت به عمل آورد.

1- Peristaltic pump

2- Reaction coil

۹-۲-۶ سل جذب، از جنس کوارتز یا شیشه بوده و گرمایش آن به صورت الکتریکی یا شعله استیلن/ هوا است. این سل که در یک مسیر نوری واقع در طیفسنج جذب اتمی (به بند ۶-۲-۷ مراجعه شود) قرار گرفته است.

یادآوری- در برخی از سیستم‌های تولید هیدرید، پاشش حاصل از جداساز گاز/ مایع می‌تواند به وسیله جریان آرگون به داخل سل جذبی حمل شود. این فرایند برای پایداری پاسخ سیستم مضر بوده و موجب صدمه به سل کوارتزی می‌شود. توصیه می‌شود که از یک صافی غشایی از جنس پلی تترا فلئورواتیلن در داخل لوله‌ی اتصال دهنده "جداساز گاز/ مایع به سل جذبی" استفاده گردد.

هشدار- گاز آرسین می‌تواند به داخل سل جذبی وارد شود. این گاز فوق‌العاده سمی بوده ولی در حالت عادی، در داخل سل تخریب می‌گردد. با این حال به منظور جلوگیری از مواجهه با این گاز، لازم است یک سیستم تهویه محلی کارآمد در این مجموعه نصب گردد تا از ورود گازهای زائد به محیط عمومی آزمایشگاه، ممانعت به عمل آید.

۱۰-۲-۶ ترازوی تجزیه‌ای، با توانایی توزین با دقت ۰٫۱ mg

۱۱-۲-۶ دستکش‌های یک‌بار مصرف، که نسبت به انتقال آلودگی از دست به نمونه و محافظت از دست‌ها در برابر تماس آن‌ها با مواد سمی و خورنده نفوذناپذیر باشد. دستکش‌های از جنس پلی وینیل کلراید برای این منظور مناسب هستند.

۷ نمونه‌برداری

۱-۷ روش اجرایی نمونه‌برداری

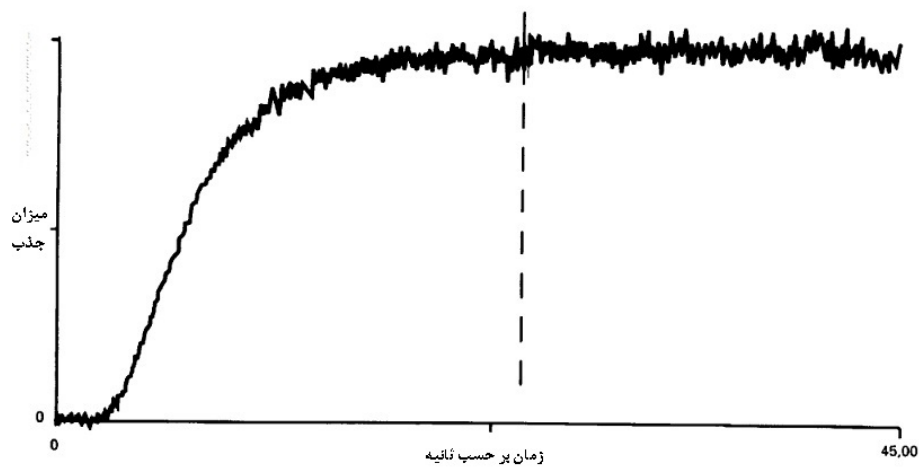
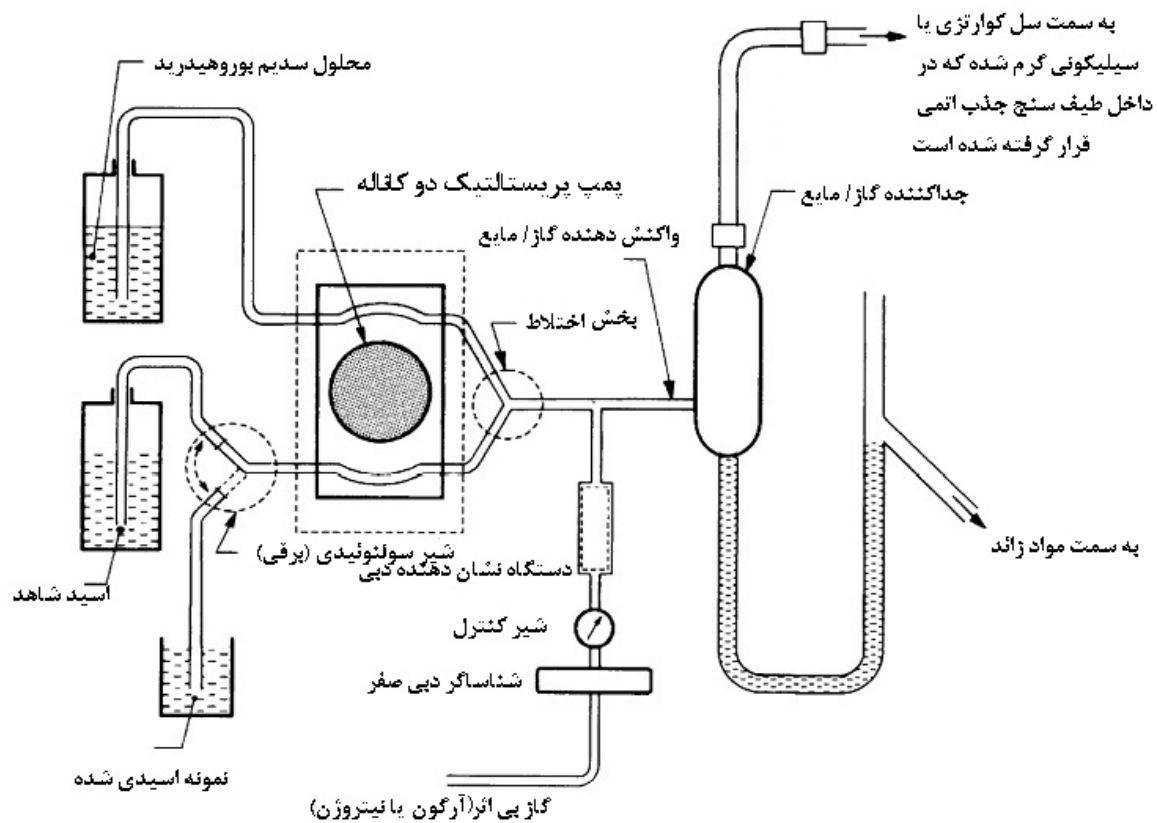
۱-۱-۷ ویژگی‌های مربوط به جمع‌آوری نمونه و دبی آن

نمونه‌برداری را که (به بند ۶-۱-۱ مراجعه شود) برای جمع‌آوری ذرات قابل استنشاق موجود در هوا مناسب باشد انتخاب کرده (مطابق با استاندارد ISO 7708) و از دبی جریان، در حدی که نمونه‌بردار حائز شرایط لازم برای جمع‌آوری نمونه باشد، استفاده نمایید.

یادآوری- به طور معمول، نمونه‌بردارهای استنشاقی در دبی ۲ l/min مورد استفاده قرار می‌گیرند (در این خصوص توصیه می‌شود از پیشنهاد‌های تولید کننده استفاده گردد).

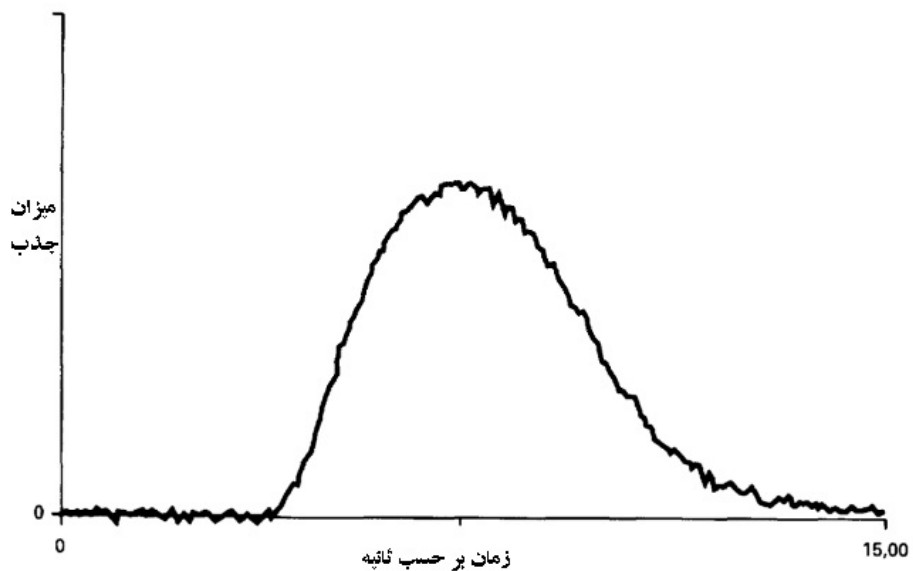
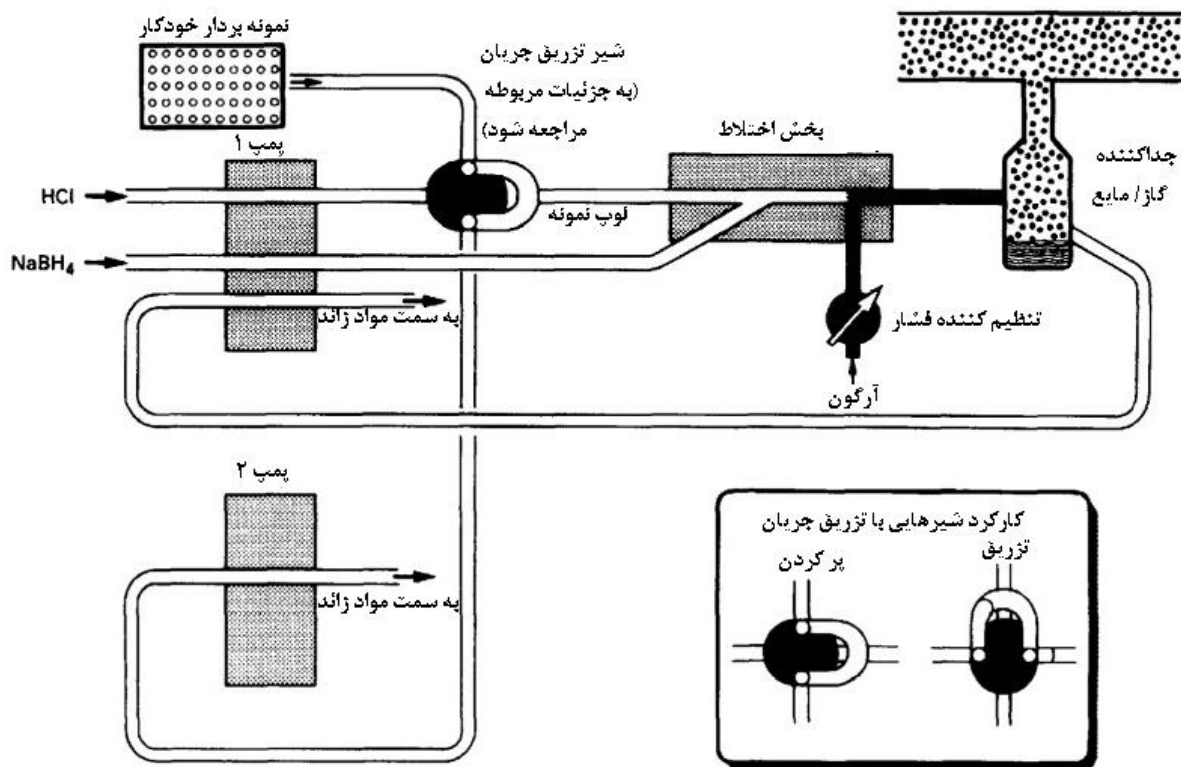
۲-۱-۷ بازه زمانی نمونه‌برداری

با کمک اطلاعات مربوط به فرایند و هوای محیط آزمون، بازه زمانی مناسب برای نمونه‌برداری را به گونه‌ای انتخاب کنید که مقدار آرسنیک جمع‌آوری شده در محدوده‌ی توصیه شده روش کاری باشد.



