



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۴۹۴

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

17494

1st. Edition

2014

هوای محیط کار - اندازه گیری بخار جیوه -
روش استفاده از مجموعه ملغمه‌ی طلا و
آنالیز با طیف‌سنج جذب اتمی و طیف‌سنج
فلورسانس اتمی

**Workplace air-Determination of mercury
vapour-Method using gold amalgam
collection and analysis by atomic
absorption spectrometry or atomic
fluorescence spectrometry**

ICS:13.040.30

بنام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران، به موجب قانون تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود. سعی می‌شود استانداردهای ملی در جهت مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی مرتبط باشد. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقمند 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 می‌شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد 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 کمیسیون کدکس غذایی (CODEX)^۴ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و / یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری 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 واسنج‌های (کالیبره‌کنندگان) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد، این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا نموده و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی (کالیبراسیون) 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 for Legal Metrology
- 4- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

" هوای محیط کار - اندازه‌گیری بخار جیوه - روش استفاده از مجموعه ملغمه‌ی طلا و آنالیز با طیف‌سنج جذب اتمی و طیف‌سنج فلورسانس اتمی "

رئیس:

عبداله میرزایی، رسول
(دکتری شیمی فیزیک)

سمت و/یا نمایندگی

عضو هیئت‌علمی دانشگاه شهید رجایی

دبیر:

تیزیر، عدالت
(کارشناس ارشد شیمی کاربردی)

رئیس گروه مطالعات تفصیلی سازمان انرژی‌های نو ایران

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

عظمیان، مریم
(کارشناس ارشد شیمی)

پژوهشگر دانشکده شیمی دانشگاه شهید رجایی

بشارتی، جعفر
(کارشناس ارشد مهندسی صنایع - ایمنی صنعتی)

کارشناس ایمنی صنعتی سازمان توان

پورعابدین، گلناز
(دکتری مکانیک)

کارشناس فنی سازمان محیط‌زیست

حسین‌زاده، علی
(کارشناس ارشد شیمی)

کارشناس فنی سازمان انرژی‌های نو ایران

دشتی، بهروز
(کارشناس ارشد مهندسی محیط‌زیست)

رئیس گروه مطالعات زیست توده سازمان انرژی‌های نو ایران

شعبانی کیا، اکبر
(کارشناسی ارشد شیمی)

پژوهشگر دانشگاه صنعتی امیرکبیر

طلعتی، بابک
(کارشناس مکانیک)

کارشناس فنی شرکت کنترل کیفیت هوا

کارشناس پژوهشگاه استاندارد	فرجی، رحیم (کارشناس ارشد شیمی تجزیه)
پژوهشگر دانشکده شیمی دانشگاه شهید رجایی	فرشادی، نسرین (کارشناس ارشد شیمی)
کارشناس ایمنی صنعتی سازمان توان	فیروز بخش، مهرا (کارشناس ارشد ایمنی و بهداشت)
رئیس آزمایشگاه سازمان توان	قاسمی، زهرا (کارشناس ارشد شیمی فیزیک)
مدیرعامل شرکت بین‌المللی پترو پلاستیک سهند	مجرد، علیرضا (دکتری شیمی پلیمر)
پژوهشگر دانشکده شیمی دانشگاه شهید رجایی	محمدخانی، نرگس (کارشناس ارشد شیمی)
پژوهشگر دانشکده شیمی دانشگاه شهید رجایی	معینی، بهنام (کارشناس ارشد شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ح	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۷	۴ اصول کلی
۸	۵ واکنش‌ها
۸	۶ الزامات
۸	۷ واکنشگرها
۸	۸ دستگاه‌ها
۸	۸-۱ تجهیزات نمونه‌برداری
۱۱	۸-۲ دستگاه‌های تجزیه‌ای
۱۱	۹ ارزیابی میزان مواجهه افراد در محیط شغلی
۱۱	۹-۱ کلیات
۱۲	۹-۲ نمونه‌برداری پایا (از فضای محیط کار)
۱۲	۹-۳ نمونه‌برداری از افراد
۱۲	۹-۴ انتخاب شرایط و الگوی اندازه‌گیری
۱۴	۱۰ نمونه‌برداری
۱۴	۱۰-۱ ملاحظات مقدماتی
۱۶	۱۰-۲ آمادگی برای نمونه‌برداری
۱۷	۱۰-۳ محل نمونه‌برداری
۱۷	۱۰-۴ جمع‌آوری نمونه‌ها
۱۸	۱۰-۵ انتقال نمونه‌ها
۱۸	۱۱ آنالیز
۱۹	۱۲ اعلام نتایج

۲۰	۱-۱۲ محاسبه حجم نمونه هوا
۲۰	۲-۱۲ محاسبه غلظت جیوه نقل و انتقال یافته با هوا
۲۰	۱۳ عملکرد روش
۲۰	۱-۱۳ تشخیص و حدود اندازه گیری کمیت
۲۱	۲-۱۳ حد بالایی محدوده تجزیه‌ای
۲۱	۳-۱۳ مقادیر زمینه جیوه
۲۱	۴-۱۳ انحراف و دقت
۲۱	۵-۱۳ عوامل موثر در عملکرد نمونه‌بردار
۲۲	۶-۱۳ بازدهی جمع‌آوری، حجم نفوذ و ظرفیت نمونه‌برداری لوله‌های جاذب
۲۲	۷-۱۳ پایداری نگه‌داری
۲۲	۸-۱۳ تداخل‌ها
۲۳	۱۴ گزارش آزمون
۲۵	پیوست الف (الزامی) تصحیح فشار و دما
۲۷	پیوست ب (الزامی) اشکال
۳۱	پیوست پ (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد " هوای محیط کار- اندازه‌گیری بخار جیوه- روش استفاده از مجموعه ملغمه‌ی طلا و آنالیز با طیف سنج جذب اتمی و طیف‌سنج فلورسانس اتمی " که پیش‌نویس آن توسط کمیسیون‌های مربوط در سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در بیستمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط‌زیست مورخ ۹۲/۱۲/۶ 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 20552: 2007, Workplace air-Determination of mercury vapour-Method using gold amalgam collection and analysis by atomic absorption spectrometry or atomic fluorescence spectrometry

هوای محیط کار - اندازه‌گیری بخار جیوه - روش استفاده از مجموعه ملغمه‌ی طلا و آنالیز با طیف‌سنج جذب اتمی و طیف‌سنج فلورسانس اتمی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش آزمون جهت اندازه‌گیری غلظت بخار جیوه در هوای محیط کار با به کارگیری روش مجموعه ملغمه‌ی طلا و آنالیز با طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد^۱ یا طیف‌سنج فلورسانس اتمی بخار سرد^۲، می‌باشد. این روش انجام آزمون، تعداد روش‌های نمونه‌برداری برای مصارف مختلف را مشخص می‌کند.

الف- وقتی معلوم شود که ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز، در محیط کار مورد استفاده قرار نگرفته و در فرایندهای انجام شده تولید نمی‌گردند، در این صورت نمونه‌های بخار جیوه با استفاده از لوله‌های پمپ جاذب حاوی خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلای متخلخل جمع‌آوری می‌گردند. لوله‌های جاذبی که برای این منظور مناسب باشند به صورت تجاری موجود بوده یا از جاذب‌هایی که از تجزیه گرمایی اسید کلوریک زینتر شده روی خاک دیاتومه { هیدروژن تترا کلورات (III) }^۳ تهیه شده‌اند، ساخته می‌شوند.

ب- وقتی که هم بخار جیوه و هم ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز در فضای آزمون وجود داشته باشند، نمونه‌های بخار جیوه، با استفاده از لوله‌های پمپ جاذب مجهز به صافی‌های پیش‌تصفیه کننده کوارتزی که جهت حذف ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز استفاده می‌شوند، جمع‌آوری می‌گردد. در صورت لزوم و به منظور اندازه‌گیری ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز، روش انجام آزمون تصریح شده در استاندارد ISO 17733 می‌تواند برای جمع‌آوری و آنالیز نمونه‌های مجزا به کار گرفته شود.

پ- وقتی معلوم شود که جیوه فلزی در محیط کار، مورد استفاده قرار نگرفته و همچنین بخار جیوه در فرایندهای انجام شده تولید نمی‌گردد، در این صورت به منظور اندازه‌گیری ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز، روش انجام آزمون تصریح شده در استاندارد ISO 17733 می‌تواند برای جمع‌آوری و آنالیز نمونه‌ها به کار گرفته شود.

این روش از حساسیت بالایی برخوردار بوده و برای نمونه‌برداری پایا^۴ یا اندازه‌گیری قرار گرفتن کوتاه مدت افراد در مواجهه با بخار جیوه‌ی موجود در هوای محیط کار، کاملاً مناسب می‌باشد. محدوده پایین دامنه کارکرد روش به وسیله محدوده پایین دامنه تجزیه‌ای دستگاه‌های طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد یا طیف‌سنج فلورسانس

1- Cold vapour atomic absorption spectrometry
2- Cold vapour atomic fluorescence spectrometry
3- Hydrogen tetrachloroaurate (III)
4- Static sampling

اتمی بخار سرد که تقریباً 0.01 ng جیوه برای یک لوله‌ی جاذب که حاوی 80 mg جاذب می‌باشد، کنترل می‌گردد (به بند ۱۳-۱ مراجعه شود). محدوده بالای دامنه کارکرد روش به وسیله محدوده بالای دامنه تجزیه‌ای دستگاه‌های طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد یا طیف‌سنج فلورسانس اتمی بخار سرد که برای مثال حدود $1 \mu\text{g}$ جیوه می‌باشد، کنترل می‌گردد (به بند ۱۳-۲ مراجعه شود). ظرفیت نمونه‌برداری یک لوله جاذب تجاری، بالاتر از $2 \mu\text{g}$ می‌باشد. جایی که روش انجام آزمون، قابل اجرا باشد محدوده‌ی غلظت جیوه در هوا تا اندازه‌ای به وسیله روش نمونه‌برداری انتخاب شده توسط یک کاربر تعیین می‌گردد.

این روش برای اندازه‌گیری‌های کوتاه مدت (برای مثال 15 min)، زمانی که نمونه‌برداری در دبی بین 100 ml min^{-1} و 1000 ml min^{-1} با استفاده از لوله جاذب تجاری انجام می‌گیرد، مناسب می‌باشد. به منظور ارزیابی قرار گرفتن طولانی مدت در مواجهه با بخار جیوه، برای مثال 8 h ، این روش با نمونه‌برداری در دبی 100 ml min^{-1} در محیط کار جایی که انتظار می‌رود غلظت بخار جیوه کمتر از $20 \mu\text{g m}^{-3}$ باشد، استفاده می‌گردد. اگر غلظت بخار جیوه مورد انتظار بیشتر از $20 \mu\text{g m}^{-3}$ باشد، لازم است تا از روش شرح داده شده در استاندارد ISO17733 استفاده گردد.

این روش برای اندازه‌گیری بخار جیوه در هوا جایی که گاز کلر در فضای محیط کار برای مثال در کارهای کلرو-آلکالی (به بند ۱۳-۸-۱ مراجعه شود) وجود دارد، مناسب نمی‌باشد. ترکیبات آلی جیوه که به صورت گاز می‌باشند، می‌توانند موجب تداخل مستقیم گردند (به بند ۱۳-۸-۲ مراجعه شود).

۲ مراجع الزامی

مدرک 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. 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:

ISO17733, Workplace air - Determination of mercury and inorganic mercury compounds- Method by cold-vapour atomic absorption spectrometry or atomic fluorescence spectrometry

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر کاربرد دارند.

۱-۳

تعاریف کلی

۱-۱-۳

عامل شیمیایی^۱

به ترکیب یا عنصر شیمیایی، به صورت منفرد یا ترکیب شده وقتی که در حالت طبیعی قرار دارد یا وقتی با هر گونه فعالیت عملی تولید شود، چه به طور عمدی تولید شده باشد و یا در بازار موجود باشد، گفته می‌شود. استاندارد [EN1540: 1998] به عنوان مرجع این بند از استاندارد می‌باشد.

۲-۱-۳

منطقه تنفس از دید کلی^۲

در یک تعریف کلی به فضای اطراف صورت کارگران از جایی که تنفس می‌کنند گفته می‌شود.

۳-۱-۳

منطقه تنفس از دید فنی

در یک تعریف فنی، به نیم‌کره موجود در جلوی صورت افراد (به طور معمول، شعاع ۰٫۳ m در نظر می‌شود) قرار گرفته در نقطه میانی خط ارتباط دهنده دو گوش گفته می‌شود. مبنای این نیمکره، صفحه‌ای است که از این خط، بالای سر و حلقوم می‌گذرد.

یادآوری ۱- تعریف برای مواقعی که تجهیزات حفاظت تنفسی استفاده گردد، کاربرد ندارد.

یادآوری ۲- مطابق با استاندارد EN 1540 می‌باشد.

۴-۱-۳

مواجهه افراد (به وسیله تنفس)^۳

به موقعیتی که عوامل شیمیایی در هوا وجود داشته و توسط افراد استنشاق می‌گردد، گفته می‌شود.

۵-۱-۳

روش اندازه‌گیری^۴

به روش نمونه‌برداری و آنالیز یک یا چند عامل شیمیایی در هوا، ذخیره و جابجایی نمونه گفته می‌شود.

-
- 1- Chemical agent
 - 2- Breathing zone
 - 3- Exposure (by inhalation)
 - 4- Measuring procedure

۶-۱-۳

زمان عملکرد^۱

به بازه زمانی که در طی آن، یک پمپ نمونه بردار در دبی و فشار متقابل مشخص، بدون شارژ مجدد یا جایگزین کردن باتری پمپ کار کند، گفته می‌شود.
استاندارد [EN 1232:1997] به عنوان مرجع این بند از استاندارد می‌باشد.

۷-۱-۳

حد مجاز^۲

به مقدار مرجع مربوط به غلظت یک عامل شیمیایی در هوا گفته می‌شود.

یادآوری- یک مثال در این خصوص، حد مجاز آستانه^۳ برای مواد داده شده در هوای محیط کار که به وسیله ACGIH^۴ پایه‌گذاری شده است، می‌باشد (حد مجاز آستانه، مثالی از یک نمونه مناسب می‌باشد که از نظر تجاری در دسترس می‌باشد. این اطلاعات، جهت راحتی کاربران این استاندارد داده شده و تأییدیه‌ای از سازمان ISO برای این نمونه داده نشده است).

۸-۱-۳

دوره مرجع^۵

به بازه زمانی مشخص که برای حد مجاز یک عامل شیمیایی مشخص بیان می‌گردد، گفته می‌شود.

یادآوری- دوره‌های کوتاه مدت و محدوده‌های مواجهه بلندمدت همانند دوره‌هایی که توسط ACGIH پایه‌گذاری شده‌اند، مثال‌هایی از حدود مجاز برای انواع دوره‌های تناوبی مرجع می‌باشد.

۹-۱-۳

محیط کار

به فضای محیط کار یا فضاهای تعریف شده‌ای که در آن فعالیت‌های کاری انجام می‌شود گفته می‌شود.
استاندارد [EN 1540:1998] به عنوان مرجع این بند از استاندارد می‌باشد.

-
- 1- Operating time
 - 2- Limit value
 - 3- Threshold limit value
 - 4- American conference of government industrial hygienists
 - 5- Reference period

۲-۳

تعاریف نمونه برداری^۱

۱-۲-۳

نمونه بردارهای فردی^۲

دستگاه متصل به یک فرد می باشد که هوا را در منطقه تنفسی نمونه برداری می کند. استاندارد [EN 1540:1998] به عنوان مرجع این بند از استاندارد می باشد.

۲-۲-۳

نمونه برداری از افراد^۳

به فرایند نمونه برداری که با استفاده از نمونه بردارهای فردی انجام می گیرد گفته می شود. استاندارد [EN 1540:1998] به عنوان مرجع برای این بند از استاندارد می باشد.

۳-۲-۳

ابزارهای نمونه برداری^۴

نمونه بردار

به دستگاه جمع آوری کننده ذرات معلق یا مواد گازی (بخار) یا هر دو گفته می شود.

۴-۲-۳

لوله پمپ جاذب^۵

به لوله ساخته شده از فلز یا شیشه، حاوی جاذب فعال یا نگه دارنده ای که واکنشگر در آن پخش شده و از فضایی که قرار است بخارات آن اندازه گیری شود با یک سرعت کنترل شده توسط پمپ نمونه برداری هوا عبور داده شود، گفته می شود.

استاندارد [EN 1076:1997] به عنوان مرجع این بند از استاندارد می باشد.

۵-۲-۳

نمونه بردار پایا^۶

-
- 1- Sampling definitions
 - 2- Personal sampler
 - 3- Personal sampling
 - 4- Sampling instrument
 - 5- Sorbent tube- pumped
 - 6- Static sampler

نمونه بردار فضای محیط کار^۱

به دستگاهی که به فرد متصل نبوده و از یک نقطه خاصی از هوا نمونه برداری می کند، گفته می شود.

۶-۲-۳

نمونه برداری پایا^۲

نمونه برداری از فضای محیط کار^۳

به فرایند نمونه برداری هوا که با استفاده از نمونه بردار پایا (فضای محیط کار) انجام می گیرد، گفته می شود.

۳-۳

اصطلاحات آماری

۱-۳-۳

باز یافت تجزیه ای^۴

به نسبت جرم آنالیت اندازه گیری شده زمانی که نمونه آنالیز می شود به مقدار معلومی از آنالیت در آن نمونه گویند که به صورت درصد بیان می شود.

۲-۳-۳

انحراف^۵

به انحراف دائمی نتایج حاصل از فرایند اندازه گیری نسبت به مقادیر واقعی کیفیت هوا گفته می شود.

۳-۳-۳

دقت^۶

به نزدیکی نتایج به دست آمده با تکرار روش، تحت شرایط تعریف شده، گفته می شود.

۴-۳-۳

مقدار واقعی^۷

به مقداری که ویژگی کمی یا کیفی را مشخص می کند، گفته می شود که مقدار آن دقیقاً برابر با مقدار این ویژگی در شرایط قرار گرفته شده، می باشد.

-
- 1- Area sampler
 - 2- Static sampling
 - 3- Area sampling
 - 4- Analytical recovery
 - 5- Bias
 - 6- Precision
 - 7- True value

یادآوری - مقدار واقعی یک ویژگی کمی و کیفی، یک مفهوم نظری بوده و در حالت کلی، به طور دقیق معلوم نمی‌گردد.
بند ۳-۲-۵ استاندارد [ISO 3534-2:2006] به عنوان مرجع این بند از استاندارد می‌باشد.

۵-۳-۳

عدم قطعیت (مربوط به اندازه‌گیری‌ها)^۱

به پارامتری که با نتایج یک اندازه‌گیری همراه بوده و میزان پراکندگی مقادیر مربوط به یک اندازه‌گیری را مشخص می‌کند، گفته می‌شود.

یادآوری ۱- برای مثال، این پارامتر می‌تواند انحراف استاندارد (یا ضریبی از آن) یا پهنای فاصله اطمینان باشد.

یادآوری ۲- در حالت کلی عدم قطعیت مربوط به اندازه‌گیری‌ها شامل چندین مؤلفه می‌باشد. تعدادی از این مؤلفه‌ها، ممکن است از توزیع آماری نتایج یک سری از اندازه‌گیری‌ها، مورد ارزیابی قرار گرفته و به وسیله انحراف‌های استاندارد مشخص گردد. سایر مؤلفه‌ها که با انحراف‌های استاندارد مشخص می‌شوند، از توابع توزیع احتمالی مفروضی که بر اساس داده‌های تجربی یا اطلاعات دیگر می‌باشند، ارزیابی می‌گردند. راهنمای اصطلاح عدم قطعیت در اندازه‌گیری، این موارد مختلف را به ترتیب به صورت ارزیابی‌های عدم قطعیت نوع A و نوع B نشان می‌دهد.

یادآوری ۳- مطابق با لغات بین‌المللی اصطلاحات کلی و پایه‌ای در علم اندازه‌گیری اوزان و مقیاس‌ها^۲ می‌باشد.

۴ اصول کلی

بخار جیوه با مکیده شدن حجم مشخصی از هوا به وسیله لوله جاذب حاوی خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلای متخلخل و با کمک پمپ جمع‌آوری می‌گردد. قبل از لوله جاذب، صافی با الیاف کوارتزی جهت تله اندازی ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز در زمان حضور احتمالی این ترکیبات در فضای آزمون، قرار داده می‌شود. در صورت لزوم، از روش تصریح شده در استاندارد ISO 17733 برای جمع‌آوری و آنالیز نمونه‌های مجزای ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز استفاده می‌گردد.

لوله‌ی نمونه به آزمایشگاه منتقل شده و در آنالیزکننده جیوه که شامل یک واحد همزاد^۳ ملغمه‌ی طلا یا واحد محفظه نمونه^۴ و یک واحد آنالیز کننده طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد یا طیف‌سنج فلورسانس اتمی بخار سرد می‌باشد، قرار داده می‌شود. واحد محفظه نمونه شامل دو هیتر (جدا شده به وسیله یک گاز شور) و یک عدد صافی زغال چوب می‌باشد. لوله‌ای که برای نمونه‌برداری بخار جیوه مورد استفاده قرار می‌گیرد در اولین واحد گرم کننده، قرار داده شده و دما تا 300°C بالا می‌رود. در این دما، تمامی ترکیبات آلی فراری که همراه با بخار جیوه جمع‌آوری شده‌اند، آزاد شده ولی جیوه در لوله‌ی نمونه باقی می‌ماند. ترکیبات آلی فرار آزاد شده پیش از

1- Uncertainty (of measurements)

2- International vocabulary of basic and general terms in metrology

3- Double

4- Sample applicator

این که به وسیله صافی زغال چوب خارج گردند، از لوله‌ی جاذب طلای دوم که قبلاً در واحد گرم‌کننده‌ی دیگر تا 150°C گرم شده‌اند عبور داده می‌شوند. سپس لوله‌ی نمونه تا دمای تبخیر جیوه (حدود 700°C) حرارت داده شده و بخارات جیوه آزاد شده، روی لوله‌ی جاذب طلای دوم (ملغمه‌ی طلا در دمای 200°C تشکیل می‌گردد) به تله می‌افتند. در نهایت لوله دوم تا 700°C گرم شده و بخار جیوه به واحد آنالیز کننده طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد یا طیف‌سنج فلورسانس اتمی بخار سرد وارد می‌شود. ویژگی مهم روش همزاد ملغمه‌ی طلا این است که پیک جیوه به دلیل دارا بودن شرایط آنالیز قابل تجدید و استفاده مکرر از تله طلای مشابه به صورت تیز و پایدار می‌باشد. لوله‌های نمونه را می‌توان تا ۳۰۰۰ بار در صورتی که به دلیل مواجهه با کلر یا آمونیاک صدمه ندیده باشند، مورد استفاده قرار داد.

این نتایج ممکن است برای ارزیابی محیط‌های کاری که در مواجهه‌ی بخار جیوه قرار دارند، مورد استفاده قرار گیرد (به استاندارد EN 689 مراجعه شود).

۵ واکنش‌ها

جاذب طلا پوش متخلخل که در روش شرح داده شده در این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته شده است، یک میل ترکیبی برگشت‌پذیری با جیوه از خود نشان می‌دهد. جیوه به تله افتاده، تشکیل آلیاژی به نام ملغمه را داده و بخار جیوه به آسانی به وسیله حرارت جدا می‌گردد.

یادآوری - سایر "جاذب‌های جیوه پایه ملغمه‌ای" از قبیل پشم نقره و پشم طلا، شناخته شده هستند. لیکن پشم نقره مشکلات فراوانی داشته و به آسانی اکسید شده و ویژگی‌هایی همچون ظرفیت جذب پایین، بازدهی بازیابی و جمع‌آوری ضعیف را دارد. به طور مشابه در خصوص پشم طلا نیز جدا شدن جیوه از پشم طلا با عمل حرارت‌دهی، بازدهی پایینی داشته و پیک‌های تجزیه‌ای تیزی را نشان نمی‌دهد.

۶ الزامات

روش انجام آزمون اندازه‌گیری باید با هر استاندارد بین‌المللی، اروپایی یا ملی مرتبط که الزامات عملکرد را برای روش‌های اندازه‌گیری عوامل شیمیایی در هوای محیط کار مشخص می‌کنند، مطابقت داشته باشد.