خروجی جذب اتمی هنگامی که شیر عمل کرده است، جریان به سمت بخش اختلاط را از اسید شاهد به محلول نمونه‌ی اسیدی شده، تغییر می‌دهد.

شکل ۱- شماتیکی از پیکربندی سیستم تولید هیدرید با جریان پیوسته



خروجی جذب اتمی وقتی که شیر مربوط به نمونه عمل کرده و حجم ثابتی از محلول نمونه‌ی اسیدی را به داخل اسید شاهد تزریق می‌کند.

شکل ۲- شماتیکی از پیکربندی سیستم تولید هیدرید با آنالیز تزریق جریان

یادآوری- به منظور تخمین بازه زمانی مناسب نمونه‌برداری، لازم است دبی استفاده شده (به بند ۷-۱-۱ مراجعه شود) و غلظت پیش‌بینی شده آرسنیک در هوای محیط آزمون، در نظر گرفته شود. هنگامی که غلظت آرسنیک در هوا، در مقدار کم پیش‌بینی گردد در این صورت باید حد پایین محدوده‌ی کاری روش مربوطه، در نظر گرفته شود (به بند ۹-۳-۲ مراجعه شود). برای مثال جهت تعیین میزان آرسنیک در هوا در غلظت $0.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ، حداقل زمان نمونه‌برداری در دبی $2 \text{ l}/\text{min}$ تقریباً برابر با 2 h است. هنگامی که غلظت آرسنیک در هوا، در مقدار بالا پیش‌بینی گردد در این صورت زمان نمونه‌برداری به دلیل خطر اضافه بار ناشی از جذب ذرات معلق روی صافی، نباید خیلی طولانی باشد.

۳-۱-۷ اثرات دما و فشار

۱-۳-۱-۷ بررسی کنید که آیا محاسبه مجدد غلظت جرمی آرسنیک در هوا نسبت به شرایط مرجع دما و فشار، به منظور مطابقت با دستورالعمل‌ها و استانداردهای ملی (به استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۰۵۰ مراجعه شود) ضروری است یا خیر. در صورت لزوم، فشار و دمای هوای محیط را در طول دوره نمونه‌برداری اندازه‌گیری کرده و ثبت نمایید (به بندهای ۲-۳-۷، ۳-۳-۷ و ۵-۳-۷ مراجعه شود). برای انجام تصحیحات لازم، از معادله ذکر شده در بند ۹-۱-۳ استفاده کنید.

یادآوری- به طور معمول، غلظت آرسنیک در هوای محیط کار، در شرایط محیطی واقعی (دما و فشار) بیان می‌گردد.

۲-۳-۱-۷ دبی مربوط به نوع مشخصی از دبی‌سنج، معمولاً وابسته به دما و فشار است. بنابراین با مراجعه به دستورالعمل‌های تولیدکنندگان برای دبی‌سنج مصرفی خاص، مشخص نمایید که آیا لزومی به تصحیح و در نظر گرفتن اختلاف بین "دما و فشار محیطی در زمان کالیبراسیون دبی‌سنج" و "دما و فشار محیطی در زمان نمونه‌برداری" وجود دارد یا خیر. اگر با انجام ندادن چنین تصحیحی، احتمال وجود خطا بالاتر از $\pm 5\%$ باشد در این صورت تصحیح یاد شده حتماً باید انجام گیرد. اگر تصحیح یاد شده انجام گیرد در این صورت، فشار و دمای محیط را در جایی که دبی‌سنج (به بند ۶-۱-۴ مراجعه شود) کالیبره می‌گردد اندازه‌گیری کرده و یادداشت نمایید.

یادآوری- نمونه‌ای از تصحیح دما و فشار مربوط به دبی برای یک دبی‌سنج با سطح متغیر و افت فشار ثابت، در بند ۹-۱-۲ ارائه شده است.

۲-۷ آماده‌سازی تجهیزات نمونه‌برداری

مراحل زیر را در جایی که مقدار آلودگی آرسنیک در حد پایین باشد، انجام دهید.

۱-۲-۷ نمونه‌بردار را قبل از استفاده تمیز کنید (به بند ۶-۱-۱ مراجعه شود). قطعات نمونه‌بردار را از هم جدا کرده و آن را در داخل محلول‌های شوینده‌ی آزمایشگاهی (به بند ۵-۱۶ مراجعه شود) فرو برده و سپس با آب

(به بند ۵-۱ مراجعه شود) آن را آبکشی کرده و با پارچه جاذب خشک نمایید. اجازه دهید تا قطعات نمونه بردار قبل از مونتاژ، خشک گردند.

۲-۲-۷ صفحات کاغذی پشتیبان آغشته به سدیم کربنات (به بند ۶-۱-۲-۲ مراجعه شود) و سپس صافی-های غشایی از جنس استر سلولزی را (به بند ۶-۱-۲-۱ مراجعه شود) در داخل نمونه بردارهای خشک و تمیز (به بند ۷-۲-۱ مراجعه شود) به گونه‌ای قرار دهید که وقتی هوا به وسیله مکش وارد نمونه بردار گردد صافی نسبت به صفحه کاغذی پشتیبان، در قسمت بالا قرارگیرد. صافی‌ها را فقط به وسیله انبرک‌هایی با نوک صاف و تمیز جابجا کنید (به بند ۶-۱-۵ مراجعه شود). هرکدام از نمونه بردارهای تحت بار را به وسیله لوله‌های پلاستیکی (به بند ۶-۱-۵ مراجعه شود) به یک پمپ نمونه برداری (به بند ۶-۱-۳ مراجعه شود) متصل کرده و از عدم وجود نشتی اطمینان حاصل نمایید. پمپ نمونه برداری را روشن کرده و دبی سنج کالیبره شده (به بند ۶-۱-۴ مراجعه شود) را به گونه‌ای به نمونه بردار متصل کنید که دبی را در منافذ ورودی نمونه بردار اندازه گرفته و سپس سیستم را در دبی مناسب (به بند ۷-۱-۱-۱ مراجعه شود) و با دقت $\pm 5\%$ تنظیم نمایید. پمپ نمونه برداری را خاموش کرده و نمونه بردار را با استفاده از یک پوشش محافظ، پوشانده یا درب ورودی نمونه را ببندید تا از آلودگی به وسیله آرسنیک در طول انتقال به محل نمونه برداری جلوگیری گردد.

یادآوری- بعضی از انواع پمپ‌های نمونه برداری ممکن است نیاز به گرم کردن داشته باشند (در این مورد به دستورالعمل تولید کننده مراجعه شود)

۳-۷ جمع آوری نمونه

۱-۳-۷ برای نمونه برداری از افراد، نمونه بردار را در زیر یقه و در منطقه‌ی تنفسی و نزدیک دهان و بینی، به طور کلی جایی که از نظر عملی نصب آن امکان پذیر باشد قرار دهید. سپس پمپ نمونه برداری را در داخل جیب قرار داده یا آن را به روشی که کمترین مزاحمت را برای کارگر ایجاد نماید، برای مثال به کمر بند (به بند ۶-۱-۵ مراجعه شود) یا دور کمر متصل نمایید. برای نمونه برداری از محل ثابت، نمونه بردار را در محلی که مناسب نمونه برداری باشد، قرار دهید.

یادآوری- منطقه‌ی تنفسی در استاندارد EN 1540 (به مرجع [۶] در پیوست مراجعه شود) تعریف شده است و به فضای اطراف صورت کارگر از جایی که تنفس می‌کند، اطلاق می‌گردد. در یک تعریف فنی دقیق، منطقه‌ی تنفسی به نیم کره موجود در جلوی صورت افراد (به طور معمول، شعاع 0.3 m در نظر می‌شود) قرار گرفته در قسمت جلویی صورت و در نقطه میانی خط ارتباط دهنده دو گوش گفته می‌شود. مبنای این نیم کره، صفحه‌ای است که از این خط، بالای سر و حلقوم می‌گذرد.

۲-۳-۷ هنگام شروع نمونه برداری، پوشش محافظ یا درپوش نمونه بردار را برداشته و پمپ نمونه برداری را روشن کنید. زمان را در شروع دوره نمونه برداری یادداشت کرده و اگر پمپ نمونه برداری دارای عقربه نشان دهنده‌ی زمان سپری شده باشد، آن را روی عدد صفر تنظیم کنید. در صورت لزوم (به بند ۷-۱-۳-۱ مراجعه

شود) دما و فشار محیطی را با استفاده از دماسنج (به بند ۶-۱-۶ مراجعه شود) و فشارسنج (به بند ۶-۱-۶ مراجعه شود) اندازه‌گیری کرده و مقادیر را یادداشت کنید.

۷-۳-۳ با توجه به احتمال مسدود شدن صافی، عملکرد نمونه‌بردار را حداقل هر یک ساعت به طور مکرر پایش کنید. دبی را با دقت $\pm 5\%$ و با کمک یک دبی‌سنج کالیبره شده (به بند ۶-۱-۴ مراجعه شود) اندازه گرفته و در زمان مناسب (به بند ۷-۱-۳-۱-۷ مراجعه شود) دما و فشار محیطی را با استفاده از دماسنج (به بند ۶-۱-۶ مراجعه شود) و فشارسنج (به بند ۶-۱-۶ مراجعه شود) اندازه‌گیری کرده و مقادیر را یادداشت کنید.

یادآوری - مشاهده‌ی منظم عقربه دبی‌سنج مشروط بر اینکه زمانی که مقدار دبی، خارج از محدوده $\pm 5\%$ نسبت به مقادیر اسمی باشد عقربه درست کار نکردن سیستم را نشان دهد به عنوان یک روش قابل قبول جهت اطمینان از حفظ پایداری دبی پمپ نمونه‌بردار است.

۷-۳-۴ نمونه‌برداری را خاتمه دهید. بررسی کنید که دبی در محدوده $\pm 5\%$ مقادیر اسمی باشد. در غیر این صورت نمونه‌ها فاقد اعتبار می‌باشند.

۷-۳-۵ در پایان دوره نمونه‌برداری (به بند ۷-۱-۲ مراجعه شود)، دبی را با استفاده از دبی‌سنج کالیبره شده (به بند ۶-۱-۴ مراجعه شود) و با دقت $\pm 5\%$ اندازه‌گیری نمایید. پمپ نمونه‌برداری را خاموش کرده و دبی و زمان را یادداشت کنید. همچنین داده‌های مربوط به نشانگر زمان سپری شده را مشاهده کرده و اگر این داده‌ها و فاصله زمانی بین روشن و خاموش کردن پمپ نمونه‌برداری، در محدوده $\pm 5\%$ نباشد در این صورت نمونه‌ها را بی‌اعتبار در نظر بگیرید. عدم قرارگیری داده‌ها در محدوده‌ی یاد شده نشان دهنده این است که پمپ در طول دوره نمونه‌برداری در برخی مواقع کار نکرده است. در این مرحله درپوش نمونه‌بردار یا پوشش محافظ آن را گذاشته و نمونه‌بردار را از پمپ نمونه‌برداری جدا کنید. دما و فشار محیطی را در پایان دوره نمونه‌برداری با استفاده از دماسنج (به بند ۶-۱-۶ مراجعه شود) و فشارسنج (به بند ۶-۱-۶ مراجعه شود) اندازه‌گیری کرده و مقادیر را یادداشت کنید.