۷ واکنشگرها

در طول آنالیز بخار جیوه با این روش، فقط جیوه‌ای با درجه خلوص تجزیه‌ای، جهت تهیه بخار جیوه استاندارد در راستای رسم منحنی کالیبراسیون لازم می‌باشد.

۱-۷ آرگن - برای استفاده در طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد مناسب می‌باشد.

۲-۷ جیوه - برای تهیه بخار جیوه استاندارد می‌باشد.

۸ دستگاه‌ها

۱-۸ تجهیزات نمونه برداری

۱-۱-۸ لوله‌های جاذب

شیشه‌ای حاوی بخش مجزایی از خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلای متخلخل، قرار گرفته در داخل لوله شیشه‌ای که با چوب‌پنبه لاستیکی بوتیلی بسته شده است، می‌باشد. ساختار چنین لوله جاذبی در شکل ب-۱ نشان داده شده است.

یادآوری - لوله جاذب مناسب جهت استفاده در این روش به صورت تجاری موجود می‌باشد. این لوله ۱۶۰ mm طول و ۶ mm قطر بیرونی و ۴ mm قطر درونی داشته و دارای ۸۰ mg جاذب طلای گرانولی و متخلخل که به وسیله درپوش‌های پشمی و کوارتزی کوچک نگه داشته می‌شوند، می‌باشد. لوله‌های جاذبی که با روش‌های مرسوم ساخته شده‌اند، اگر عملکرد معادلی با لوله‌های فوق‌الذکر داشته باشند، می‌توانند مورد استفاده قرار گیرند. این لوله‌های جاذب مرسوم، از جاذب‌های پوشیده شده با طلای متخلخل ساخته می‌شوند که در آن خاک دیاتومه با تخریب اولیه با کلریدریک اسید در دمای 80°C متخلخل می‌گردند.

۲-۱-۸ لوله جاذب و مجموعه‌های "پیش صافی"

این لوله شامل صافی با الیاف کوارتزی (به بند ۸-۱-۳ مراجعه شود) می‌باشد که در یک نمونه‌بردار مناسب، تعبیه شده (به بند ۸-۱-۱ مراجعه شود) و به وسیله لوله پلاستیکی بی‌اثر برای مثال لوله پلی تترا فلورو اتیلن یا پلی وینیل کلرید اصلاح شده با کمینه‌ی طول، به ورودی یک لوله جاذب متصل می‌گردد.

یادآوری - اگر غلظت ذرات معلق بالا بوده و خطر انسداد چوب‌پنبه‌های پشم کوارتزی که جاذب طلا پوش را در لوله نگه می‌دارند، وجود داشته باشد تنها در آن صورت لوله جاذب و مجموعه پیش صافی، مورد نیاز می‌باشد.

۳-۱-۸ صافی‌هایی با الیاف کوارتزی

این صافی‌ها، قطر مناسب داشته و برای نمونه‌بردارهای به کار رفته در ساخت مجموعه‌های پیش صافی (به بند ۸-۱-۲ مراجعه شود) که بازدهی جمع‌آوری بالاتر از ۹۹٫۵٪ برای ذراتی با قطر انتشار $0.3\ \mu\text{m}$ (به بند ۲-۲ استاندارد ISO 7708 مراجعه شود) را داشته باشند، به کار می‌رود.

یادآوری - نشان داده شده است که صافی‌های با الیاف کوارتزی بخار جیوه را از هوای جمع‌آوری شده جذب نمی‌کنند؛ بنابراین این صافی‌ها جهت استفاده به عنوان پیش‌صافی مناسب می‌باشند. گزارش شده است زمانی که از صافی‌های استر سلولزی مخلوط به عنوان پیش صافی استفاده گردد، کاهش قابل توجهی در بخار جیوه وجود خواهد داشت.

۴-۱-۸ پمپ‌های نمونه برداری

این پمپ‌ها مجهز به تنظیم کننده دبی بوده و توانایی حفظ دبی انتخابی (به بند ۱۰-۱-۳ مراجعه شود) در محدوده ۵٪ \pm از مقدار اسمی‌شان را در طول دوره نمونه‌برداری دارا باشند (به بند ۱۰-۱-۴ مراجعه شود).

یادآوری ۱ - برای نگه داشتن دبی در محدوده تعیین شده ممکن است نیاز به استفاده از یک پمپ پایدار شده جریان^۱ باشد.

برای نمونه‌برداری از افراد، پمپ‌ها باید این قابلیت را داشته باشند که به وسیله کارگران بدون اینکه خللی در کار عادی‌شان ایجاد گردد، به لباسشان نصب گردد. دبی‌سنج‌های پمپ نمونه‌برداری باید با استفاده از یک استاندارد اولیه یا ثانویه کالیبره گردند. اگر از استاندارد ثانویه استفاده شود، این استاندارد باید به وسیله استاندارد اولیه کالیبره گردد.

پمپ باید حداقل، دارای ویژگی‌های زیر باشد:

- دارای قابلیت کنترل خودکار باشد تا دبی حجمی را در مواردی که فشار برگشتی تغییر می‌کند، ثابت نگه دارد؛
- دارای شناساگری باشد که بد کار کردن پمپ را مشخص نماید. این شناساگر نشان می‌دهد که جریان هوا کاهش پیدا کرده یا در طول نمونه‌برداری قطع شده یا این که پمپ به دلیل کاهش دبی یا اختلال در جریان، به طور خودکار قطع شده است؛
- دارای امکاناتی جهت تنظیم دبی باشد به گونه‌ای که تنها با کمک ابزاری مثل پیچ گوشتی به کار افتاده یا نیاز به راه‌اندازی توسط علم خاصی مثل نرم‌افزار برای ممانعت از تنظیم مجدد دبی در طول استفاده باشد.

یک زمان‌سنج دقیق، به عنوان یک وسیله جانبی مناسب، مورد نیاز می‌باشد.

یادآوری ۲- استاندارد EN 1232، الزام می‌کند که عملکرد پمپ باید دارای شرایط زیر باشد:

- نوسان دبی نباید از ۱۰٪ تخطی کند؛
- تنظیم دبی در محدوده نرمال نباید با افزایش فشار برگشتی، بیشتر از ۵٪ \pm نسبت به مقادیر واقعی منحرف گردد؛
- در محدوده دمای محیط از ۵°C الی ۴۰°C، دبی اندازه‌گیری شده در شرایط عملیاتی، بیشتر از ۵٪ \pm مقدار دبی در دمای ۲۰°C، منحرف نمی‌گردد؛
- زمان کارکرد حد اقل ۲ h و ترجیحاً ۸ h می‌باشد؛
- در طول زمان کارکرد، دبی بیشتر از ۵٪ \pm نسبت به مقدار اولیه منحرف نمی‌گردد.

اگر پمپی که در نمونه‌برداری استفاده می‌گردد خارج از محدوده شرایط تعیین شده در استاندارد EN 1232 باشد، جهت اطمینان از رعایت الزامات عملکردی، اقدام مناسبی باید انجام شود. برای مثال در دماهای زیر صفر درجه سلسیوس، برای این که پمپ گرم نگه داشته شود، ممکن است لازم باشد تا پمپ در زیر لباس کارگران قرار داده شود.

۵-۱-۸ دبی سنج

وسیله‌ای قابل حمل و با دقت کافی می‌باشد که دبی حجمی (به بند ۱-۱۰-۳ مراجعه شود) را با دقت ۵٪ \pm اندازه‌گیری می‌کند.

کالیبرسیون دبی سنج باید نسبت به یک استاندارد اولیه مورد بررسی قرار گیرد، به عبارت دیگر دقت دبی سنج باید توسط استانداردهای ملی قابل ردیابی باشد (به بند ۱۰-۱-۲ مراجعه شود). در زمان مقتضی، دما و فشار هوا را جایی که کالیبرسیون دبی سنج بررسی می‌گردد، یادداشت کنید. توصیه می‌گردد که دبی سنج استفاده شده قابلیت اندازه‌گیری دبی حجمی با دقت $\pm 2\%$ یا دقت بالاتر را داشته باشد.

۶-۱-۸ تجهیزات جانبی

۱-۶-۱-۸ لوله‌ی انعطاف‌پذیر

لوله‌ای با قطر و طول مناسب جهت برقراری اتصالات مابین پمپ‌های نمونه‌برداری و لوله‌های جاذب یا نمونه بردارها بوده و مقاوم به نشستی است.

۲-۶-۱-۸ تسمه یا قلاب^۱

جایی که پمپ‌های نمونه‌برداری به راحتی جهت نمونه‌برداری از افراد نصب می‌گردد، گفته می‌شود (به استثنای جایی که پمپ‌های نمونه‌برداری به اندازه کافی کوچک بوده و در داخل جیب کارگران گذاشته می‌شوند).

۳-۶-۱-۸ انبرک

با نوک صاف جهت گذاشتن یا برداشتن صافی‌ها و کیسول‌های جاذب به / از داخل نمونه‌بردار می‌باشد.

۴-۶-۱-۸ جعبه‌های حمل و نقل صافی

به جعبه‌های حمل و نقل صافی یا مشابه آن گفته می‌شود که با استفاده از آن‌ها در مواقع لازم، نمونه‌ها جهت آنالیز به آزمایشگاه برده می‌شوند.

۵-۶-۱-۸ فشارسنج

فشارسنج مناسبی است که جهت اندازه‌گیری فشار هوا در مواقع لازم مورد استفاده قرار می‌گیرد (به بند ۱۰-۱-۲ مراجعه شود).

۶-۶-۱-۸ دماسنج

دماسنجی که در محدوده دمایی 0°C الی 50°C بوده و با مقیاس 1°C یا بهتر درجه‌بندی شده و جهت اندازه‌گیری دمای محیط در صورت نیاز به کار می‌رود (به بند ۱۰-۱-۲ مراجعه شود). برای استفاده دماسنج در دماهای زیر نقطه انجماد، محدوده دماسنج باید به یک محدوده مطلوب و مناسب افزایش یابد.

۲-۸ دستگاه‌های تجزیه‌ای

آنالیز کننده جیوه، شامل یک واحد همزاد ملغمه‌ی طلا (یا محفظه نگه‌دارنده نمونه)، دو هیتر، یک گازشور و یک صافی زغال چوب می‌باشد که به یک واحد آنالیز کننده که مجهز به طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد یا طیف-

1- Belts or harnesses

سنج فلورسانس اتمی بخار سرد است، متصل می‌گردد. دیاگرام کلی دستگاه به کار گیرنده سامانه همزاد ملغمه‌ی طلا که مجهز به طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد می‌باشد در شکل ب-۲ نشان داده شده است.

یادآوری - آنالیز کننده مناسب جیوه جهت استفاده در این روش، به صورت تجاری موجود می‌باشد.

۹ ارزیابی مواجهه افراد در حین کار

۱-۹ کلیات

این استاندارد، مربوط به نمونه‌برداری پایا (از فضای محیط کار) و از افراد می‌باشد. جهت راهنمایی در خصوص چگونگی توسعه راهبرد مناسب برای ارزیابی و اندازه‌گیری، به استانداردهای بین‌المللی، اروپایی یا ملی (برای مثال استانداردهای EN 689, ASTM E 1370-96 و...) مراجعه کنید.

۲-۹ نمونه‌برداری پایا (از فضای محیط کار)

نمونه‌برداری پایا (از فضای محیط کار) به صورت نمونه‌برداری از چند نقطه‌ی هوای محیط کار که به طور نظام-مند انتخاب شده‌اند با اهداف زیر انجام می‌گیرد:

الف- جهت ارزیابی غلظت بخار جیوه در محیط کاری

ب- جهت نشان دادن بازدهی تهویه هوا یا سایر کنترل‌های مهندسی

پ- جهت مشخص کردن یا فراهم نمودن اطلاعاتی در خصوص محل و شدت منبع نشر

ت- جهت برآورد میزان مواجهه‌ی کارگران در موقعیت‌هایی که نمونه‌برداری از افراد ممکن نباشد.

۳-۹ نمونه‌برداری از افراد

مواجهه‌ی کارگران نسبت به جیوه باید به صورت روزمره و با نمونه‌برداری از افراد به دلیل این که غلظت بخار جیوه در منطقه استنشاق از آلودگی زمینه در محیط کار متفاوت می‌باشد، مشخص گردد.