۷-۳-۶ مشخصات نمونه و تمامی داده‌های نمونه‌برداری مربوطه را با دقت یادداشت کنید (به بند ۱۱ مراجعه شود). دبی متوسط را با استفاده از عمل میانگین‌گیری میزان دبی اندازه‌گیری شده در طول دوره نمونه‌برداری محاسبه کرده و در صورت لزوم (به بند ۷-۱-۳-۱-۷ مراجعه شود)، متوسط فشار و دمای محیطی را محاسبه کنید. حجم هوای نمونه‌برداری شده (بر حسب لیتر) را در فشار و دمای محیطی، با ضرب دبی میانگین (بر حسب لیتر بر دقیقه)، در زمان نمونه‌برداری (بر حسب دقیقه)، محاسبه کنید.

۷-۳-۷ در هر مجموعه ده‌تایی از نمونه، از هر کدام از صافی غشایی از جنس استر سلولزی (به بند ۶-۱-۲-۱-۶ مراجعه شود) و صفحات کاغذی پشتیبان آغشته به سدیم کربنات (به بند ۶-۱-۲-۱-۶ مراجعه شود) را که استفاده نشده است، در مقادیر یکسان با آنچه که برای جمع‌آوری نمونه، مورد استفاده قرار گرفته است، برای تجزیه و تحلیل در نظر بگیرید. این صافی‌های شاهد را با روش مشابه با آنچه که برای نمونه‌ها به کار برده شد، در طول مسیر قرار دهید اما هوا را از بین آن‌ها عبور ندهید.

۴-۷ حمل و نقل نمونه

مراحل زیر را در جایی که مقدار آلودگی توسط آرسنیک در حد پایین باشد، انجام دهید.

۱-۴-۷ برای نمونه‌برداری که ذرات قابل استنشاق موجود در هوا را بر روی صافی جمع‌آوری می‌کنند (به یادآوری بند ۱-۱-۶ مراجعه شود)، صافی غشایی از نوع استر سلولزی و صفحه کاغذی پشتیبان را با کمک انبرک‌های تمیز با نوک صاف (به بند ۵-۱-۶ مراجعه شود)، از هر نمونه‌بردار جدا کرده و آن را در یک جعبه‌ی برچسب دار حمل‌کننده‌ی صافی (به بند ۵-۱-۶ مراجعه شود) قرار داده و درپوش آن را بگذارید.

۲-۴-۷ برای نمونه‌برداری که دارای جعبه‌ی صافی داخلی (به یادآوری بند ۱-۱-۶ مراجعه شود) باشند، جعبه صافی را از هر نمونه‌بردار جدا کرده و آن را به وسیله یک گیره‌ی حمل و نقل تهیه شده توسط تولیدکننده بسته و روی آن برچسب بزنید.

۳-۴-۷ در نمونه‌برداری که جعبه صافی داخلی نداشته و کسر قابل استنشاق تشکیل دهنده‌ی ذرات موجود در هوا، از منافذ ورودی آن‌ها عبور می‌کنند (به یادآوری بند ۱-۱-۶ مراجعه شود) و نیز در نمونه‌برداری که دارای جعبه صافی یکبار مصرف هستند، نمونه را در نمونه‌بردار و در جاییکه جمع‌آوری شده است، به آزمایشگاه منتقل کنید.

۴-۴-۷ جعبه‌های انتقال صافی (به بند ۱-۴-۷ مراجعه شود)، جعبه‌های صافی نمونه‌بردار (به بند ۲-۴-۷ مراجعه شود) یا نمونه‌بردارها (به بند ۳-۴-۷ مراجعه شود) را در داخل ظرفی که بدین منظور و جهت جلوگیری از صدمات احتمالی به نمونه‌ها در حین نقل و انتقال طراحی شده و برای اطمینان از بررسی مناسب، برچسب گذاری شده است، حمل کنید.

۸ روش اجرایی آنالیز

۱-۸ تمیز کردن ظروف شیشه‌ای و بطری‌های پلی پروپیلن

۱-۱-۸ به منظور حذف هر گونه ماده شیمیایی یا چربی باقیمانده روی ظروف شیشه‌ای، آن‌ها را قبل از استفاده با غوطه‌ورسازی در محلول شوینده آزمایشگاهی (به بند ۱۶-۵ مراجعه شود) تمیز کرده و سپس تمامی قسمت‌های آن را با استفاده از آب شستشو دهید (به بند ۱-۵ مراجعه شود).

۲-۱-۸ پس از تمیز کردن مقدماتی (به بند ۱-۱-۸ مراجعه شود)، همه بشرهای استفاده شده در روش اجرایی خاکستر مرطوب که در بند ۲-۲-۸ ذکر گردید را با استفاده از نیتریک اسید داغ تمیز کنید. به میزان یک سوم ظرفیت بشر را با نیتریک اسید غلیظ (به بند ۶-۵ مراجعه شود) پر کرده و پس از پوشاندن آن با شیشه ساعت (به بند ۲-۱-۲-۶ مراجعه شود)، بشر را روی هیتر در دمای 150°C و در زیر هود به مدت ۱ h حرارت دهید (به بند ۵-۲-۶ مراجعه شود). پس از این مدت، بشر را سرد کرده و کل بشر را با آب (به بند ۱-۵ مراجعه شود) آبکشی کنید.

۳-۱-۸ پس از تمیز کردن مقدماتی (به بند ۱-۱-۸ مراجعه شود)، همه ظروف شیشه‌ای به غیر از بشرهای استفاده شده در روش اجرایی خاکستر مرطوب (به بند ۲-۲-۸ مراجعه شود)، را با غوطه‌ورسازی در هیدروکلریک اسید رقیق شده با نسبت ۱+۴ (به بند ۵-۵ مراجعه شود) به مدت حداقل ۲۴ h تمیز کرده و سپس کل ظروف شیشه‌ای را با آب (به بند ۱-۵ مراجعه شود) آبکشی کنید.

۴-۱-۸ کل ظروف شیشه‌ای را که برای آنالیز آرسنیک در این روش در نظر گرفته شده‌اند و از قبل، با روش-های اجرایی تمیزسازی مندرج در بندهای ۱-۱-۸، ۲-۱-۸ و ۳-۱-۸ تمیز شده‌اند را ابتدا با هیدروکلریک اسید رقیق شده با نسبت ۱+۴ (به بند ۵-۵ مراجعه شود) و سپس با آب (به بند ۱-۵ مراجعه شود) آبکشی کنید.

۵-۱-۸ بطری‌های پلی پروپیلن (به بند ۲-۲-۶ مراجعه شود) را قبل از استفاده، با روش غوطه‌ورسازی در هیدروکلریک اسید رقیق شده با نسبت ۱+۴ به مدت ۲۴ h (به بند ۵-۵ مراجعه شود) تمیز نموده و سپس آن‌ها را با آب (به بند ۱-۵ مراجعه شود) آبکشی کنید.

۲-۸ تهیه محلول‌های نمونه و محلول‌های آزمون شاهد

۱-۲-۸ جعبه‌های انتقال صافی (به بند ۱-۴-۷ مراجعه شود)، جعبه‌های صافی نمونه (به بند ۲-۴-۷ مراجعه شود) یا نمونه‌بردارها (به بند ۳-۴-۷ مراجعه شود) را باز کرده و هر یک از صافی‌های غشایی از نوع استر سلولزی و صفحات کاغذی پشتیبان را با استفاده از انبرک‌هایی با نوک صاف و تمیز (به بند ۵-۱-۶ مراجعه شود) به داخل بشر ۵۰ ml برچسب‌دار (به بند ۱-۱-۲-۶) و تمیز مجزا منتقل کنید. اگر نمونه‌بردار استفاده شده، از نوعی باشد که ذرات موجود در هوا که روی سطوح داخلی جعبه صافی نمونه‌بردار یا نمونه‌بردار ترسیب می‌شوند، بخشی از نمونه را تشکیل دهند (به یادآوری بند ۱-۱-۶ مراجعه شود) در این صورت هر گونه ماده معلق چسبیده به سطوح داخلی نمونه‌بردار را با حداقل حجم آب (به بند ۱-۵ مراجعه شود) در داخل بشر شستشو دهید. از روش اجرایی مشابه برای صافی‌های شاهد استفاده کنید (به بند ۷-۳-۷ مراجعه شود).

۲-۲-۸ مقدار ۵ ml از محلول نیتریک اسید غلیظ (به بند ۶-۵ مراجعه شود) و ۱ ml از محلول سولفوریک اسید غلیظ (به بند ۷-۵ مراجعه شود) را در بشرهای جداگانه ریخته و پس از گذاشتن شیشه ساعت (به بند ۲-۱-۲-۶ مراجعه شود) آن‌ها را در زیر هود تا دمای ۱۷۵ °C (به یادآوری بند ۵-۲-۶ مراجعه شود) روی هیتر (به بند ۵-۲-۶ مراجعه شود) حرارت دهید. وقتی که واکنش شدید اولیه فروکش کرد، شیشه‌های ساعت را تا حدی جابجا کنید که مقدار کمی از بشر با این شیشه‌ها پوشانده شده باشد. بشرها را تا رسیدن حجم آن‌ها به ۱ ml حرارت دهید و سپس از روی هیتر بردارید. اجازه دهید محلول‌ها سرد شده و سپس با احتیاط ۲ ml از محلول هیدروژن پراکسید (به بند ۸-۵ مراجعه شود) را به هر بشر اضافه کنید.

بشرها را روی هیتر قرار داده و شیشه‌های ساعت را مجدداً روی آن‌ها قرار دهید. وقتی که واکنش شدید اولیه فروکش کرد شیشه‌های ساعت را تا حدی جابجا کنید که مقدار کمی از بشر با این شیشه‌ها پوشانده شده باشد. عمل حرارت دادن را تا خروج دود سفید و غلیظ سولفور تری اکسید ادامه دهید (در صورت لزوم دمای هیتر را تا ۲۰۰ °C بالا ببرید). اگر محلول به علت سوختن مواد آلی باقیمانده، رنگی شود در این صورت با احتیاط کامل

محلول هیدروژن پراکسید را به صورت قطره به قطره به بشر اضافه کنید تا محلول شفاف گردد. پس از این مرحله بشر را تا حدی حرارت دهید تا دود سفید و غلیظ خارج گردد. پس از این مراحل، بشرها را از روی هیتر بردارید تا سرد شوند.

یادآوری ۱- دمای واقعی هیتر، در حد دمای بحرانی نیست. پیشنهاد دمای 175°C به این دلیل است که این دما، به اندازه کافی بالا نیست که اکسیداسیون مواد آلی در زمان کم اتفاق بیفتد و اما همین مقدار دما برای تبخیر همه نیتریک اسید و هیدروژن پراکسید تا خروج محلول سولفوریک اسید دودزا کافی است.

یادآوری ۲- اگر از صافی‌های با الیاف کوارتزی یا شیشه‌ای آغشته به سدیم کربنات استفاده گردد (به یادآوری ۳ بند ۶-۱-۲-۲ مراجعه شود)، در این صورت لازم است از تجهیزات آزمایشگاهی از جنس پلی تترا فلورو اتیلن استفاده گردد و قبل از افزودن نیتریک و سولفوریک اسید غلیظ، برای حل کردن صافی‌ها، هیدروفلوئوریک اسید افزوده شود.