۴-۹ انتخاب شرایط و الگوی اندازه‌گیری

۱-۴-۹ کلیات

۱-۴-۹-۱ نمونه‌برداری از کارگران باید با روشی انجام گیرد که کمترین مزاحمت را برای کارگران در طول عملکرد عادی شغل‌شان ایجاد کرده و نمونه‌های گرفته شده معرف شرایط کاری متداول بوده و با روش تجزیه‌ای سازگار باشند.

۱۲-۴-۹ اندازه‌گیری و نمایش تصویری تغییرات غلظت نسبت به زمان یا مکان

اندازه‌گیری و نمایش تصویری تغییرات غلظت نسبت به زمان یا مکان ممکن است برای اطلاع از الگوی احتمالی غلظت عامل‌های شیمیایی در هوای محیط کار، انجام گیرد. این اندازه‌گیری‌ها می‌توانند جهت شناسایی مکان‌ها و دوره‌های زمانی مواجهه طولانی مدت و تنظیم زمان و تعداد نمونه‌برداری، انجام شده و با حدود مجاز جیوه

مقایسه گردند. منابع نشر می‌تواند در جای خاصی قرار داده شده و تأثیر تهویه هوا یا اقدامات فنی جهت کم کردن آلاینده‌گی هوای محیط کار برآورد گردد (به بند ۴-۳ استاندارد EN 482:1998 مراجعه شود).

۳-۴-۹ اندازه‌گیری و نمایش تصویری نرخ جریان و اندازه‌گیری‌های بدترین وضعیت

۱-۳-۴-۹ اندازه‌گیری و نمایش تصویری نرخ جریان و اندازه‌گیری‌های مربوط به بدترین وضعیت، جهت به دست آوردن اطلاعات نسبتاً خام در خصوص سطح مواجهه افراد و به منظور تصمیم‌گیری در خصوص اهمیت مربوط به مشکلات مواجهه دائمی افراد، ممکن است انجام گیرد. همچنین این اندازه‌گیری‌ها می‌توانند مشخص نمایند که مواجهه افراد، آیا بالاتر از حد مجاز است یا پایین تر از آن (به بند ۴-۲ استاندارد EN 482: 1994 مراجعه شود).

۲-۳-۴-۹ به طور معمول اندازه‌گیری و نمایش تصویری نرخ جریان، در مراحل اولیه‌ی بررسی میزان تأثیرگذاری اقدامات کنترلی انجام می‌گیرد. نمونه‌برداری ممکن است در طول ایجاد یک حادثه کاری نمایشی جهت به دست آوردن اطلاعاتی در خصوص سطح و شیوه مواجهه افراد یا اندازه‌گیری‌های مربوط به حادث شدن بدترین وضعیت آلاینده‌گی، انجام گیرد.

یادآوری - اندازه‌گیری و نمایش تصویری نرخ جریان موجب شناسایی صریح حوادث کاری می‌گردد که در طول آن حوادث، میزان مواجهه بالا می‌رود. این اندازه‌گیری‌ها به عنوان اندازه‌گیری‌های بدترین وضعیت معروف می‌باشند (به بند ۵-۲-۳-۲ از استاندارد EN 689: 1995 مراجعه شود).

۴-۴-۹ اندازه‌گیری‌های نزدیک منبع نشر

اندازه‌گیری‌ها ممکن است در حوالی منبع نشر جهت کسب اطلاعاتی در خصوص محل و شدت نشر صورت پذیرد. این اندازه‌گیری‌ها به همراه اطلاعات دیگر می‌توانند موجب حذف منابع مشکوک گردند که به عنوان منابع توزیع‌کننده مهم آلودگی در موضوع مواجهه افراد می‌باشند (به بند ۴-۴ از استاندارد EN 482:1994 مراجعه شود).

۵-۴-۹ اندازه‌گیری‌هایی برای مقایسه با حد مجاز و اندازه‌گیری‌های دوره‌ای

۱-۵-۴-۹ اندازه‌گیری‌هایی برای مقایسه با حد مجاز

۱-۱-۵-۴-۹ اندازه‌گیری‌هایی که در راستای مقایسه با حد مجاز انجام می‌شود، جهت تهیه و یا پیش‌بینی اطلاعات دقیق و موثق در خصوص نرخ جریان یک عامل شیمیایی مشخص که قابلیت استنشاق در هوا را دارند، می‌باشد (به بند ۴-۵ از استاندارد EN482:1994 مراجعه شود).

۲-۱-۵-۴-۹ برای انجام اندازه‌گیری‌هایی جهت مقایسه با میزان مواجهه طولانی مدت افراد، نمونه‌ها باید طی یک دوره کاری کامل یا در صورت امکان در طول تعدادی از حوادث کاری نمایشی ایجاد شده، جمع‌آوری گردند (برای اطلاع از داشتن حداقل زمان نمونه‌برداری به بند ۱۰-۱-۴-۱ مراجعه شود).

۹-۴-۵-۱-۳ برای انجام اندازه‌گیری‌هایی جهت مقایسه با میزان مواجهه کوتاه مدت افراد، زمان نمونه‌برداری باید بین ۵ min و ۳۰ min و ترجیحاً نزدیک به زمان مبنا که به طور معمول، ۱۵ min است، باشد (به بند ۱۰-۴-۱-۲ مراجعه شود).

یادآوری - بهترین برآورد از میزان مواجهه طولانی مدت، با گرفتن نمونه‌ها طی یک دوره کامل کاری به دست می‌آید. اگرچه این کار همیشه عملی نمی‌باشد.

۹-۴-۵-۲ اندازه‌گیری‌های دوره‌ای

اندازه‌گیری‌های دوره‌ای جهت تعیین این که آیا شرایط "مواجهه افراد" از زمان انجام اندازه‌گیری‌ها به منظور مقایسه با حد مجاز، تغییر کرده و یا آیا اقدامات کنترلی موثر واقع شده‌اند، صورت می‌پذیرد (به بند ۴-۶ از استاندارد EN 482:1994 مراجعه شود).

۱۰ نمونه‌برداری

۱-۱۰ ملاحظات مقدماتی

۱-۱-۱۰ انتخاب روش نمونه‌برداری

۱-۱-۱-۱۰ اندازه‌گیری بخار جیوه

برای اندازه‌گیری بخار جیوه یا برای اندازه‌گیری کل جیوه معدنی (بخار جیوه و ترکیبات جیوه معدنی)، زمانی که ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز در محیط کار استفاده نشده و در طول فرایندها نیز تولید نشوند، از روش لوله‌های پمپ جاذب که در این استاندارد جهت جمع‌آوری نمونه‌ها شرح داده شده است، استفاده نمایید.

۱-۱-۱-۲ اندازه‌گیری بخار جیوه و ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز

وقتی که هم بخار جیوه و هم ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز، در فضای آزمون وجود داشته باشند، از روش لوله‌های پمپ جاذب که در این استاندارد جهت جمع‌آوری نمونه‌های بخار جیوه مشخص شده است، استفاده نمایید. همچنین در صورت تمایل از روش شرح داده شده در استاندارد ISO 17733 جهت جمع‌آوری و آنالیز نمونه‌های مجزا در راستای اندازه‌گیری ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز استفاده نمایید.

۱-۱-۱-۳ اندازه‌گیری ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز

برای اندازه‌گیری ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز یا برای اندازه‌گیری کل جیوه معدنی (جیوه و ترکیبات جیوه معدنی) وقتی که معلوم شود جیوه فلزی در محیط کار استفاده نشده و بخار جیوه نیز در فرایندهای انجام گرفته تولید نشوند، از روش تصریح شده در استاندارد ISO 17733 جهت جمع‌آوری و آنالیز نمونه‌ها استفاده نمایید.

۱-۱-۲ ملاحظات دمایی و اثرات فشار

۱-۱-۲-۱ اثر دما و فشار روی دبی حجمی

برای تعیین وابسته بودن دبی نشان داده شده توسط دبی‌سنج (بند ۸-۱-۵) نسبت به دما و فشار، به دستورالعمل‌های تولیدکنندگان مراجعه کنید. در نظر بگیرید که اختلاف مابین دمای هوا و فشار در زمان کالیبرسیون دبی‌سنج و در طول نمونه‌برداری، احتمالاً به اندازه کافی زیاد هست که اگر بالفرض خطا بیشتر از $\pm 5\%$ باشد، تصحیح مربوطه به کار برده می‌شود. اگر نیاز به اعمال تصحیح باشد، در این صورت دما و فشار هوا را جایی که کالیبرسیون دبی‌سنج بررسی می‌شود (به بند ۸-۱-۵ مراجعه شود) و در شروع و پایان زمان نمونه‌برداری (به بندهای ۱۰-۴-۱ و ۱۰-۴-۳ مراجعه شود) اندازه گرفته و ثبت نمایید. سپس دبی حجمی را با استفاده از فشار و دمای تصحیح شده و مطابق با روش تصریح شده در پیوست الف بند الف-۱ محاسبه نمایید.

۱۰-۲-۲-۱ اعلام نتایج

در نظر بگیرید که آیا نیازی به محاسبه مجدد جیوه در غلظت‌های هوا، نسبت به شرایط مرجع (مثل موقعیت‌های بالاتر از سطح دریا) وجود دارد یا نه. اگر این عمل مورد نیاز باشد، در این صورت دما و فشار هوا را در شروع و پایان دوره نمونه‌برداری (به بندهای ۱۰-۴-۱ و ۱۰-۴-۳ مراجعه شود) اندازه‌گیری و ثبت نموده و از روش داده شده در پیوست الف بند الف-۲ جهت به کارگیری تصحیحات لازم برای جیوه در غلظت‌های هوا که در بند ۱۲-۲-۱ محاسبه گردید، پیروی نمایید.

بادآوری - به طور معمول غلظت جیوه در هوا در طول دوره نمونه‌برداری، برای شرایط محیطی واقعی در محیط کار (دما، فشار واقعی) بیان می‌گردد.

۱۰-۱-۳ دبی حجمی

دبی را برای لوله جاذب در محدوده تعیین شده توسط تولیدکننده (به طور معمول، بین 100 ml min^{-1} و 1000 ml min^{-1}) انتخاب نمایید.

۱۰-۱-۴ بازه زمانی نمونه‌برداری

۱۰-۱-۴-۱ بازه زمانی نمونه‌برداری را که مناسب برای اندازه‌گیری است، انتخاب نموده (به بند ۹-۴ مراجعه شود) و اطمینان حاصل نمایید که این بازه به اندازه کافی بلند است که قادر به اندازه‌گیری جیوه با عدم قطعیت قابل-قبول در سطح اهمیت بهداشت صنایع باشد (به بند ۳-۳-۵ مراجعه شود). برای مثال، حداقل زمان نمونه‌برداری لازم جهت اطمینان از این که مقدار جیوه جمع‌آوری شده بالاتر از حد پایین "محدوده‌ی عملیاتی روش تجزیه-ای" وقتی که غلظت آن در فضای آزمون، 0.1 برابر بیشتر از حد مجاز خود باشد را با استفاده از معادله زیر برآورد کنید:

$$t_{min} = \frac{m_{lower}}{q_V \times 0.1 \times \rho_{LV}}$$

که در آن:

t_{min} برابر است با حداقل زمان نمونه‌برداری بر حسب دقیقه؛

m_{lower} برابر است با حد پایینِ محدوده تجزیه‌ای بر حسب نانوگرم؛
 q_V برابر است با دبی طراحی شده نمونه‌بردار بر حسب میلی‌لیتر بر دقیقه؛
 ρ_{LV} برابر است با حد مجاز بر حسب میلی‌گرم بر مترمکعب.

۱۰-۴-۱-۱۰ وقتی که لوله جاذب در دبی 100 ml min^{-1} استفاده می‌شود، زمان نمونه‌برداری نباید کمتر از ۱۵ min باشد.

۱۰-۴-۳ جابجایی نمونه

برای کاهش خطر آسیب‌دیدگی یا آلودگی، لوله‌های جاذب (به بند ۸-۱-۱ مراجعه شود) و صافی‌های با الیاف کوارتزی (به بند ۸-۱-۳ مراجعه شود) را فقط در فضای پاک جایی که غلظت جیوه در هوا حداقل باشد جابجا نمایید. صافی‌های با الیاف کوارتزی را فقط با استفاده از انبرک‌هایی که نوک تخت دارند جابجا نمایید (به بند ۸-۱-۶-۳ مراجعه شود).

۱۰-۲ آمادگی برای نمونه‌برداری

۱۰-۲-۱ پیش‌آماده‌سازی لوله‌های جاذب^۱

تعدادی لوله‌های جاذب مورد نیاز را (به بند ۸-۱-۱ مراجعه شود) از لوله‌های شیشه‌ای سیلد شده^۲ بیرون آورده و آماده‌سازی قبل از نمونه‌برداری را روی آن‌ها انجام دهید. برای این کار لوله‌ها را تا دمای 70.0°C در آنالیزکننده جیوه گرم کرده و هوا را در طول این لوله‌ها با دبی 500 ml min^{-1} به مدت ۲ min جهت کاهش جیوه زمینه، عبور دهید. لوله را در شیشه‌هایی که با چوب‌پنبه بسته شده‌اند قرار داده و روی هر شیشه به طور جداگانه برچسب بزنید.

اعمال شرایط خاص روی لوله‌های جاذب، جهت کاهش جیوه زمینه، ممکن است به وسیله دستگاه‌های تجاری خودکار انجام گیرد.

۱۰-۲-۲ تنظیم دبی حجمی

موارد زیر را در فضاهای تمیز جایی که غلظت جیوه در هوا حداقل می‌باشد، انجام دهید.
لوله جاذب (به بند ۸-۱-۱ مراجعه شود) را از لوله شیشه‌ای نگه دارنده‌اش جدا کرده (به بند ۸-۱-۴ مراجعه شود) و با استفاده از لوله‌های انعطاف‌پذیر (به بند ۸-۱-۶-۱ مراجعه شود) آن را به پمپ نمونه‌برداری وصل کرده و مطمئن شوید که نشتی وجود ندارد. پمپ نمونه‌برداری را روشن نموده و دبی سنج (به بند ۸-۱-۵ مراجعه شود) را طوری به لوله جاذب متصل کنید که جریان موجود در روزنه ورودی را اندازه گرفته و سپس دبی حجمی مورد نیاز را تنظیم نمایید (به بند ۱۰-۱-۳ مراجعه شود). پمپ نمونه‌برداری را خاموش کرده و لوله جاذب را در

1- Preconditioning for sorbent tubes

2- Sealed

ظروف نگاه‌دارنده‌شان قرار داده و جهت جلوگیری از آلاینده‌گی در طول انتقال به محل نمونه‌برداری، آن را با چوب‌پنبه‌های لاستیکی بوتیلی ببندید.

در صورت لزوم، اجازه دهید شرایط عملیاتی پمپ نمونه‌برداری قبل از تنظیم دبی حجمی (به دستورالعمل‌های تولیدکننده مراجعه شود) پایدار گردد.

۱۰-۲-۳ شاهد‌های زمینه^۱

یکی از لوله‌های جاذب استفاده نشده را به عنوان شاهد از هر سری ۱۰ تایی به تعداد حداقل ۲ عدد نگه دارید. این نمونه‌های شاهد را مشابه با روش‌های به کار رفته در نمونه‌برداری، نگاه‌داری نمونه‌ها و انتقال آن‌ها به/ از محل نمونه‌برداری، تصفیه کنید. هوا را در طول این لوله‌های شاهد عبور ندهید.

۱۰-۲-۴ لوله جاذب و مجموعه‌های پیش‌صافی

در صورت لزوم، لوله جاذب و مجموعه‌های پیش‌صافی را سرهم کنید (به بند ۸-۱-۲ مراجعه شود).

۱۰-۳ محل نمونه‌برداری

۱۰-۳-۱ نمونه‌برداری پایا (از فضای محیط کار)

۱۰-۳-۱-۱ اگر نمونه‌برداری پایا جهت ارزیابی "مواجهه یک کارگر" در موقعیتی که نمونه‌برداری از افراد امکان‌پذیر نباشد، انجام شود (برای مثال به دلیل نیاز به داشتن نمونه در فضاهای بسته)، لوله جاذب (به بند ۱۰-۲-۱ مراجعه شود) یا "لوله جاذب و مجموعه پیش‌صافی" (بند ۱۰-۲-۴) را سریعاً در مجاورت یک کارگر و ارتفاع تنفس آن قرار دهید. اگر شک دارید، محل نمونه‌برداری را در نقطه‌ای که خطر مواجهه بالا می‌باشد، قرار دهید.

۱۰-۳-۱-۲ اگر نمونه‌برداری پایا جهت ارزیابی "آلودگی زمینه جیوه در محیط کاری" انجام شود، محلی را برای نمونه‌برداری که به اندازه کافی از فرایندهای کار دور بوده و نتایج آن مستقیماً با جیوه خارج شده از محل نشر متأثر نگردد، انتخاب کنید.

۱۰-۳-۱-۳ اگر نمونه‌برداری پایا جهت مشخص نمودن غلظت جیوه در محیط کار انجام شود، تعدادی از نقاط را برای نمونه‌برداری انتخاب کنید. این نقاط باید به طور منظم و یکنواخت توزیع شده و محیط کار را پوشش دهند.

یادآوری - اندازه‌گیری محیط کار با انجام نمونه‌برداری پایا در بسیاری از کشورها مطابق با دستورالعمل انجام می‌شود. مقایسه مقادیر غلظت اندازه‌گیری شده با مقادیر مشخص، مطابق با دستورالعمل‌های وزارت بهداشت انجام می‌گیرد).

۱۰-۳-۲ نمونه‌برداری از افراد

1- Field blanks

لوله جاذب (به بند ۱۰-۲-۱ مراجعه شود) یا "لوله جاذب و مجموعه پیش صافی (به بند ۱۰-۲-۴ مراجعه شود)" را در منطقه تنفس کارگران و نزدیک بینی و دهان آنها در جاهایی مثل یقه یا زیر یقه، محکم بچسبانید. پمپ نمونه برداری را با روشی به کمر بند، اطراف کمر (به بند ۸-۱-۶-۲ مراجعه شود) یا جیب کارگران جایی که موجب سلب راحتی آنها نشود، قرار دهید.

۴-۱۰ جمع آوری نمونه‌ها

۱-۴-۱۰ زمانی که برای نمونه برداری آماده شدید، پمپ نمونه برداری را روشن کنید. زمان و دبی حجمی را در شروع و پایان دوره نمونه برداری یادداشت کنید. اگر پمپ نمونه برداری مجهز به زمان سنج انتگرالی باشد، بررسی کنید که مجدداً در صفر تنظیم شده باشد. در زمان مقتضی (به بند ۱۰-۱-۲ مراجعه شود) دما و فشار هوا را در شروع دوره نمونه برداری با استفاده از دماسنج و فشارسنج، اندازه گرفته و مقادیر اندازه گیری شده را ثبت کنید. زمان سنج‌های انتگرالی قرار گرفته در پمپ‌های نمونه برداری ممکن است دقیق نبوده و لذا فقط باید جهت تهیه شواهدی که نشان دهد نمونه بردار در طول دوره نمونه برداری کارکرد درستی داشته است، به کار رود (به بند ۱۰-۴-۳ مراجعه شود). اگر دما یا فشار در محل نمونه برداری از دبی حجمی تنظیم شده متفاوت باشد (به بند ۱۰-۲-۲ مراجعه شود)، دبی حجمی باید تغییر کند و ممکن است قبل از نمونه برداری، نیاز به تنظیم مجدد داشته باشد.

۱۰-۴-۲ عملکرد پمپ را مکرراً هر دو ساعت یک بار پیش کنید. دبی را با استفاده از دبی سنج اندازه گرفته (به بند ۸-۱-۵ مراجعه شود) و مقادیر اندازه گیری شده را ثبت نمایید. اگر دبی "در محدوده $\pm 5\%$ نسبت به مقادیر اسمی" در طول دوره نمونه برداری نباشد، در این صورت نمونه برداری را به اتمام رسانده و نمونه‌ها را بی‌اعتبار در نظر بگیرید.

۱۰-۴-۳ در پایان زمان نمونه برداری (به بند ۱۰-۱-۴ مراجعه شود) زمان را یادداشت کنید. دستگاه شناساگر عیب و داده‌های زمان سنج انتگرالی را بررسی نموده و اگر شواهدی دال بر درست کار نکردن پمپ نمونه برداری در طول دوره نمونه برداری مشاهده گردد، آن گاه نمونه‌ها را بی‌اعتبار در نظر بگیرید. دبی در پایان زمان نمونه برداری را با کمک دبی سنج اندازه گرفته و آن را ثبت نمایید (به بند ۸-۱-۵ مراجعه شود). در صورت لزوم، دما و فشار هوا را در پایان زمان نمونه برداری با کمک دماسنج و فشارسنج اندازه گرفته و ثبت نمایید.

۱۰-۴-۴ مشخصات نمونه و تمامی داده‌های نمونه برداری مربوطه را به دقت ثبت کنید (به بند ۱۴ مراجعه شود). دبی حجمی متوسط را با میانگین گیری دبی‌های حجمی در شروع و پایان زمان نمونه برداری محاسبه کرده و در زمان مقتضی (به بند ۱۰-۱-۲ مراجعه شود) فشار و دمای متوسط هوا را محاسبه نمایید. حجم هوای نمونه برداری شده را در فشار و دمای هوا بر حسب لیتر، با ضرب کردن دبی متوسط بر حسب لیتر بر دقیقه به طول دوره نمونه برداری بر حسب دقیقه، محاسبه نمایید.

۵-۱۰ انتقال نمونه‌ها

۱-۵-۱۰ مجموعه پیش‌صافی و لوله جاذب را جدا کرده و مجموعه پیش‌صافی را کنار بگذارید. هر لوله جاذب را در لوله‌ی شیشه‌ای برچسب دار قرار داده و آن را با استفاده از چوب‌پنبه‌های پلاستیکی بوتیلی ببندید. این اقدامات را برای نمونه‌های شاهد نیز انجام دهید (به بند ۱۰-۲-۳ مراجعه شود).

۲-۵-۱۰ نمونه‌ها (به بند ۱۰-۵-۱ مراجعه شود) را در داخل ظرفی که به منظور حمل و جلوگیری از صدمات نمونه‌ها طراحی شده و جهت اطمینان از جابجایی مناسب، برچسب‌دار شده است قرار داده و به آزمایشگاه منتقل نمایید.

۳-۵-۱۰ جهت اطمینان از ردیابی نمونه‌ها از پیاده‌سازی یکپارچگی روش‌های نمونه‌برداری تبعیت کنید. جهت حفظ یکپارچگی نمونه‌ها به وسیله مستندات کنترلی "اطمینان حاصل نمایید که مستندسازی انجام شده برای نمونه‌ها درست انجام شده باشد (برای مثال به استاندارد ASTM D4840-99 مراجعه شود).

۴-۵-۱۰ توصیه می‌گردد که نمونه‌ها در عرض چهار هفته بعد از نمونه‌برداری آنالیز گردد.

۱۱ آنالیز

۱-۱۱ دستگاه‌های تجزیه‌ای را مطابق با دستورالعمل‌های تولیدکننده‌ها آماده سازی کنید.

۲-۱۱ دستگاه را با استفاده از روش تولید بخار جیوه به صورت زیر کالیبره کنید:

الف- مقدار کمی از جیوه فلزی را در داخل ظرف شیشه‌ای مناسب مطابق با شکل ب-۴ یا جعبه گازی که به صورت تجاری موجود باشد، قرار دهید.

ب- غلظت بخار جیوه‌ی اشباع شده در هوا را با استفاده از معادله حالت و با فرض گاز ایده‌ال مطابق با معادله زیر محاسبه کنید:

$$\rho = \frac{2.412 \times p}{T}$$

که در آن:

ρ برابر است با غلظت جیوه در هوا بر حسب گرم بر لیتر؛

۲/۴۱۲ برابر است با ضریب تبدیل لازم در دما و فشار عادی؛

P برابر است با فشار بخار اشباع شده جیوه بر حسب پاسکال؛

T برابر است با دما بر حسب کلوین.