خطر- هیدروفلوئوریک اسید غلیظ و بخار هیدروژن فلورید به شدت خورنده و سمی بوده و هیدروفلوئوریک اسید رقیق شده می‌تواند موجب سوختگی‌های جدی و به شدت دردناک شود که ممکن است تا 24 h پس از تماس با این ماده، توسط فرد احساس نگردد. به همین دلیل از تماس آن با پوست یا چشم یا استنشاق بخارات آن اجتناب کنید. هنگام کار با هیدروفلوئوریک اسید غلیظ شده یا رقیق شده از تجهیزات حفاظت فردی (برای مثال: دستکش، محافظ صورت، عینک‌های ایمنی و...) استفاده کنید. کار با هیدروفلوئوریک اسید غلیظ باید در زیر هود انجام گیرد. ژل پادزهر هیدروفلوئوریک اسید حاوی کلسیم گلوکونات باید در طول کار با هیدروفلوئوریک اسید و 24 h پس از آن در دسترس کارگران باشد تا در صورت احساس سوزش از آن استفاده نمایند.

۸-۲-۳ با دقت کامل، شیشه ساعت و لبه‌های هر کدام از بشرها را با مقدار کمی از آب (به بند ۵-۱-۵ مراجعه شود) آبکشی نموده و هر کدام از محلول‌ها را به داخل بالن ژوژه تک نشانه‌ای 10 ml منتقل کنید (به بند ۶-۱-۲-۵ مراجعه شود).

در صورت نیاز، هر گونه ذره معلق حل نشده را با کمک یک صافی سلولزی (کاغذ) که از قبل توسط سولفوریک اسید رقیق شده با نسبت $1+9$ (به بند ۵-۱۰-۵ مراجعه شود) شسته شده و سپس با آب (به بند ۵-۱-۵ مراجعه شود)، آبکشی شده است، جدا کنید.

در نهایت، آن را تا خط نشانه و به وسیله آب (به بند ۵-۱-۵ مراجعه شود) رقیق کرده و پس از بستن درب بالن آن را مخلوط کنید.

یادآوری- محلول‌های تهیه شده در بند ۸-۲-۳ را می‌توان قبل از اینکه محلول‌های نمونه، تهیه شده (به بند ۸-۲-۴ مراجعه شود) و آنالیز (به بند ۸-۵ مراجعه شود) شوند، تا یک هفته نگهداری کرد.

۸-۲-۴ برای انجام آنالیز، محلول‌های آزمون شاهد و نمونه را تهیه کنید. مقدار $V_a\text{ ml}$ (به یادآوری ۱ بند ۸-۲-۴ مراجعه شود) از محلول (به بند ۸-۲-۳ مراجعه شود) و مقدار $(5-V_a)\text{ ml}$ از محلول سولفوریک اسید رقیق شده با نسبت $1+9$ (به بند ۵-۱۰-۵ مراجعه شود) را در بالن ژوژه (به بند ۶-۱-۲-۵ مراجعه شود) به حجم

۲۵ ml بریزید. مقدار ۱۲٫۵ ml از هیدروکلریک اسید غلیظ (به بند ۵-۳ مراجعه شود) و ۲٫۵ ml از محلول پتاسیم یدید (به بند ۵-۹ مراجعه شود) را به آن اضافه کرده و آن را تا خط نشانه به وسیله آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) رقیق کنید. ضریب رقیق‌سازی $25/V_a$ استفاده شده برای محلول‌های آزمون شاهد، F_0 و محلول‌های نمونه، F_1 ، را یادداشت کنید. در این مرحله به مدت ۱ h اجازه دهید تا فرایند احیاء آرسنیک پنج ظرفیتی، قبل از آنالیز انجام گیرد (به بند ۴-۳ مراجعه شود).

یادآوری ۱- محدوده مواجهه شغلی نسبت به آرسنیک به طور قابل توجهی متفاوت بوده و بنابراین حجم باقیمانده از محلول نمونه که مورد استفاده قرار گرفته شده است، می‌تواند با توجه به حد تشخیص مورد نیاز، حداکثر تا ۵ ml، متغیر باشد. برای کمترین حد تشخیص، مقدار حجم باقیمانده‌ی مورد استفاده باید برابر با ۵ ml باشد: زمانی که غلظت آرسنیک در هوا با مقدار محدوده‌ی $\frac{0.01 \text{ mg As}}{\text{m}^3}$ ، قابل مقایسه باشد در این صورت، حجم باقیمانده‌ی ۱ ml توصیه می‌شود و زمانی که غلظت آرسنیک در هوا نسبت به مقدار محدوده‌ی $\frac{0.1 \text{ mg As}}{\text{m}^3}$ ، قابل مقایسه باشد در این صورت، حجم باقیمانده‌ی ۰٫۱ ml توصیه می‌شود.

یادآوری ۲- کلیات محلول آزمون شامل هیدروکلریک اسید رقیق شده با نسبت ۱+۱، سولفوریک اسید رقیق شده با نسبت ۱+۴۹ و ۱۰ g/l از پتاسیم یدید است. از آنجائیکه، تولید هیدرید و اندازه‌گیری‌های طیف‌سنجی جذب اتمی مربوط به آرسنیک، با تغییرات غلظت سولفوریک اسید تحت تأثیر واقع می‌شوند لذا، همسانی کلیات مربوط به محلول‌های کالیبراسیون و آزمون از اهمیت بالایی برخوردار است.

۳-۸ تهیه محلول‌های کالیبراسیون

حداقل شش محلول کالیبراسیون شامل محلول کالیبراسیون بدون آرسنیک (به بند ۵-۴-۷ در استاندارد ISO 6955 مراجعه شود) تهیه کنید تا محدوده‌ی صفر تا ۵۰ ng از آرسنیک در هر میلی‌لیتر وقتی که طول موج ۱۹۷٫۲ nm استفاده شود یا محدوده صفر تا ۲۵ ng از آرسنیک در هر میلی‌لیتر وقتی که طول موج ۱۹۳٫۷ nm استفاده شود (به بند ۸-۴-۱ مراجعه شود) را پوشش دهد. در بالن ژوژه‌های ۱۰۰ ml مجزا که برچسب‌گذاری شده‌اند (به بند ۶-۲-۱-۵ مراجعه شود)، مقدار تقریبی ۵۰ ml از هیدروکلریک اسید رقیق شده با نسبت ۱+۱ (به بند ۵-۴ مراجعه شود) اضافه کرده، مقدار ۲ ml از سولفوریک اسید غلیظ (به بند ۵-۷ مراجعه شود) را به آن بیفزایید و سپس قسمت گردن بالن ژوژه را با هیدروکلریک اسید رقیق شده با نسبت ۱+۱ به سمت داخل بالن شستشو دهید. مقدار ۱۰ ml از هیدروکلریک اسید غلیظ (به بند ۵-۳ مراجعه شود)، ۱۰ ml از محلول پتاسیم یدید (به بند ۵-۹ مراجعه شود) را به بالن اضافه کرده و پس از به هم زدن اجازه دهید تا بالن سرد شود. با کمک یک پیپت (به بند ۶-۲-۱-۳ مراجعه شود) با دقت کامل، حجم مناسبی از محلول استاندارد کاری آرسنیک B (به بند ۵-۱۳ مراجعه شود) را به هر بالن اضافه کرده و با استفاده از هیدروکلریک اسید رقیق ۱+۱، به حجم برسانید و با گذاشتن درپوش بالن آن را به هم بزنید. به صورت روزانه، محلول‌های کالیبراسیون تازه تهیه کنید.

یادآوری- محدوده‌ی مربوط به تنظیم محلول‌های کالیبراسیون، به صورت یک دستورالعمل ارائه می‌گردد. حد بالای محدوده‌ی کاری، به ویژگی‌های عملکردی سیستم تولید هیدرید استفاده شده (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود) و سایر پارامترهای ابزاری که

حساسیت و خطی بودن کالیبراسیون را تحت تأثیر قرار می‌دهند، بستگی دارد. بنابراین، محدوده‌ی مربوط به تنظیم محلول‌های کالیبراسیون ممکن است متفاوت باشد. اما اگر هیچ تغییری وجود نداشته باشد در این صورت باید اطمینان حاصل گردد که پاسخ طیف‌سنج نوری در محدوده‌ی جایگزین غلظت‌های انتخابی به گونه‌ای است که با محدودیت‌های مربوط به انحناء^۱ نشان داده شده در یادآوری بند ۸-۴-۷ مطابقت دارد.

۴-۸ کالیبراسیون

۱-۴-۸ انتخاب خط تجزیه‌ای

خط تجزیه‌ای را برای اندازه‌گیری‌های جذب انتخاب کنید. در صورت عدم نیاز به بیشترین حساسیت، از خط جذبی $197/2 \text{ nm}$ برای آرسنیک باید استفاده گردد.

یادآوری - حساسیت خط جذب آرسنیک $193/7 \text{ nm}$ نسبت به خط جذب آرسنیک $197/2 \text{ nm}$ دو برابر است اما به دلیل این که کالیبراسیون به دست آمده در این طول موج، محدوده‌ی خطی وسیع‌تری دارد، استفاده از آن، ارجحیت دارد.

۲-۴-۸ راه‌اندازی دستگاه

۱-۲-۴-۸ اگر سیستم تولید هیدرید (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود) برای مدتی، مورد استفاده قرار نگرفته باشد، در این صورت جداساز گاز/ مایع و سل جذبی کوارتزی یا سیلیکونی (به بند ۶-۲-۹ مراجعه شود) را قبل از استفاده تمیز کرده و از روش اجرایی مندرج در بند ۸-۷-۳ تبعیت کنید.

۲-۲-۴-۸ مطابق با دستورالعمل تولید کننده، سیستم تولید هیدرید (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود) را آماده‌سازی کنید. به منظور انجام فرایند احیاء، مخزن را با محلول سدیم تتراهیدرو بورات (به بند ۵-۱۴ مراجعه شود) و برای اسید شاهد، مخزن را با هیدروکلریک اسید رقیق با نسبت ۱+۱ (به بند ۵-۴ مراجعه شود) پر کنید.

یادآوری ۱- غلظت بهینه واکنشگرها، دبی مایع، دبی گاز تخلیه و... ممکن است مطابق با پیکربندی واقعی سیستم، قدری متفاوت باشند. همچنین این تفاوت ممکن است مقدار اثرات تداخلی را نیز تحت تأثیر قرار دهد (به بند ۱۰-۳ مراجعه شود).

یادآوری ۲- سیستم‌های تولید هیدرید نسبت به تغییرات دمایی حساس می‌باشند. بنابراین واکنشگرها و محلول‌های آزمون، قبل از شروع آنالیز باید در دمای اتاق به تعادل برسند.

یادآوری ۳- محلول سدیم تترا هیدرو بورات به تدریج با هیدروژن، اشباع شده و سپس ممکن است در زمان پمپ کردن محلول گاز آن خارج گردد. اگر حباب‌های هیدروژن به بخش اختلاط برسند در این صورت تغییرات گذرایی در پیام، ایجاد خواهد شد که نتایج تجزیه‌ای را تحت تأثیر قرار می‌دهد که لزوماً برای سیستم‌های تزریق جریان مشهود نمی‌باشد. احتمال تشکیل حباب‌ها پس از این که محلول سدیم تترا هیدرو بورات به مدت چند ساعت به صورت راکد باقی ماند بالا می‌رود اما این عمل (تشکیل حباب) ممکن است با گاززدایی در حمام التراسونیک یا با هم زدن پیوسته‌ی مخزن، کاهش پیدا کند. قرار دادن یک تله‌انداز حباب در لوله-ی متصل به بخش اختلاط، برای کم کردن اثر یاد شده می‌تواند مفید باشد. اگر تشکیل حباب همچنان به عنوان یک مشکل باقی مانده باشد در این صورت از تکرار آنالیز مربوط به محلول‌های آزمون استفاده کنید.