پ- مقدار مشخصی از بخار جیوه استاندارد را با استفاده از یک میکروسرنگ کشیده و به قسمت تزریق استاندارد دستگاه، تزریق کرده و آنالیز را شروع کنید.

برای دستگاههایی که قسمت تزریق استاندارد ندارند، بخار جیوه را به داخل لوله جاذب، ضمن دمیدن هوا به وسیله پمپ نمونه برداری در طول آن، تزریق کنید. سپس لوله را در دستگاه قرار داده و آنالیز را آغاز کنید.

ت- جرم جیوه تزریق شده به دستگاه را از روی حجم تزریقی و غلظت بخار جیوه اشباع شده محاسبه کنید.

ث- مراحل پ و ت را با استفاده از حجمهای تزریقی مختلف در راستای پوشش محدوده مناسبی از جرمهای جیوه، تکرار کرده و تابع کالیبراسیون^۱ را محاسبه کنید.

۱۱-۳ لوله جاذب را از لوله شیشه‌ای نگه‌دارنده‌اش خارج کرده و فوراً در داخل دستگاه تجزیه‌ای قرار داده و آنالیز را شروع کنید.

۱۱-۴ مقدار جیوه موجود در هر نمونه را با استفاده از تابع کالیبراسیون محاسبه کنید.

۱۲ اعلام نتایج

۱-۱۲ محاسبه حجم نمونه هوا

دبی حجمی متوسط را با میانگین‌گیری اندازه‌های گرفته شده در شروع و پایان زمان نمونه‌برداری محاسبه کنید. در زمان مقتضی (به بند ۱۰-۱۲-۱ مراجعه شود) دما و فشار هوای متوسط را با میانگین‌گیری اندازه‌های گرفته شده در شروع و پایان زمان نمونه‌برداری محاسبه کرده و تصحیح دما و فشار را برای دبی حجمی متوسط به کار ببرید. از راهنمایی داده شده در پیوست الف بند الف-۱ تبعیت کنید. پس از این مرحله، حجم هوای نمونه‌برداری شده را بر حسب لیتر با ضرب کردن دبی حجمی متوسط در زمان دوره نمونه‌برداری (بر حسب دقیقه) محاسبه کنید.

۱۲-۲ محاسبه غلظت جیوه نقل و انتقال یافته با هوا

۱۲-۲-۱ غلظت جرمی جیوه در نمونه‌های هوا را در شرایط محیط با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$\rho_{Hg} = \left(\frac{m_{Hg1} - m_{Hg0}}{V} \right) \times 1000$$

که در آن:

ρ_{Hg} برابر است با غلظت جرمی جیوه محاسبه شده در نمونه هوا بر حسب میلی‌گرم بر مترمکعب در شرایط محیط؛

m_{Hg1} برابر است با جرم جیوه در لوله جاذب نمونه بر حسب نانو گرم؛

1- Calibration function

m_{Hg0} برابر است با جرم متوسط جیوه در لوله‌های جاذب شاهد بر حسب نانو گرم؛
 V برابر است با حجم نمونه هوا بر حسب لیتر (به بند ۱۲-۱ مراجعه شود).

۱۲-۲-۲ اگر نیاز به محاسبه مجدد جیوه در غلظت‌های هوا نسبت به شرایط مرجع باشد (به بند ۱۰-۱-۲ مراجعه شود) دما و فشار متوسط هوا را با میانگین‌گیری اندازه‌گیری‌های انجام شده در شروع و پایان زمان نمونه‌برداری، محاسبه کرده و تصحیح دما و فشار را برای جیوه محاسبه شده در غلظت‌های هوا مطابق با بند ۱۲-۲-۱ و با استفاده از معادله ارائه شده در بند الف-۲، به کار ببرید.

۱۳ میزان کارایی روش

۱-۱۳ تشخیص و حدود تعیین کمیت^۱

با استفاده از طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد، محدوده تشخیص روش و محدوده تعیین کمیت برای جیوه (به ترتیب به صورت ۳ برابر و ۱۰ برابر انحراف استاندارد از نمونه شاهد، تعیین شده است) به ترتیب، 0.003 ng و 0.01 ng برای نمونه‌های بخار جیوه جمع‌آوری شده در لوله‌های جاذب حاوی 80 mg از خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلا، متخلخل، تعیین شده است. برای حجم نمونه هوایی به میزان حداقل 5 L ، این محدوده‌ها متناظر با غلظت جیوه نقل و انتقال یافته با هوا به ترتیب برابر با $0.006 \mu\text{gm}^{-3}$ و $0.002 \mu\text{gm}^{-3}$ می‌باشد.

۲-۱۳ حد بالایی محدوده تجزیه‌ای

حد بالایی محدوده تجزیه‌ای مفید به وسیله محدوده دینامیکی طیف‌سنج پایش می‌گردد.

یادآوری - حد بالایی محدوده تجزیه‌ای یک آنالیز کننده تجاری جیوه در حدود $1 \mu\text{g}$ جیوه می‌باشد (حد بالایی محدوده تجزیه‌ای اشاره شده، مربوط به دستگاهی با مدل خاص می‌باشد).

۳-۱۳ مقادیر شاهد^۲

به طور معمول، خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلا، متخلخل، دارای جیوه با غلظت‌های قابل اندازه‌گیری نمی‌باشد. وقتی که لوله‌های جاذب، قبل از استفاده همان‌طور که در بند ۱۰-۲-۱ شرح داده شد تحت عمل "پیش‌آماده‌سازی" قرار گیرند، در این صورت مقدار زمینه جیوه ناچیز و قابل اغماض خواهد بود.

۴-۱۳ انحراف و دقت

۱-۴-۱۳ انحراف تجزیه‌ای

آزمایشات نشان داده‌اند که روش تجزیه‌ای، انحراف قابل توجهی را نشان نمی‌دهد. بازیابی میانه‌ی داده‌ها به حالت عادی^۱، برای لوله‌های جاذب حاوی 80 mg خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلا، متخلخل و در محدوده $0.02 \mu\text{g}$ الی $1 \mu\text{g}$ جیوه، در حدود 98% تعیین شده است.

1- Quantification limits

2- Blank values

۱۳-۴-۲ دقت تجزیه‌ای^۲

مؤلفه ضریب تغییر روش برخواسته از "تغییرپذیری تجزیه‌ای" مربوط به آنالیز بخار سرد، به تعداد ضرایب دستگاه‌های تجزیه‌ای استفاده شده وابسته می‌باشد. آزمایشاتی جهت به دست آوردن مزیت‌های آنالیز بخار سرد انجام شده است. با استفاده از طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد، برای لوله‌های جاذبی که حاوی ۸۰ mg خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلای متخلخل بوده و دارای جیوه به اندازه معین ۰٫۵ μg الی ۰٫۲ μg هستند، آنالیز بخار سرد در حدود ۰٫۶٪ تعیین شده است.

۱۳-۵ عوامل موثر در عملکرد نمونه‌بردار

۱۳-۵-۱ اثر غلظت و زمان در عملکرد نمونه‌بردار

آزمایشاتی جهت اندازه‌گیری اثر غلظت و زمان در عملکرد لوله‌های جاذب حاوی ۸۰ mg خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلای متخلخل انجام شده است. این آزمایشات با نمونه‌برداری بخار جیوه در غلظت‌های بین 0.01 mgm^{-3} و 0.15 mgm^{-3} در دمای 20°C و رطوبت نسبی ۵۰٪ انجام شده است. نتایج ثابت کردند که اثر غلظت و زمان برای زمان‌های نمونه‌برداری بالای ۸ h ناچیز می‌باشد.

۱۳-۵-۲ اثر دما و رطوبت هوا روی عملکرد نمونه‌بردار

آزمایشاتی جهت اندازه‌گیری اثر دما و رطوبت هوا روی عملکرد لوله‌های جاذب حاوی ۸۰ mg خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلای متخلخل انجام شده است. این آزمایشات با نمونه‌برداری بخار جیوه در غلظت 0.05 mgm^{-3} در محدوده‌های دمایی 5°C و 40°C و محدوده رطوبت نسبی ۲۰٪ و ۷۰٪ انجام شده است. نتایج ثابت کردند که اثر دما و رطوبت در این محدوده‌ها ناچیز می‌باشد.

۱۳-۶ بازدهی جمع‌آوری، حجم نفوذ^۳ و ظرفیت نمونه‌برداری لوله‌های جاذب

آزمایشات نشان داده‌اند که بازدهی جمع‌آوری لوله‌های جاذب، در حدود ۱۰۰٪ می‌باشد. وقتی که نمونه‌برداری بخار جیوه در غلظت 0.05 mgm^{-3} به مدت ۱٫۵ h با استفاده از دبی بالای 500 ml min^{-1} و در دمای 20°C و رطوبت نسبی ۵۰٪ انجام شود، معلوم گردید میزان نفوذ کمتر از ۱٪ می‌باشد؛ بنابراین حجم نفوذ برای بخار جیوه در غلظت 0.05 mgm^{-3} بیشتر از ۵۴ L می‌باشد. این مقدار، متناظر با ظرفیت نمونه‌برداری در یک مقدار حداکثری $2.7 \mu\text{g}$ از بخار جیوه می‌باشد.

۱۳-۷ پایداری نگه‌داری

آزمایشات نشان داده‌اند که نمونه‌های بخار جیوه که به وسیله لوله‌های پمپ جاذب جمع‌آوری شده‌اند، از زمانی که لوله‌ها با در پوش‌های پلاستیکی سیلد می‌شوند، به مدت حداقل شش ماه پایدار می‌باشند.

1- Mean analytical recovery

2- Analytical precision

3- Breakthrough volume

۱۳-۸-۱ در فرایند کلروآلکالی، بخار جیوه به همراه کلر مشترکاً وجود دارند. کلر با بخار جیوه در هوا واکنش داده و تشکیل ذرات ریز کلرید جیوه می‌دهد؛ بنابراین این روش، برای اندازه‌گیری بخار جیوه در کارهای کلروآلکالی مناسب نمی‌باشد. به هر حال، ذرات ریز کلرید جیوه، ممکن است به طور جداگانه روی پیش‌صافی‌های کوارتزی جمع‌آوری شده و به وسیله روش شرح داده شده در استاندارد ISO 17733 آنالیز و ترکیبی از هر دو نتیجه جهت برآورد جیوه معدنی کل در هوای کارهای کلروآلکالی استفاده گردد.

۱۳-۸-۲ ترکیبات آلی جیوه گازی به وسیله خاک دیاتومه، جمع‌آوری شده و بنابراین موجب تداخل مستقیم در اندازه‌گیری بخار جیوه در هوا می‌گردند. تعدادی از ترکیبات آلی جیوه جمع‌آوری شده، وقتی که تا دمای °C ۳۰۰ "پیش گرم" می‌شود، روی لوله‌ی نمونه تجزیه شده و به عنوان بخار جیوه موجود در حالت عادی، شناخته می‌گردند. تعدادی دیگر، از روی لوله‌ی نمونه وقتی که تا دمای °C ۳۰۰ گرم می‌شود، آزاد شده ولی روی لوله تله اندازه^۲ در دمای پایین °C ۱۵۰ نگه داشته می‌شوند. چنین ترکیبات آلی جیوه نیز به عنوان بخار جیوه، به وسیله این روش شناخته خواهند شد. به هر حال ترکیبات آلی جیوه‌ای که از لوله نمونه در هنگام "پیش گرمایش °C ۳۰۰" آزاد شده و سپس در دمای °C ۱۵۰ در لوله تله اندازه گیر می‌افتند، موجب تداخل نخواهند شد (به مرجع ۲۴ مراجعه شود).