1- Curvature

۸-۴-۲-۳ مطابق با دستورالعمل تولید کننده، سل جذبی از نوع کوارتزی یا سیلیکونی (به بند ۶-۲-۹ مراجعه شود) را در مسیر نوری طیف‌سنج قرار دهید.

یادآوری - طول لوله‌ی اتصال سل جاذب به خروجی جداساز گاز/ مایع در سیستم تولید هیدرید (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود) باید در حداقل مقدار ممکن نگه داشته شود.

۸-۴-۲-۴ مطابق با توصیه‌های تولید کننده جهت آماده‌سازی دستگاه، طیف‌سنج جذب اتمی (به بند ۶-۲-۷ مراجعه شود) را برای اندازه‌گیری‌های جذب در هر دو خط جذبی آرسنیک 197.2 nm و 193.7 nm راه‌اندازی کنید (به بند ۸-۴-۱ مراجعه شود). اگر برای گرم کردن سل جذبی کوارتز یا سیلیکون از شعله‌ی استیلن/ هوا استفاده گردد در این صورت از یک شعله اکسید کننده، استفاده کنید.

۸-۴-۳ عرضه‌ی محلول‌های نمونه^۱

۸-۴-۳-۱ محلول کالیبراسیون، محلول نمونه یا محلول آزمون شاهد را با قرار دادن یک لوله مویی در محلول مربوطه، به داخل سیستم تولید هیدرید تزریق کنید (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود). این عمل ممکن است به صورت دستی یا توسط یک نمونه‌بردار خودکار صورت گیرد.

۸-۴-۳-۲ برای سیستم‌های تولید هیدرید با جریان پیوسته (به بند ۶-۲-۸-۱ مراجعه شود)، پیکربندی به گونه‌ای است که در ابتدا، محلول اسید شاهد به بخش اختلاط پمپ می‌گردد. به هنگام آماده‌گی برای آنالیز محلول نمونه، پیکربندی به گونه‌ای تغییر می‌کند که محلول آزمون به داخل بخش اختلاط پمپ گردد.

۸-۴-۳-۳ برای سیستم‌های تولید هیدرید با آنالیز تزریق جریان (به بند ۶-۲-۸-۲ مراجعه شود)، محلول اسید شاهد به صورت پیوسته به بخش اختلاط پمپ گردیده و حجم دقیقی از محلول آزمون، جهت آنالیز، به داخل جریان اسید شاهد تزریق می‌گردد.

۸-۴-۴ آماده‌سازی سیستم تولید هیدرید

به منظور اطمینان از حصول پیام ثابت قبل از انجام فرایند کالیبراسیون، سیستم را قبل از استفاده، آماده‌سازی کنید.

۸-۴-۴-۱ ماده احیاء کننده، اسید شاهد و لوله‌های مویی مربوط به نمونه را در ظرفی محتوی آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) قرار داده و اجازه دهید برای پایدار شدن دبی، پمپ به مدت 5 min کار کند. استوانه مدرج 10 ml (به بند ۶-۲-۴-۱ مراجعه شود) را تا خطِ نشانه، از آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) پر کرده و با قرار دادن لوله‌ی مویی مناسب در استوانه مدرج حاوی آب، و با مشاهده حجم آب پمپ شده به بیرون از سیلندر در مدت 1 min ، هرکدام از دبی‌ها را به نوبت اندازه‌گیری کنید. بررسی نمایید که دبی‌ها، مطابق با ویژگی‌های اسمی توصیه شده توسط تولید کننده سیستم تولید هیدرید (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود) بوده و فشار اعمال شده روی لوله پمپ

پریستالتیک را به وسیله هد پمپ^۱ تنظیم کنید و/یا در صورت لزوم، لوله پمپ جدید نصب کنید. لوله‌های مویی برای احیاء کننده و اسید شاهد را در ظروف مناسب قرار دهید.

۸-۴-۴-۲ بسته به نوع سیستم تولید هیدرید استفاده شده، مطابق با بند ۸-۴-۴-۲ یا ۸-۴-۴-۲ اقدام کنید.

۸-۴-۴-۱ برای سیستم‌های تولید هیدرید با جریان پیوسته (به بند ۶-۲-۸-۱ مراجعه شود)، به طور متناوب اسید شاهد (به بند ۵-۴ مراجعه شود) و غلیظ‌ترین محلول کالیبراسیون (به بند ۸-۳ مراجعه شود) را به بخش اختلاط سیستم تولید هیدرید با جریان پیوسته، پمپ کرده و اندازه‌گیری‌های جذب را در بازه‌های زمانی کوتاه و یکپارچه تکرار نمایید. این توالی را تا رسیدن به پاسخ تجزیه‌ای تکرارپذیر ادامه داده و پارامترهای لازم برای عملکرد سیستم تولید هیدرید با جریان پیوسته را یادداشت کنید.

به طور ویژه، "زمان تأخیر پایداری" که عبارت است از زمانی که طول می‌کشد تا پاسخ تجزیه‌ای به هنگام ورود محلول به سیستم، پایدار گردد و "زمان تأخیر پایه" که عبارت است از زمانی که طول می‌کشد تا پیام پاسخ به وضعیت پایه که در آن، اسید شاهد مجدداً پمپ می‌شود، برسد را یادداشت کنید. هر دو زمان تأخیر یاد شده را یادداشت نمایید. اگر به منظور عملکرد خودکار، سیستم تولید هیدرید با جریان پیوسته به طیف‌سنج جذب اتمی وصل گردد در این صورت پارامترهای لازم را در مقادیر مناسب تنظیم کنید.

۸-۴-۴-۲ برای سیستم‌های تولید هیدرید با آنالیز تزریق جریان (به بند ۶-۲-۸-۲ مراجعه شود)، لوپ نمونه^۲ را با پمپ کردن غلیظ‌ترین محلول کالیبراسیون (به بند ۸-۳ مراجعه شود) در آن، پر کرده و سپس این محلول را به داخل جریان اسید شاهد تزریق کنید. توجه داشته باشید که زمان تأخیر، قبل از پیک جذب اتمی به دست آید. پارامترهای اندازه‌گیری ارتفاع پیک یا یکپارچگی آن را بهینه کرده و عمل تزریق را تا جایی تکرار کنید که پاسخ تجزیه‌ای تکرارپذیر حاصل گردد.

یادآوری - اگر پاسخ تجزیه‌ای تکرارپذیر حاصل نگردد در این صورت احتمال آلودگی سیستم وجود دارد. در این مورد، اجرای عملیات تکمیلی باید متوقف شده و جداساز گاز/ مایع و سل جذبی کوارتزی یا سیلیکونی (به بند ۶-۲-۹ مراجعه شود) مطابق با روش اجرایی مندرج در بند ۸-۷-۳ تمیز گردد.

۸-۴-۵ تعیین واکنشگر شاهد

۸-۴-۵-۱ ماده احیاء کننده، اسید شاهد و لوله‌های مویی مربوط به نمونه را در ظرف حاوی آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) قرار داده و بعد از صرف زمان کافی برای بالا آمدن سیستم، طیف‌سنج را روی عدد صفر تنظیم کنید.

1- Pump head
2- Sample loop

۸-۴-۵-۲ لوله‌ی مویی مربوط به احیاء کننده و اسید شاهد را در ظروف مناسب قرار دهید. اسید شاهد (به بند ۴-۵ مراجعه شود) و ماده احیاء کننده را به بخش اختلاط پمپ کرده و میزان جذب را پس از صرف زمان کافی جهت جایگزین شدن آب، اندازه‌گیری کنید.

یادآوری - اگر واکنشگر شاهد، بیشتر از حد معمول باشد در این صورت عملکرد تجزیه‌ای سیستم کاهش یافته و به طور ویژه، حد تشخیص ضعیف‌تر خواهد بود. زیاد بودن شاهد می‌تواند به دلیل آلودگی یک یا چند واکنشگر یا آلودگی سیستم باشد. اگر آلودگی واکنشگرها دلیل بالاتر از حد معمول بودن واکنشگر شاهد باشد در این صورت باید محلول تازه سدیم تترا هیدرو بورات و هیدرو کلریک اسید رقیق شده با نسبت ۱+۱ (به بند ۴-۵ مراجعه شود) تهیه گردد. اگر آلودگی سیستم دلیل بالاتر از حد معمول بودن واکنشگر شاهد باشد در این صورت جداساز گاز/مایع و سل جذبی کوارتزی یا سیلیکونی (به بند ۶-۲-۹ مراجعه شود) باید مطابق با روش اجرایی مندرج در بند ۸-۷-۳ تمیز گردد. در نتیجه واکنشگر شاهد باید با تکرار روش‌های اجرایی مندرج در بندهای ۸-۴-۱ و ۸-۵-۲ مجدداً تعیین شود.

۸-۴-۶ اندازه‌گیری‌های مربوط به طیف‌سنجی

۸-۴-۶-۱ طیف‌سنج را هنگام پمپ شدن اسید شاهد (به بند ۴-۵ مراجعه شود) به بخش اختلاط سیستم تولید هیدرید (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود)، روی عدد صفر تنظیم کنید.

۸-۴-۶-۲ بسته به نوع سیستم تولید هیدرید استفاده شده، مطابق با بند ۸-۴-۶-۱ یا بند ۸-۴-۶-۲ اقدام نمایید.

۸-۴-۶-۱-۲ برای سیستم‌های تولید هیدرید با جریان پیوسته (به بند ۶-۲-۸-۱ مراجعه شود)، هر یک از محلول‌های کالیبراسیون (به بند ۸-۳ مراجعه شود) را به نوبت در طول لوله‌ی بالا رونده‌ی نمونه به سمت بخش اختلاط، پمپ کرده و جذب آن‌ها را بعد از مشخص شدن زمان تأخیر پایداری (به بند ۸-۴-۶-۱-۲ مراجعه شود) اندازه‌گیری نمایید.

در بین هر محلول کالیبراسیون، اسید شاهد (به بند ۴-۵ مراجعه شود) را به بخش اختلاط پمپ کرده و قبل از اندازه‌گیری محلول کالیبراسیون بعدی، منتظر زمان تأخیر پایه‌ی تعیین شده (به بند ۸-۴-۶-۱-۲ مراجعه شود) باشید.

۸-۴-۶-۲-۲ برای سیستم‌های تولید هیدرید با آنالیز تزریق جریان (به بند ۶-۲-۸-۲ مراجعه شود)، هر کدام از محلول‌های کالیبراسیون (به بند ۸-۳ مراجعه شود) را به نوبت به جریان اسید شاهد تزریق کرده و ارتفاع پیک یا مساحت پیک مربوط به پیام جذب اتمی را اندازه‌گیری کنید.

۸-۴-۷ تابع کالیبراسیون^۱

برای تجهیزات کنترل شده با رایانه‌های شخصی یا ریزپردازنده‌ها، از الگوی مناسب جهت ایجاد تابع کالیبراسیون استفاده کنید. در خصوص تجهیزاتی که فاقد این قابلیت می‌باشند، نمودار کالیبراسیون را با ترسیم جذب محلول‌های کالیبراسیون نسبت به غلظت آرسنیک (بر حسب ng/ml) در محلول‌های مربوطه، تهیه کنید.