۱۳-۸-۳ هر ترکیبی با طول موج جذبی مشابه با جیوه (۲۵۳۷ nm)، می‌تواند موجب تداخل در طیف‌سنج جذب اتمی با بخار سرد گردد. تعدادی از ترکیبات آلی فرار (مثل هگزان، بنزن، تولوئن، استون، تتراکلرید کربن، ایزوپروپیل الکل و...) در این طول موج جذب شده و بنابراین امکان تداخل تجزیه‌ای را فراهم می‌کنند. پیش‌بینی می‌شود که این ترکیبات در طول جمع‌آوری نمونه، توسط خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلای متخلخل نگه داشته شده و بنابراین موجب تداخل در اندازه‌گیری بخار جیوه که به وسیله دستگاه طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد (روش ملغمه- منفرد) انجام می‌گیرد، می‌گردند. با این حال، روش ملغمه همزاد به کار رفته در این استاندارد یک وسیله موثر در اندازه‌گیری بخار جیوه در حضور ترکیبات آلی فرار می‌باشد. بازدهی بالا زمانی که جیوه از ترکیبات آلی فرار جدا می‌شود در شکل ب-۳ شرح داده شده است. این شکل نشان می‌دهد که فقط یک پیک جیوه در حضور ترکیب آلی فرار هگزان وجود دارد. طیف‌سنج فلورسانس اتمی بخار سرد، تحمل تداخل ناشی از جذب ترکیبات آلی فرار در طول موج ۲۵۳۷ nm را به دلیل این که این ترکیبات در این طول موج مجدداً امکان جدا شدن را ندارند، نخواهد داشت.

۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

1- Interferences
2- Trapping tube

- الف- در صورت لزوم، اعلام اینکه اطلاعات ارائه شده از اعتبار بالایی برخوردار است؛
- ب- مشخصات کاملی از نمونه هوا شامل تاریخ نمونه‌برداری، محل نمونه‌برداری، نوع نمونه (از دستگاه نصب شده روی افراد یا دستگاه نصب شده در محیط کار)، یا مشخصات فردی که منطقه تنفسی آن نمونه‌برداری شده است (یا مشخصات افراد دیگر) یا مکانی که به عنوان محیط شغلی نمونه‌برداری (پایا) گردیده است، توضیحات مختصر در خصوص فعالیت‌های کاری انجام گرفته در زمان نمونه‌برداری و کد شناسایی نمونه واحد؛
- پ- مرجع به این استاندارد؛
- ت- شکل و نوع لوله جاذب و نمونه‌بردار استفاده شده؛
- ث- در صورت لزوم شکل، نوع و قطر صافی استفاده شده؛
- ج- شکل و نوع پمپ نمونه‌برداری به کار رفته و مشخصات آن؛
- چ- شکل و نوع دبی‌سنج به کار رفته، استاندارد اولیه‌ای که طبق آن کالیبراسیون دبی‌سنج بررسی شده است، محدوده دبی که با آن کالیبراسیون دبی‌سنج انجام شده است و دما و فشار هوا در جایی که کالیبراسیون دبی-سنج انجام شده است؛
- ح- زمان شروع و پایان دوره نمونه‌برداری و طول دوره نمونه‌برداری بر حسب دقیقه؛
- خ- دبی متوسط در طول دوره نمونه‌برداری بر حسب لیتر بر دقیقه؛
- د- در صورت لزوم، دما و فشار متوسط هوا در طول دوره نمونه‌برداری؛
- ذ- حجم هوای نمونه‌برداری شده در شرایط محیط بر حسب لیتر؛
- ر- نام فردی که نمونه را جمع‌آوری کرده است؛
- ز- نرخ جریان بخار جیوه یا ترکیبات جیوه معدنی با ذرات ریز یا جیوه معدنی کل (ترکیبات جیوه و جیوه معدنی)، در دما و فشار محیط در نمونه هوا یافت شده (بر حسب میلی‌گرم بر مترمکعب) یا اگر شرایط مساعد باشد با شرایط مرجع تنظیم می‌شود؛
- ژ- در صورت کاربردپذیر بودن، متغیرهای تجزیه‌ای به کار رفته جهت محاسبه نتایج، شامل غلظت جیوه در محلول‌های شاهد و نمونه، حجم محلول‌های شاهد و نمونه و ضریب رقت؛
- یادآوری- اگر داده‌های ضروری (برای مثال حجم هوای نمونه) برای محاسبات انجام شده فوق در آزمایشگاه موجود نباشد، در این صورت، گزارش آزمایشگاه ممکن است حاوی نتایج تجزیه‌ای بر حسب میکروگرم جیوه بر نمونه باشد.
- س- انواع دستگاه‌های استفاده شده برای تهیه نمونه و آنالیز آن‌ها و شناساگرهای واحد؛
- ش- محدوده تشخیص دستگاه‌های محاسباتی، محدوده تشخیص روش و محدوده اندازه‌گیری کمیت تحت روش‌های تجزیه‌ای کاری؛ عدم قطعیت اندازه‌گیری شده مطابق با گام^۱ و در صورت درخواست مشتری، داده‌های کنترل کیفیت؛
- ص- هر عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده باشد یا به صورت اختیاری ذکر شده باشد؛

1- ISO Guide 98, Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)

ض- نام آنالیز کننده یا شناساگرهای واحد؛

ط- داده‌های آنالیز؛

ظ- هر گونه انحراف/ مغایرت غیر عمدی، رخداد غیرعادی یا ملاحظات قابل توجه دیگر.

پیوست الف

(الزامی)

تصحیح فشار و دما

الف-۱ تصحیح فشار و دما برای دبی حجمی ظاهری مربوط به دبی سنج‌ها

الف-۱-۱ برای اندازه‌گیری دبی حجمی، دبی سنج‌های حبابی^۱ به دلیل این که داده‌های قابل خوانش^۲ آن‌ها مستقل از دما و فشار می‌باشد، ترجیح داده می‌شوند. اگر دما و فشار در زمان اندازه‌گیری، متفاوت از زمانی که کالیبراسیون دبی‌سنج‌ها بررسی گردد، باشد، در این صورت ممکن است برای دبی‌سنج‌های دیگر نیاز به اعمال تصحیحی برای دبی حجمی ظاهری، باشد.

الف-۱-۲ نمونه مثالی از ضرورت تصحیح فشار و دما، زمانی است که فشار ثابت افت کرده و دبی‌سنج جهت اندازه‌گیری دبی حجمی استفاده شود. در این مثال، از معادله زیر جهت محاسبه حجم نمونه هوای تصحیح شده استفاده کنید:

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

که در آن:

V_{corr} برابر است با حجم نمونه هوای تصحیح شده است که بر حسب لیتر محاسبه شده است؛

q_V برابر است با دبی حجمی متوسط بر حسب لیتر بر دقیقه؛

t برابر است با طول بازه نمونه‌برداری بر حسب دقیقه؛

p_1 برابر است با فشار هوا بر حسب کیلو پاسکال، در طول کالیبراسیون دبی سنج (به بند ۸-۱-۵ مراجعه شود)

p_2 برابر است با فشار متوسط هوا بر حسب کیلو پاسکال در طول دوره نمونه‌برداری؛

T_1 برابر است با زمان بر حسب کلوین در طول کالیبراسیون دبی سنج (به بند ۸-۱-۵ مراجعه شود)؛

T_2 برابر است با دمای متوسط بر حسب کلوین در طول دوره نمونه‌برداری.

1- Bubble flow meters
2- Readings

محاسبات نظری نشان می‌دهند که در فشارهای ۹۱/۹ kPa و ۱۱۲/۲ kPa، انحراف ۵٪ در حجم نمونه هوا در فشار اتمسفری مرجع ۱۰۱/۳ kPa رخ می‌دهد. هر دو مقادیر، خارج از شرایط هوای عادی در سطح دریا هستند. اما این اختلاف فشار، متناظر با تغییر ارتفاع در حدود ۸۰۰ m از سطح دریا (۸ m \approx ۰/۱ kPa) ارتفاع افزایش یافته از سطح دریا) در فشار هوای عادی روی سطح دریا می‌باشد. مشابهاً یک انحراف ۵٪ در حجم نمونه هوا در دمای مرجع ۲۹۳ K، در دماهای ۲۶۴K و ۳۲۳ K اتفاق می‌افتد.

الف-۱-۳ هر دبی‌سنج دیگری نیاز به یک تصحیح برای تغییر در فشار و دما دارد. برای انجام چنین تصحیحاتی، از دستورالعمل‌های تولیدکننده‌ها تبعیت کنید.

الف-۲ محاسبه مجدد غلظت جیوه انتقال یافته با هوا نسبت به شرایط مرجع

در صورت لزوم (به بند ۱۰-۱-۲-۲ مراجعه شود)، غلظت جیوه انتقال یافته با هوا را نسبت به شرایط مرجع، (۲۹۳ K و ۱۰۱/۳ kPa) با استفاده از معادله زیر مجدداً محاسبه نمایید:

$$\rho_{Hg,corr} = \rho_{Hg} \times \frac{(101.3 \times T_2)}{(p_2 \times 293)}$$

که در آن:

$\rho_{Hg,corr}$ برابر است با غلظت تصحیح شده جیوه در نمونه هوا در شرایط مرجع بر حسب میلی‌گرم بر مترمکعب؛

ρ_{Hg} برابر است با غلظت جیوه در نمونه هوا در شرایط محیط بر حسب میلی‌گرم بر مترمکعب؛

T_2 برابر است با دمای متوسط در طول دوره نمونه‌برداری بر حسب کلوین؛

p_2 برابر است با فشار هوای متوسط در طول دوره نمونه‌برداری بر حسب کیلو پاسکال؛

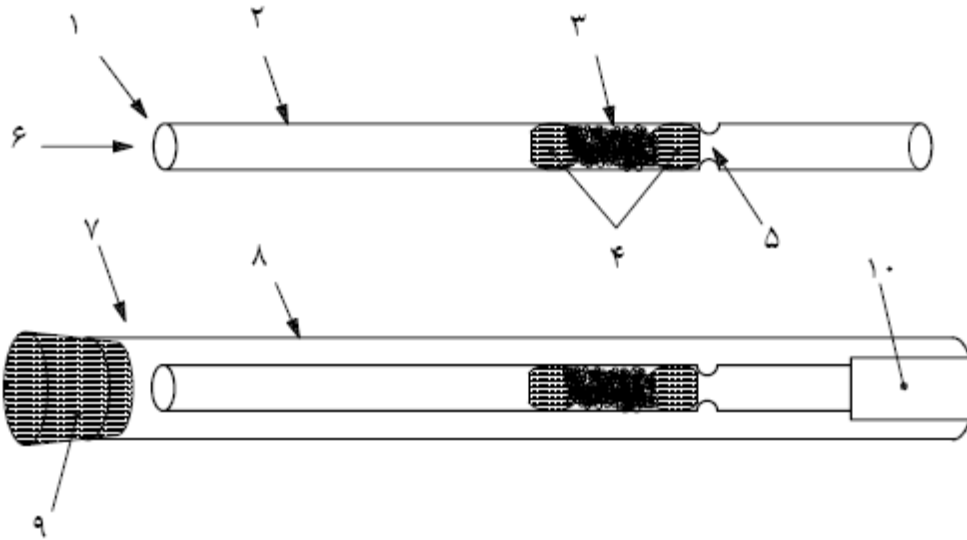
۲۹۳ برابر است با دمای مرجع بر حسب کلوین؛

۱۰۱/۳ برابر است با فشار هوای مرجع بر حسب کیلو پاسکال.