1- Calibration function

یادآوری - به طور کلی بهتر است در ناحیه خطی مربوط به کالیبراسیون جذب اتمی، جایی که میزان جذب، متناسب با غلظت آرسنیک در محلول است، کار کنید. اگرچه، مقدار مشخصی از انحناء در نمودار کالیبراسیون می‌تواند قابل تحمل بوده اما به طور ایده‌ال، شیب ۲۰٪ بالای در منحنی کالیبراسیون، نباید کمتر از ۷۰٪ شیب ۲۰٪ انتهایی محاسبه شده با روش مشابه باشد. بنابراین کالیبراسیون جذب اتمی مربوط به سیستم تولید هیدرید، دارای انحناء بیشتری نسبت به کالیبراسیون جذب اتمی شعله بوده و لزوم کالیبراسیون مجدد در ناحیه غلظتی پایین‌تر باید مورد بررسی قرار گیرد.

۵-۸ سنجش

۱-۵-۸ بسته به نوع سیستم تولید هیدرید، مطابق با بند ۱-۱-۵-۸ یا بند ۲-۱-۵-۸ اقدام کنید.
۱-۱-۵-۸ برای سیستم‌های تولید هیدرید با جریان پیوسته (به بند ۱-۸-۲-۶ مراجعه شود)، طیف‌سنج را در خلال پمپ محلول اسید شاهد (به بند ۴-۵ مراجعه شود) به بخش اختلاط سیستم، روی عدد صفر تنظیم کنید. هر یک از محلول نمونه و محلول آزمون شاهد (به بند ۴-۲-۸ مراجعه شود) را به نوبت در میان لوله‌ی بالا رونده مربوط به نمونه به سمت بخش اختلاط، پمپ کرده و جذب آن‌ها را بعد از زمان تأخیر پایداری تعیین شده (به بند ۱-۲-۴-۴-۸ مراجعه شود)، اندازه بگیرید. بین هر محلول نمونه، محلول اسید شاهد (به بند ۴-۵ مراجعه شود) را به بخش اختلاط پمپ کرده و قبل از اندازه‌گیری محلول نمونه بعدی، منتظر زمان تأخیر پایه‌ی تعیین شده (به بند ۱-۲-۴-۴-۸ مراجعه شود) باشید.

۲-۱-۵-۸ برای سیستم‌های تولید هیدرید با آنالیز تزریق جریان (به بند ۲-۸-۲-۶ مراجعه شود)، هریک از محلول نمونه و محلول آزمون شاهد (به بند ۴-۲-۸ مراجعه شود) را به ترتیب از طریق شیر نمونه، به داخل جریان اسید شاهد تزریق کرده و ارتفاع پیک یا مساحت پیک مربوط به سیگنال جذب اتمی را اندازه‌گیری کنید.
۲-۵-۸ اگر به هنگام پمپ شدن اسید شاهد، انحراف قابل توجهی در پایه مشاهده گردد در این صورت، مجدداً طیف‌سنج را روی عدد صفر تنظیم نمایید.

۳-۵-۸ برای تجهیزات کنترل شده با رایانه‌های شخصی یا ریزپردازنده‌ها، برای محاسبه غلظت آرسنیک در محلول نمونه و محلول آزمون شاهد، از تابع کالیبراسیون (به بند ۷-۴-۸ مراجعه شود) استفاده کرده و ترسیم مستقیمی از نتایج در واحدهای غلظت به دست آورید. برای تجهیزاتی که فاقد این قابلیت باشند، غلظت آرسنیک در محلول نمونه و محلول آزمون شاهد (به بند ۴-۲-۸ مراجعه شود) را با کمک نمودار کالیبراسیون (به بند ۷-۴-۸ مراجعه شود) تعیین کنید.

۴-۵-۸ محلول کالیبراسیون مربوط به محدوده میانی را پس از هر پنج تا ده محلول نمونه، آنالیز کرده و اندازه‌گیری‌های جذب را انجام دهید. اگر این اندازه‌گیری‌ها نشان دهد که حساسیت، بیش از ۵٪ تغییر کرده است در این صورت، از یکی از اقدامات تصحیحی زیر استفاده کنید: از امکانات نرم‌افزاری مربوط به کامپیوترهای شخصی یا ریزپردازنده‌ها جهت تصحیح تغییرات حساسیت استفاده کرده یا آنالیز را به تعویق انداخته و طیف‌سنج را مطابق با بندهای ۶-۴-۸ و ۷-۴-۸ مجدداً کالیبره کنید. در هر دو مورد، برای هر دوره زمانی که تغییر حساسیت اتفاق افتاده است، محلول‌های نمونه را مجدداً آنالیز کنید.

۸-۵-۵ اگر غلظت‌های بالایی از آرسنیک وجود داشته باشد در این صورت آنالیز را روی یک محلول آزمون جدید (به بند ۸-۲-۴ مراجعه شود) که با استفاده از مقدار کمتری از محلول نمونه تهیه شده است، انجام دهید تا غلظت در محدوده کالیبراسیون قرار گیرد. به طور متناوب، اگر از خط جذبی آرسنیک 193.7 nm استفاده شده باشد آن را به خط جذبی 197.2 nm که حساسیت کم دارد، تغییر دهید.

۸-۵-۶ غلظت میانگین آرسنیک در محلول‌های آزمون شاهد را محاسبه نمایید.

۸-۶ تخمین محدوده‌ی تشخیص دستگاهی

۸-۶-۱ محدوده‌ی تشخیص دستگاهی (به یادآوری ۲ بند ۸-۶-۳ مراجعه شود) را تحت شرایط تجزیه‌ای و کاری و با روش اجرایی مندرج در بندهای ۸-۶-۲ و ۸-۶-۳، تخمین زده و هر زمان این شرایط تغییر پیدا کرد، این روش را تکرار نمایید.

۸-۶-۲ محلول مرجع با غلظت $0.25 \frac{\text{ng}}{\text{ml}} \text{As}$ را با رقیق کردن محلول استاندارد کاری آرسنیک B (به بند ۵-۱۳ مراجعه شود) تهیه کنید. این کار را مطابق با روش اجرایی مشابه که در تهیه محلول‌های کالیبراسیون (به بند ۸-۳ مراجعه شود) استفاده شد، انجام دهید.

۸-۶-۳ حداقل بیست اندازه‌گیری جذب روی محلول مرجع (به بند ۸-۶-۲ مراجعه شود)، انجام داده و حد تشخیص دستگاهی را با استفاده از روش‌های آماری استاندارد، محاسبه کنید.

یادآوری ۱- حد تشخیص یک روش جذب اتمی مطابق با بند ۶-۲-۳ استاندارد ISO 6955 مشخص می‌گردد. هنگامی که غلظت آنالیت، جایی که مقدار جذب، k برابر نسبت به انحراف معیار مجموعه‌ای از داده‌های اندازه‌گیری شده‌ی مربوط به محلول نمونه باشد در این صورت غلظت به صورت جداگانه قابل تشخیص است. اما اگر مقدار جذب آنالیت، k برابر نسبت به شاهد باشد (k به طور معمول ۲ یا ۳ در نظر گرفته می‌شود) در این صورت مقدار جذب آنالیت و شاهد نزدیک خواهد بود. در این استاندارد مقدار k برابر با ۳ در نظر گرفته شده است.

یادآوری ۲- حد تشخیص محاسبه شده از نتایج که مطابق با بندهای ۸-۶-۲ و ۸-۶-۳ است، به عنوان حد تشخیص دستگاهی نامیده می‌شود. این حد تشخیص برای شناسایی تغییرات مربوط به عملکرد دستگاه بوده اما حد تشخیص روش نیست. در نتیجه به احتمال زیاد، مقدار آن به دلیل این که فقط تغییرپذیری بین داده‌های دستگاهی را به حساب می‌آورد، به طور غیر واقعی پایین است. اندازه‌گیری‌های انجام گرفته روی یک محلول، تغییرپذیری مربوط به ماتریس یا نمونه را به حساب نمی‌آورد. حد تشخیص واقعی‌تر برای روش تجزیه‌ای مندرج در این استاندارد ممکن است با اندازه‌گیری حداقل ده محلول آزمون شاهد (محلول‌های شاهد) به دست آید (به بند ۷-۳-۷ مراجعه شود). انحراف معیار مربوط به اندازه‌گیری‌هایی که در فواصل زمانی طولانی‌تر از فواصل زمانی بین کالیبراسیون‌های پی‌درپی به دست آمده است، ممکن است برای تخمین حد تشخیص روش مورد استفاده قرار گیرد.

۸-۷ روش اجرایی توقف عملیات

شعله یا منبع تأمین برق مربوط به گرمایش سیم‌پیچ سل جذبی کوارتزی یا شیشه‌ای را خاموش کنید (به بند ۶-۲-۹ مراجعه شود).

۸-۷-۲ ماده احیاءکننده، اسید شاهد و لوله‌های مویی بالا برنده نمونه را در ظرف حاوی آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) قرار داده و اجازه دهید برای بالا آمدن سیستم، پمپ به مدت ۵ min کار کند.

۸-۷-۳ لوله‌ی اتصال دهنده‌ی جداساز گاز/ مایع مربوط به سیستم تولید هیدرید (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود) و سل جذبی کوارتزی یا شیشه‌ای (به بند ۶-۲-۹ مراجعه شود) را جدا کنید.

سایر ورودی‌ها و خروجی‌های مربوط به جداساز گاز/ مایع را جدا کرده و سل جاذب را از روی پایه‌هایشان بردارید. جداساز گاز/ مایع، سل جذب و لوله‌ای که دو قسمت دستگاه را به هم وصل می‌کند را به مدت حداقل ۳۰ min در محلول سدیم هیدروکسید (به بند ۵-۱۵ مراجعه شود) غوطه‌ور کنید. پس از این مدت، آن‌ها را از محلول یاد شده خارج کرده و با هیدروکلریک اسید رقیق با نسبت ۱+۱ (به بند ۵-۴ مراجعه شود) و سپس آب (به بند ۵-۱ مراجعه شود) شستشو دهید. پس از این مرحله تمامی قطعات را مجدداً مونتاژ کنید.

۸-۷-۴ از توصیه‌های ارائه شده توسط تولید کننده در خصوص سایر روش‌های اجرایی توقف عملیات تبعیت کنید.

۹ گزارش نتایج

۱-۹ محاسبات

۹-۱-۱ غلظت جرمی آرسنیک در نمونه‌ی هوا، ρ_{As} ، بر حسب میلی‌گرم بر مترمکعب، را در شرایط محیط و با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$\rho_{As} = \frac{(\rho_{As,1} \cdot V_1 \cdot F_1) - (\rho_{As,0} \cdot V_0 \cdot F_0)}{1000 V} \quad (۱)$$

که در آن:

$\rho_{As,0}$ میانگین غلظت آرسنیک در محلول‌های آزمون شاهد (به بند ۸-۵-۶ مراجعه شود) بر حسب نانوگرم بر میلی‌لیتر؛

$\rho_{As,1}$ غلظت آرسنیک در محلول نمونه (به بند ۸-۵-۳ مراجعه شود) بر حسب نانوگرم بر میلی‌لیتر؛
 V حجم نمونه هوا بر حسب لیتر (به بند ۹-۱-۲ مراجعه شود)؛

V_0 حجم محلول آزمون شاهد (به عنوان مثال ۱۰ ml) بر حسب میلی‌لیتر (به بند ۸-۲-۳ مراجعه شود)؛

V_1 حجم محلول نمونه (به عنوان مثال ۱۰ ml) بر حسب میلی‌لیتر (به بند ۸-۲-۳ مراجعه شود)؛

F_0 ضریب رقت مورد استفاده در تهیه محلول آزمون شاهد (به بند ۸-۲-۴ مراجعه شود)؛

F_1 ضریب رقت مورد استفاده در تهیه محلول نمونه (به بند ۸-۲-۴ مراجعه شود)؛

۱۰۰۰ ضریب مورد استفاده برای تبدیل نتایج به میلی‌گرم بر مترمکعب

۹-۱-۲ در برخی موارد، برای دبی نمونه‌برداری مشخص اعمال تصحیح دما و فشار لازم است (به بند ۷-۱-۳-۲ مراجعه شود). به عنوان مثال، زمانی چنین تصحیحی لازم است که پمپ نمونه‌برداری مورد استفاده، دارای دبی‌سنجی با سطح متغیر و افت فشار ثابت باشد که کالیبره شده و برای اندازه‌گیری دبی در بندهای

۲-۳-۷، ۳-۳-۷ و ۵-۳-۷ مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این مثال، برای محاسبه حجم نمونه‌های هوا، از معادله زیر استفاده کنید.

$$V_{corr} = q_V \cdot t \sqrt{\frac{p_1 \cdot T_2}{p_2 \cdot T_1}}$$

که در آن:

V_{corr} حجم تصحیح شده بر حسب لیتر؛

q_V دبی متوسط بر حسب لیتر بر دقیقه؛

t زمان نمونه‌برداری بر حسب دقیقه؛

p_1 فشار محیطی در طول کالیبراسیون دبی سنچ پمپ نمونه‌برداری بر حسب کیلو پاسکال؛

p_2 فشار محیطی میانگین در طول دوره نمونه‌برداری بر حسب کیلو پاسکال؛

T_1 دما در طول کالیبراسیون دبی سنچ پمپ نمونه‌برداری بر حسب کلوین؛

T_2 دمای میانگین در طول دوره‌ی نمونه‌برداری بر حسب کلوین

در سایر دبی سنچ‌ها ممکن است نیاز به تصحیح تغییرات دما و فشار وجود داشته باشد. در خصوص اعمال چنین تصحیح‌هایی، مطابق با توصیه‌های تولید کنندگان عمل گردد.

۳-۱-۹ در صورت لزوم (به بند ۱-۳-۱-۷ مراجعه شود)، غلظت جرمی آرسنیک در نمونه‌ی هوا را در دما و فشار مرجع (به ترتیب ۲۷۳ K و ۱۰۱/۳ kPa)، با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$\rho_{As,corr} = \rho_{As} \frac{101.3 T_2}{p_2 \times 273} \quad (2)$$

که در آن:

ρ_{As} غلظت جرمی آرسنیک در نمونه‌ی هوا، در شرایط محیط است که بر حسب میلی‌گرم بر مترمکعب بوده و

مطابق با بند ۱-۱-۹ محاسبه می‌گردد؛

T_2 دمای میانگین در طول دوره نمونه‌برداری، بر حسب کلوین؛

p_2 فشار محیطی میانگین در طول دوره نمونه‌برداری بر حسب کیلو پاسکال؛

۲۷۳ دمای مرجع بر حسب کلوین؛

۱۰۱/۳ فشار محیطی استاندارد بر حسب کیلو پاسکال

۲-۹ کارایی روش

۱-۲-۹ آزمون‌های آزمایشگاهی مبین این مسئله است که روش تجزیه‌ای، شیب قابل توجهی را نشان نمی‌دهد.

بازیابی تجزیه‌ای متوسط صافی‌هایی با ظرفیت آرسنیک معین از ۵ μg تا ۱۰۰ μg ، با استفاده از سیستم تولید هیدرید با جریان پیوسته و طیف‌سنجی جذب اتمی، ۱۰۰/۷٪ و با استفاده از سیستم تولید هیدرید با آنالیز

تزریق جریان و طیف‌سنجی جذب اتمی برابر با 99.3% برای محلول نمونه‌ی باقیمانده با حجم 0.1 ml (به بند ۴-۲-۸ مراجعه شود) است. بازیابی تجزیه‌ای متوسط صافی‌هایی با ظرفیت آرسنیک معین از $0.5\text{ }\mu\text{g}$ تا $1.0\text{ }\mu\text{g}$ با استفاده از سیستم تولید هیدرید تولید هیدرید جریان پیوسته و طیف‌سنجی جذب اتمی، 98.8% و با استفاده از سیستم تولید هیدرید با آنالیز تزریق جریان و طیف‌سنجی جذب اتمی برابر با 102.7% برای محلول نمونه باقیمانده با حجم 1 ml (به بند ۴-۲-۸ مراجعه شود) است.

یادآوری - اگر روش اجرایی خاکستر مرطوب که در بند ۲-۲-۸ به آن اشاره شد، برای حل ذرات معلق آرسنیک موجود در محیط آزمون غیر مؤثر باشد و از روش انحلال جایگزین قوی‌تری استفاده نشده باشد (به بند ۲-۱۰ مراجعه شود)، در این صورت نتایج، دارای شیب منفی قابل توجهی خواهند بود.

۲-۲-۹ مؤلفه‌ی ضریب واریاسیون روش که از تغییرپذیری تجزیه‌ای ناشی می‌شود، $CV_{analysis}$ ، به تعدادی از پارامترها از قبیل: حجم محلول آزمون باقیمانده‌ی مورد استفاده در تهیه محلول نمونه (به بند ۴-۲-۸ مراجعه شود) و اینکه از کدام یک از سیستم‌ها: تولید هیدرید (جریان پیوسته، آنالیز تزریق جریان) و یا طیف‌سنجی جذب اتمی استفاده شده است (به یادآوری بند ۴-۳ مراجعه شود)، وابسته است.

ضریب واریاسیون، $CV_{analysis}$ ، هنگامی که غلظت آرسنیک در محلول نمونه، در محدوده میانی کالیبراسیون قرار داشته باشد، در کمترین مقدار خود می‌باشد و در آزمون‌های آزمایشگاهی (به مرجع [۵] در پیوست مراجعه شود)، با اندازه‌گیری‌های انجام گرفته در طول موج 197.2 nm برای محلول‌های نمونه با غلظت آرسنیک در محدوده 10 ng/ml تا 40 ng/ml ، در صورتی که از سیستم تولید هیدرید با جریان پیوسته و طیف‌سنجی جذب اتمی استفاده شود، در حدود 1% و در صورت استفاده از سیستم تولید هیدرید با آنالیز تزریق جریان و طیف‌سنجی جذب اتمی، در حدود 3% ، تخمین زده شده است. این ضریب میزان تکرارپذیری روش تجزیه‌ای را ارائه می‌دهد.

یادآوری - قابلیت تکرارپذیری روش جذب اتمی در سطح داده شده، به صورت سازگاری نزدیک بین نتایج متوالی که با استفاده از روش مشابه روی مواد یکسان و در شرایط یکسان آزمون (اپراتور یکسان، تجهیزات یکسان، مجموعه واکنشگرهای یکسان، آزمایشگاه یکسان) به دست آمده، مطابق با بند ۶-۲-۷ مندرج در استاندارد ISO 6955، تعیین می‌شود.

۳-۲-۹ مطابق با استاندارد EN 482، مشخص شده است (به مرجع [۵] در پیوست مراجعه شود) که عدم قطعیت کلی روش (به یادآوری ۲ مندرج در بند ۳-۲-۹ مراجعه شود)، باید در بین مشخصات تعیین شده در استاندارد EN 482، برای عدم قطعیت کلی اندازه‌گیری‌هایی که به منظور مقایسه با مقادیر محدوده (به یادآوری ۳ بند ۳-۲-۹ مراجعه شود) انجام می‌گیرند، قرار داشته باشد.

فرض بر این است که مقدار ضریب واریاسیون روشی که از تغییرپذیری نمونه‌بردار (نمونه داخلی)، CV_{inter} ، حاصل می‌گردد، ناچیز بوده و مقدار ضریب واریاسیون روشی که از تغییرپذیری دبی، CV_{flow} حاصل می‌گردد به میزان 5% محدود می‌گردد (به بند ۴-۳-۷ مراجعه شود).

یادآوری ۱- عدم قطعیت کلی (ناشی از یک روش اندازه‌گیری یا یک دستگاه)، در استاندارد EN 482، به صورت مقدار مورد استفاده جهت تعیین کل عدم قطعیت مربوط به نتایج داده شده توسط یک دستگاه یا روش اندازه‌گیری، تعریف شده است.

این عدم قطعیت، به صورت نسبی و با ترکیب اریب و دقت، مطابق با معادله زیر بیان می‌گردد:

$$\frac{|\bar{X} - X_{\text{ref}}| + 2s}{X_{\text{ref}}} \times 100 \quad (3)$$

که در آن:

\bar{X} برابر با مقدار میانگین مربوط به نتایج n تعداد اندازه‌گیری‌های تکرار شده است؛

X_{ref} برابر با غلظت مرجع پذیرفته شده یا واقعی است؛

S برابر با انحراف معیار اندازه‌گیری‌ها است.

یادآوری ۲- کمیته فنی CEN (به استاندارد EN 482 مراجعه شود) الزامات عملکردی کلی را برای کارایی روش‌های اندازه‌گیری عوامل شیمیایی در هوای محیط کار، شرح داده است. حدود بالایی پذیرش مربوط به عدم قطعیت نسبی کل، برای تعدادی از اندازه‌گیری‌ها تعیین شده است و این حدود ممکن است به عنوان یک دستورالعمل در این استاندارد مورد استفاده قرار گیرد. الزامات تعیین شده توسط کمیته CEN برای اندازه‌گیری‌هایی که به منظور غربالگری انجام می‌شود نسبت به اندازه‌گیری‌هایی که برای مقایسه با مقادیر حدی انجام می‌شوند، کمتر سخت‌گیرانه است. این الزامات، برای اندازه‌گیری‌هایی برای مقایسه با مقادیر حدی، هنگامی که در محدوده ۰/۱ تا ۰/۵ برابر مقدار حد مواجهه (عدم قطعیت کلی کمتر از ۵۰٪) انجام می‌شود، سخت‌گیری کمتری نسبت به هنگامی دارد که در محدوده ۰/۵ تا ۲ برابر مقدار حد مواجهه (عدم قطعیت کلی کمتر از ۳۰٪) انجام می‌گیرد.

۹-۲-۴ به منظور به دست آوردن میزان تکرارپذیری روش تجزیه‌ای، مؤلفه‌ی ضریب واریاسیون روش که از تغییرپذیری تجزیه‌ای ناشی می‌شود، CV_{analysis} ، در بررسی داخل آزمایشگاهی تعیین شده است (به مرجع [۵] در پیوست مراجعه شود). برای اندازه‌گیری‌های انجام‌شده در خط جذب ۱۹۷٫۲ nm، با استفاده از سیستم تولید هیدرید با جریان پیوسته و طیف‌سنجی جذب اتمی، مقدار CV_{analysis} با کمک محلول نمونه‌ی باقیمانده‌ی ۰/۱ ml (به بند ۸-۲-۴ مراجعه شود) و با صافی‌هایی که با ۵ μg از آرسنیک، دندانه‌ای شکل شده‌اند برابر با ۳/۲٪ و برای صافی‌هایی که با ۵۰ μg از آرسنیک، دندانه‌ای شکل شده‌اند برابر با ۳/۵٪ تعیین شده است.

یادآوری ۱- قابلیت تکرارپذیری روش جذب اتمی در سطح داده شده، به صورت سازگاری نزدیک بین نتایج متوالی که با استفاده از روش مشابه روی مواد یکسان و در شرایط یکسان آزمون (اپراتور یکسان، تجهیزات یکسان، مجموعه واکنشگرهای یکسان، آزمایشگاه یکسان) به دست آمده، مطابق با بند ۶-۲-۸ مندرج در استاندارد ISO 6955، تعیین می‌شود.