پیوست ب

(الزامی)

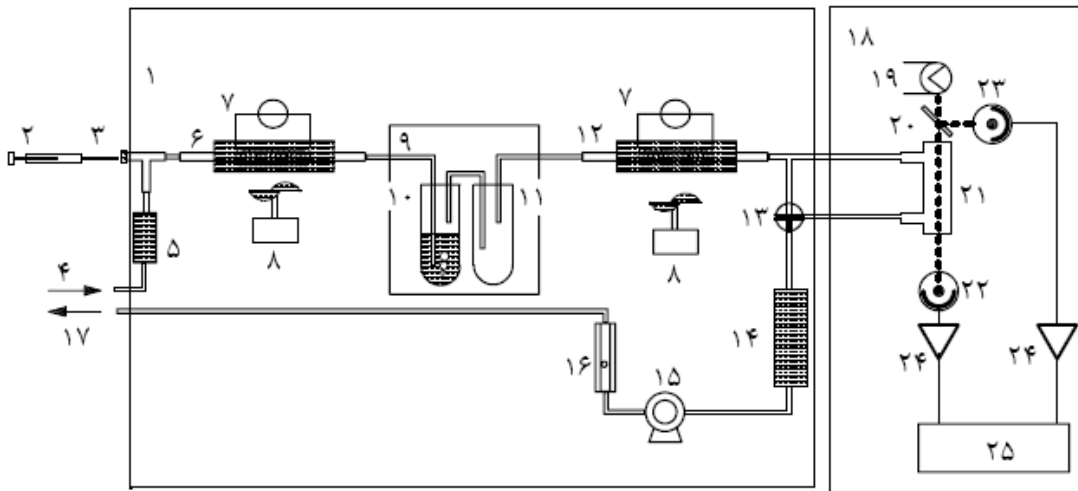
اشکال



راهنما

- ۱ لوله نمونه
- ۲ لوله شیشه‌ای
- ۳ جاذب جیوه، شامل خاک دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلائی متخلخل
- ۴ پشم شیشه کوارتزی
- ۵ حفره‌ای جهت متوقف کردن واکنشگرها
- ۶ مسیر جریان هوا (به پمپ، در طول نمونه‌برداری یا به دستگاه، در طول آنالیز)
- ۷ ظرف حمل‌کننده لوله نمونه
- ۸ لوله شیشه‌ای
- ۹ درپوش پلاستیکی بوتیلی
- ۱۰ لوله پلی‌اتیلن به عنوان محافظ لوله نمونه

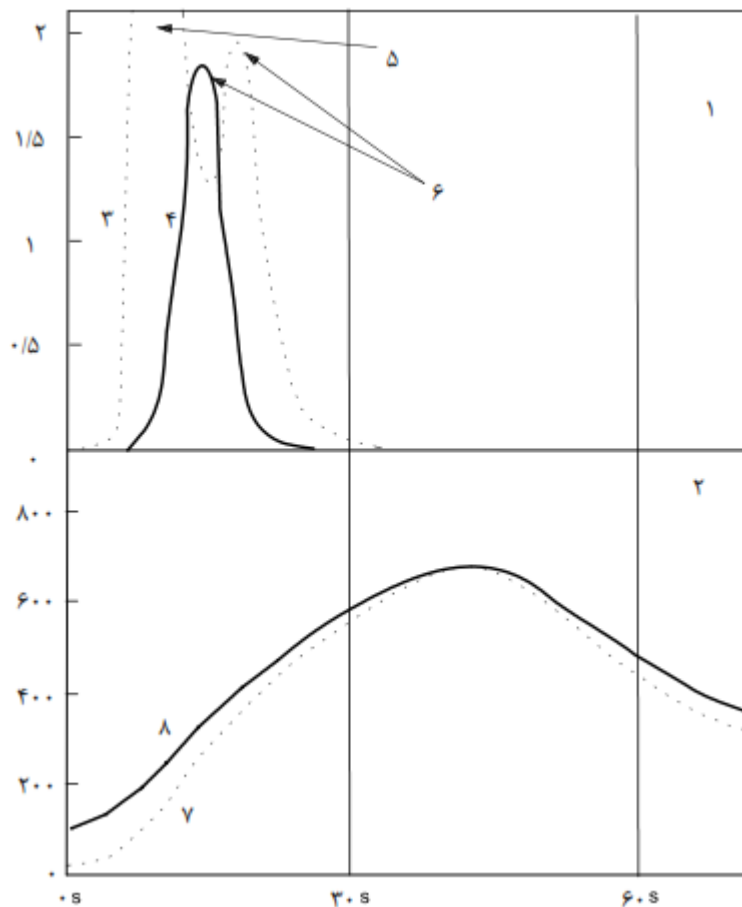
شکل ب-۱، لوله جاذب جیوه



راه‌نما

- ۱ دستگاهی برای نمونه ملغمه‌ی همزاد
- ۲ میکرو سرنگ
- ۳ بخش تزریق استاندارد
- ۴ گاز حامل (هوا)
- ۵ تمیز کننده گاز حامل (خاکِ دیاتومه‌ی پوشیده شده با طلای متخلخل)
- ۶ لوله نمونه‌برداری
- ۷ کوره گرمایشی کنترل شده با رایانه
- ۸ فن سرمایشی کنترل شده با رایانه
- ۹ اتاقک سرد کننده
- ۱۰ گاز شور با بافر فسفات
- ۱۱ رطوبت‌زدا
- ۱۲ لوله تله اندازه ثانویه
- ۱۳ شیر سه طرفه
- ۱۴ صافی زغال چوب
- ۱۵ پمپ
- ۱۶ دبی سنج
- ۱۷ خروجی
- ۱۸ طیف‌سنج جذب اتمی با بخار سرد
- ۱۹ لامپ تخلیه با تابش جیوه‌ای
- ۲۰ آینه نصف شده
- ۲۱ محفظه گاز
- ۲۲ لوله خلأ (منفرد)
- ۲۳ لوله خلأ (مرجع)
- ۲۴ مبدل دیجیتال / آنالوگ
- ۲۵ رایانه

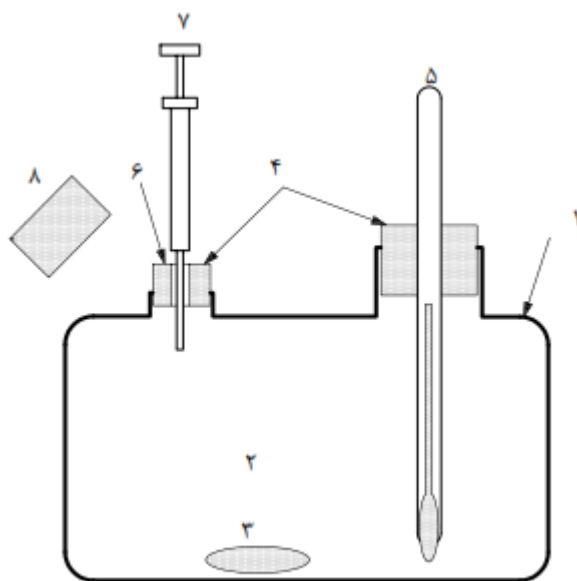
شکل ب-۲، نمودار بسته‌ای از یک نمونه آنالیز کننده جیوه طیف‌سنج جذب اتمی بخار سرد با ملغمه‌ی همزاد طلا



راهنما

- ۱ پیام مشاهده شده در طول موج 254 nm بر حسب واحدهای فرضی
- ۲ دمای وسیله گرمایشی بر حسب درجه سلسیوس، $^{\circ}\text{C}$
- ۳ پیام طیفسنج جذب اتمی بخار سرد بدون پیش گرمایش لوله تله انداز (منحنی نقطه‌ای). از بین دو پیک مشاهده شده، اولین پیک مربوط به تداخل هگزان می‌باشد که بر روی پیام جیوه افتاده است.
- ۴ پیام طیفسنج جذب اتمی بخار سرد با پیش گرمایش لوله تله انداز (منحنی خطی). فقط یک پیک جیوه مشاهده می‌گردد. چون هگزان از لوله تله انداز بدون این که روی جاذب طلای گرم شده جذب گردد عبور می‌کند.
- ۵ پیک هگزان
- ۶ پیک جیوه
- ۷ دمای وسیله گرمایشی بدون پیش گرمایش (منحنی نقطه‌ای)
- ۸ دمای وسیله گرمایشی با پیش گرمایش (منحنی خطی)

شکل ب- ۳، نشان دهنده حذف جیوه با استفاده از لوله تله انداز گرم شده



راه‌نما

- ۱ محفظه شیشه‌ای
- ۲ بخار جیوه اشباع شده
- ۳ قطره کوچک جیوه
- ۴ در پوش‌های پلاستیکی بوتیلی
- ۵ دماسنج
- ۶ قسمت نمونه‌برداری
- ۷ میکروسرنگ
- ۸ در پوشی که قسمت نمونه‌برداری را می‌پوشاند

شکل ب-۴، دستگاه تولید استاندارد بخار جیوه

پیوست پ

(اطلاعاتی)

کتاب نامہ

- 1- Hasegawa, N. Experiment of solid phase collector for environmental mercury. Annual report of the research institute of environmental medicine, Nagoya University, 28, 1977, pp. 184-187 (in Japanese)
- 2- TAGUCHI, T. Determination of mercury in ambient air. In: Yugai-Taikiosenbussitsu Sokutei no Jissai (The © ISO 2007 – All rights reserved 23 ISO 20552:2007(E) Practice of Measurement for Hazardous Air Pollutants); (edited by the Editorial Committee of the Practice of Measurement for Hazardous Air Pollutants), 1997, pp. 381-395. Japan Environmental Citation Center: Kawasaki (in Japanese)
- 3- SALLSTEN, G. and NOLKRANTZ, K. Determination of trace amounts of mercury vapor in humid air -Performance of gold traps in atomic fluorescence system. Analyst, 123, 1998, pp. 665-668
- 4- SAKAMOTO, H. and KAMADA, M. Determination of ultratrace amounts of mercury in environmental samples. Kagaku Kaishi (J. Chem. Soc. Japan), 1981 (1), 1981, pp. 32-39
- 5- SAKAMOTO, H., TOMIYASU, T. and YONEHARA, N. Determination of ultratrace amounts of mercury in atmosphere and its distribution. Rep. Fac. Sci. Kagoshima Univ. (Math., Phys. & Chem.), 22, 1989, pp. 159-169
- 6- TAKAYA, M., ISHIHARA, N., JOSHIMA, K., SERITA, F. and KOHYAMA, N. Methods in working environments - Estimation of mercury. Sagyo Kankyo (Journal of Working Environment), 23 (5), 2002, 62-68 (in Japanese)
- 7- EN 1540:1998, Workplace atmospheres –Terminology
- 8- EN 1232:1997, Workplace atmospheres — Pumps for personal sampling of chemical agents - Requirements and test methods
- 9- American Conference of Government Industrial Hygienists (ACGIH), Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents; Biological Exposure Indices . ACGIH, Cincinnati, OH, USA (updated annually). <http://www.acgih.org/>
- 10- EN 1076:1997, Workplace atmospheres — Pumped sorbent tubes for the determination of gases and vapours - Requirements and test methods
- 11- ISO 3534-2:2006, Statistics — Vocabulary and symbols — Part 2: Applied statistics
- 12- ISO Guide 98, Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)
- 13- ISO Guide 99, International vocabulary of basic and general terms in metrology (VIM)

- 14- EN 689:1995, Workplace atmospheres — Guidance for the assessment of exposure by inhalation to chemical agents for comparison with limit values and measurement strategy
- 15- Nippon Instrument Corporation, Model WA-4 mercury analyzer 1) . NIC, Tokyo, Japan <http://www.nic-mercury.com/> , <http://www.agssci.com/>, <http://testchemeng.republika.pl/> and <http://www.dairix.com.br/>
- 16- ISO 7708, Air quality — Particle size fraction definitions for health-related sampling
- 17- FOSTER, R.D., HOWE, A.M. and GARDINER, P.H.E. Measurement of mercury in workplace air: Part 2: Development and validation of MDHS 16/2 . Health and Safety Laboratory, Sheffield, United Kingdom (2002). <http://www.hsl.gov.uk/>
- 18- MENKE, R. and WALLIS, G. Detection of mercury in air in the presence of chlorine and water vapour. Am. Ind. Hyg. Assoc. J. , 41, 1980, pp. 120-124
- 19- SEPTON, J. An evaluation of hopcalite sampling methods for mercury, OSHA PE-15, United States Occupational Safety and Health Administration (OSHA), Salt Lake City, UT, USA (1994). <http://www.osha.gov/>
- 20- ASTM 1370-96, Standard guide for air sampling strategies for worker and workplace protection
- 21- EN 482:1994, Workplace atmospheres — General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents
- 22- ASTM D 4840-99 (2004), Standard guide for sampling chain-of-custody procedures
- 23- TAKAYA, M. and KOHYAMA, N. An improved gold amalgam method for measurement of mercury vapour in the workplace. J. Occup. Environ. Hyg., 1, 2004, pp. D75-D79
- 24- SCHROEDER, W.H., LAMBORG, C., SCHNEEBERGER, D., FITZGERALD, W.F. and SRIVASTAVA, B. Comparison of a manual method and an automated analyser for determining total gaseous mercury in ambient air. In: Proceedings of the 10th International Conference on Heavy Metals in the Environment (eds. WILKEN, R.-D., FÖRSTNER, U. and KNÖCHEL, A.), CEP Consultants Ltd., Edinburgh, UK, 1995, Vol. 2, pp. 57-60
- 25- WEST, C.D. Relative effect of molecular absorption on atomic absorption and atomic fluorescence, Anal. Chem. , 46, 1974, pp. 797-799