۹-۲-۵ راندمان نمونه‌برداری در یک روش مشابه، برای ذرات معلق آرسنیک که در آزمایشگاه تولید شده‌اند برابر با ۱/۰۰ و برای بخار آرسنیک تری اکسید (به مرجع [۳] در پیوست مراجعه شود) برابر با ۰/۹۸ است. بررسی‌های میدانی نشان می‌دهند که روش اجرایی نمونه‌برداری شرح داده شده در این استاندارد، کارایی معادل دارد.

۹-۳ حد تشخیص و محدوده کاری

حدود تشخیص لازم برای اندازه‌گیری آرسنیک، به سیستم تولید هیدرید (به بند ۶-۲-۸ مراجعه شود) و طیف‌سنج جذب اتمی مورد استفاده (به بند ۶-۲-۷ مراجعه شود) و خط تجزیه‌ای که در آن، اندازه‌گیری‌های جذب انجام می‌گیرند (به بند ۸-۴-۱ مراجعه شود) بستگی دارد. با این حال حدود تشخیص کمی و کیفی دستگاهی برای آرسنیک، به صورت سه برابر و ده برابر انحراف معیار مربوط به اندازه‌گیری‌های جذبی انجام گرفته در بند ۸-۶ می‌باشد که به طور تقریبی 0.3 ng/ml و 1 ng/ml در خط جذبی 197.2 nm برای آرسنیک تخمین زده شده است. این مقدار برای یک نمونه‌ی هوا به حجم 1 l و 5 ml از محلول نمونه‌ی باقیمانده (به بند ۸-۲-۴ مراجعه شود)، متناظر با غلظت‌های $0.15 \text{ } \mu\text{g/m}^3$ و $0.5 \text{ } \mu\text{g/m}^3$ از آرسنیک در هوا است.

۹-۳-۲ برای اندازه‌گیری‌های جذبی انجام گرفته در خط جذبی آرسنیک معادل 197.2 nm ، در محلول‌های نمونه‌ای که با استفاده از 5 ml تا 0.1 ml از محلول آزمون باقیمانده (به بند ۸-۲-۴ مراجعه شود)، تهیه شده‌اند، محدوده‌ی کاری روش به طور تقریبی برابر با 100 ng تا $25 \text{ } \mu\text{g}$ از آرسنیک در نمونه است.

۱۰ موارد خاص

۱۰-۱ آرسنیدهای فلزی معین (به عنوان مثال، آرسنیدهای فلز قلیایی، آلومینیم، کلسیم و روی)، در حضور آب یا در محلول اسیدی، در مرحله یا قبل از مرحله‌ی خاکستر مرطوب، تا آزاد شدن گاز آرسین، تجزیه می‌شوند (به بند ۸-۲-۲ مراجعه شود). بنابراین برای ذراتی که حاوی چنین ترکیباتی باشند تخمین دقیق آرسنیک با این روش وجود ندارد.

۱۰-۲ اگر تردیدی در مورد مناسب بودن روش اجرایی خاکستر مرطوب (به بند ۸-۲-۲ مراجعه شود) جهت انحلال ترکیبات آرسنیک معلق که ممکن است در محیط آزمون حضور داشته باشند، وجود نداشته باشد، در این صورت، مؤثر بودن این روش را با آنالیز توده‌ی نمونه که محتوی مقدار مشخصی از آرسنیک به عنوان نماینده مواد در محیط آزمون است، تعیین کنید. اگر راندمان بازیابی، کمتر از 95% باشد در این صورت، از یک روش جایگزین، با انحلال شدیدتر که در این استاندارد ذکر نشده است، استفاده نمایید. برای جبران روش انحلال به ظاهر غیر مؤثر، از ضریب تصحیح استفاده نکنید چون این عمل ممکن است موجب بروز نتایج نادرست گردد.

یادآوری - در طراحی آزمونی برای تعیین مؤثر بودن روش اجرایی خاکستر مرطوب، توزیع اندازه ذرات در یک توده‌ی نمونه، می‌تواند تأثیر مهمی در بازدهی انحلال آن داشته باشد. همچنین، مقادیر میکروگرم از مواد نسبتاً نامحلول، نسبت به مقادیر توده‌ای، از حلالیت بالاتری برخوردار هستند.

۱۰-۳ تعدادی از فلزات واسطه، عمدتاً فلزات متعلق به گروه‌های VIII و IB، باعث افت پیام در تعیین آرسنیک با استفاده از طیف‌سنجی جذب اتمی تولید هیدرید می‌گردند. این مزاحمت، توأم با احیاء یون‌های فلزی به فلز آزاد است. رسوب فلزی ریز که به صورت پراکنده تشکیل شده است هیدرید تشکیل شده در یک واکنش ثانویه را گرفتار^۱ نموده و تجزیه می‌کند. جائیکه نتایج ضعیفی از آنالیز محلول‌های ثانویه به دست آید، در این

1- Captures

صورت انحلال مجدد فلز ممکن است به کندی صورت گرفته باشد. اگر تعداد زیادی از عناصر مزاحم وجود داشته باشد، برای بررسی عدم افت پیام توصیه می‌شود، محلول‌های کالیبراسیون را در بین محلول‌های نمونه آنالیز کنید.

نشان داده شده است که این نوع از مزاحمت با به کار گیری غلظت بالایی از محلول هیدروکلریک اسید و غلظت پایین محلول سدیم تتراهیدروبورات کاهش می‌یابد. اکثر مزاحمت‌های شدید به وسیله فلزات نیکل، مس و کبالت ایجاد می‌شود اما با استفاده از غلظت‌های واکنشگر مورد استفاده در این روش، افت پیام ایجاد شده به وسیله $10 \mu\text{g/ml}$ از این سه فلز، برای محلول حاوی 10 ng/ml از آرسنیک، کمتر از 10% می‌باشد.

سیستم‌های تولید هیدرید با آنالیز تزریق جریان (به بند ۶-۲-۸-۲ مراجعه شود)، در مقایسه با سیستم‌های تولید هیدرید با جریان پیوسته (به بند ۶-۲-۸-۱ مراجعه شود)، از تأثیرپذیری کمتری نسبت به مزاحمت‌های فلزی برخوردار می‌باشند.

۴-۱۰ با اصلاح روش ذکر شده در این استاندارد، اندازه‌گیری عناصر دیگری همچون آنتیموان، سلیسیم و تلوریوم که تشکیل دهنده‌ی هیدریدهای فرار می‌باشند، می‌تواند امکان‌پذیر باشد. اما لازم است که این عناصر در حالت اکسیداسیون مناسب خود برای مثال Sb(III) , Se(IV) , Te(IV) باشند. در زمان تهیه محلول‌های نمونه‌ی مربوط به این عناصر ممکن است ماده پتاسیم یدید جهت احیاء این عناصر و رساندن آن‌ها به حالت مناسب لازم باشد (به بند ۸-۲-۴ مراجعه شود). کاربران این استاندارد باید بدانند که این روش را چگونه اصلاح نموده تا عنصر مطلوب، به واسطه تبخیر در روش خاکستر مرطوب (به بند ۸-۲-۲ مراجعه شود) از بین نرفته و مزاحمت‌های یاد شده ایجاد مشکل نکند.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

الف- تمامی جزئیات لازم برای شناسایی کامل نمونه‌ی هوا شامل تاریخ نمونه‌برداری، مکان نمونه‌برداری، نوع نمونه (از افراد یا مکان‌های ثابت)، یا مشخصات فردی که از منطقه‌ی تنفسی او نمونه‌برداری (برای نمونه‌برداری از افراد) انجام می‌گیرد یا منطقه‌ای در محیط شغلی که در آن نمونه‌برداری (برای نمونه‌برداری از مکان ثابت) انجام می‌گیرد؛

ب- ذکر شماره استاندارد ملی و روش طیف‌سنجی جذب اتمی استفاده شده (سیستم تولید هیدرید با جریان پیوسته یا سیستم تولید هیدرید با آنالیز تزریق جریان)؛

پ- نوع و قطر صافی غشایی از نوع استر سلولزی و صفحات کاغذی پشتیبان استفاده شده؛

ت- نوع نمونه‌بردار استفاده شده؛

ث- نوع پمپ نمونه‌برداری استفاده شده و مشخصات آن؛

ج- نوع دبی سنج استفاده شده، استاندارد اولیه‌ای که مطابق با آن کالیبره شده است، محدوده‌ی دبی جریان که دبی سنج کالیبره می‌گردد و در صورت لزوم، دما و فشار محیطی که در آن کالیبره می‌شود (به بند ۱-۷-۳-۲ مراجعه شود)؛

چ- زمان شروع و پایان دوره نمونه‌برداری و طول دوره نمونه‌برداری بر حسب دقیقه؛

ح- دبی در شروع و پایان دوره نمونه‌برداری و دبی متوسط بر حسب لیتر بر دقیقه؛

خ- در صورت لزوم، دما و فشار متوسط محیطی در طول دوره نمونه‌برداری (به بند ۱-۷-۳-۱ مراجعه شود)؛

د- حجم هوای نمونه‌برداری شده در شرایط محیط بر حسب لیتر؛

ذ- نام فرد جمع‌آوری کننده‌ی نمونه؛

ر- در صورت لزوم، غلظت جرمی آرسنیک در نمونه‌ی هوا در شرایط محیط، بر حسب میلی‌گرم بر مترمکعب (به

بند ۱-۷-۳-۱ مراجعه شود) که مطابق با دستورالعمل‌ها و استانداردهای ملی نسبت به شرایط مرجع (20°C یا

25°C) تنظیم شده است؛

ز- متغیرهای تجزیه‌ای استفاده شده در بند ۹-۱ برای محاسبه غلظت جرمی آرسنیک در نمونه‌ی هوا که شامل

غلظت آرسنیک در محلول نمونه و محلول آزمون شاهد، حجم محلول نمونه و محلول آزمون شاهد و ضریب رقت

می‌باشد؛

ژ- تمامی مزاحمت‌هایی که وجود دارند؛

س- حد تشخیص تخمینی تحت شرایط تجزیه‌ای کاری (به بند ۸-۶-۳ مراجعه شود)؛

ش- هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ذکر نشده یا به صورت اختیاری در نظر گرفته شده است؛

ص- نام آنالیز کننده؛

ض- تاریخ آنالیز

پیوست

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- [1] WORLD HEALTH ORGANIZATION/INTERNATIONAL AGENCY FOR RESEARCH ON CANCER. /ARC Mono-graphs on the Evaluation of the Carcenogenic Risk of Chemicals to Humans, Volume 23 - Some Metals and Metallic Compounds, IARC, Lyon, France (1980).
- [2] U.S. NATIONAL INSTITUTE FOR OCCUPATIONAL SAFETY AND HEALTH. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th Edition: Method 7901 - Arsenic trioxide (as As). U.S. Department of Health and Human Services, (NIOSH) Publication 94-1 13 (I 994).
- [3] COSTELLO, R.J., ELLER, P.M., and DELON HULL, R., Measurement of multiple inorganic arsenic species, Am. Ind. Hyg. Assoc. J. 44 (I 1, pp. 21-28) I 9831.
- [4] DEMANGE, M., VIEN, I., HECHT, G., and HERY, M., Mise au point d'une m&hode de pr&vement du trioxyde de diarsenic, Cahiers de notes documentaires no 146, 1st trimestre. Institut national de recherche et de skuritk, Vandceuvre-I&s-Nancy, France (I 992).
- [5] FOSTER, R.D., and HOWE, A.M., A revised procedure for the determination of arsenic and inorganic compounds of arsenic in air (excluding arsine) using hydride generation and atomic absorption spectometry. IR/L/IS/93/05, HSE, Sheffield, United Kingdom (I 993).
- [6] EN 1540: Workplace atmospheres - Terminology.