



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱-۱۹۱۷۵

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO  
19175-1  
1st.Edition  
2015

هوای محیط کار - تعیین اسیدهای غیر آلی با روش  
کروماتوگرافی یونی - قسمت ۱: اسیدهای غیر  
فرار - سولفوریک اسید و فسفریک اسید

**Workplace atmospheres - Determination  
of inorganic acids by ion chromatography  
Part 1: Non-volatile acids  
sulfuric acid and phosphoric acid**

ICS: 13.040.30

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

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

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

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

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

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

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

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« هوای محیط کار - تعیین اسیدهای غیر آلی با روش کروماتوگرافی یونی - قسمت ۱: اسیدهای غیر فرار -

سولفوریک اسید و فسفریک اسید»

رئیس:

مرادی، هیرش

(فوق لیسانس شیمی گرایش پلیمر)

سمت و/یا نمایندگی

شرکت تولیدی بتن شیمی خاور میانه

دبیر:

حسن‌زاده، شهناز

(لیسانس زیست شناسی)

اداره کل استاندارد استان کردستان

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آقایی، داوود

(لیسانس محیط زیست)

مجتمع پتروشیمی تبریز

نبی، احسنی

(فوق لیسانس محیط زیست)

اداره کل محیط زیست استان کردستان

بطی، فرید

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان کردستان

جواهری، هومن

(فوق لیسانس شیمی)

مجتمع پتروشیمی کردستان

حجت جلالی، مژگان

(لیسانس زیست شناسی)

آزمایشگاه آب و فاضلاب استان کردستان

ظروفچی بنیس، خالد

(فوق لیسانس شیمی گرایش محیط زیست)

دانشگاه صنعتی سهند تبریز

غلامیان، سحر

(دکتر شیمی معدنی)

دانشگاه کردستان

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد - ادامه

دانشگاه صنعتی سهند تبریز	کریمی، اسدالله (دکتر مهندسی شیمی)
دانشگاه تبریز	کیوانی نهر، فاطمه (دکتر مهندسی علوم و صنایع غذایی)
شرکت صنایع فرآوری پتروشیمی غرب	محمدی، روناک (فوق لیسانس شیمی تجزیه)
شرکت سلامت اندیشان صنعت غرب	منصوری، هوشنگ (لیسانس بهداشت حرفه‌ای)
دانشگاه آزاد اسلامی ایران - واحد سنندج	نصری، فریبرز (دکتر شیمی تجزیه)
اداره کل استاندارد استان کردستان	یزدانی، ژبلا (فوق لیسانس شیمی فیزیک)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۱۱	۴ اصول آزمون
۱۱	۵ الزامات
۱۲	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۱۴	۷ وسایل
۲۰	۸ ارزیابی تماس شغلی
۲۲	۹ نمونه‌برداری
۲۸	۱۰ تجزیه و تحلیل
۳۴	۱۱ بیان نتایج
۳۵	۱۲ کارایی روش
۳۷	۱۳ گزارش آزمون
۳۹	پیوست الف (اطلاعاتی) تصحیح دما و فشار
۴۱	پیوست ب (اطلاعاتی) کتابنامه

## پیش‌گفتار

استاندارد " « هوای محیط کار- تعیین اسیدهای غیر آلی با روش کروماتوگرافی یونی- قسمت ۱: اسیدهای غیر فرار- سولفوریک اسید و فسفریک اسید» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در شصت و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۱۷ 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 تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ISO 21438-1:2007, Workplace atmospheres - Determination of inorganic acids by ion chromatography - Part 1: Non-volatile acids -sulfuric acid and phosphoric acid

## مقدمه

سلامت کارگران در بسیاری از صنایع بر اثر استنشاق بخارات اسیدهای خاصی مانند سولفوریک اسید یا فسفریک اسید در معرض خطر قرار دارد. متخصصان بهداشت صنعتی و دیگر متخصصان سلامت عمومی برای کنترل تماس کارگران نیاز به تعیین اثر بخشی اقدامات به کار گرفته شده دارند که با اندازه‌گیری هوای محیط کار به دست می‌آید. این استاندارد به منظور ایجاد یک روش قابل دسترس برای اندازه‌گیری تماس با اسیدهای خاص مورد استفاده در صنعت، تهیه شده است. این روش برای سازمان‌های مرتبط با بهداشت و ایمنی کار، متخصصان بهداشت صنعتی و دیگر متخصصان سلامت عمومی، آزمایشگاه‌های تجزیه و استفاده کنندگان از سولفوریک اسید و فسفریک اسید صنعتی و کارکنان آن‌ها مفید است.

در این استاندارد فرض شده است که اجرای مقررات آن و تفسیر نتایج به دست آمده به‌طور ویژه به افراد مجرب و با تجربه سپرده می‌شود.

## هوای محیط کار - تعیین اسیدهای غیر آلی با روش کروماتوگرافی یونی

### قسمت ۱: اسیدهای غیر فرار - سولفوریک اسید و فسفریک اسید

#### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری میانگین وزنی - زمانی غلظت جرمی سولفوریک اسید و فسفریک اسید در هوای محیط کار به روش کروماتوگرافی یونی می‌باشد.

این استاندارد برای موارد زیر کاربرد دارد:

الف- همانطور که در استاندارد ISO 7708 و نمونه‌گیری ساکن (سطح) تعریف شده است، از طریق نمونه‌گیری فردی از بخشی از ذرات قابل استنشاق موجود در هوا،

ب- روش تجزیه‌ای مورد بحث برای تعیین مقادیر جرمی سولفوریک اسید و فسفریک اسید از  $0.005 \text{ mg}$  تا  $210 \text{ mg}$  در هر نمونه، بدون رقیق کردن.

دامنه غلظت سولفوریک اسید و فسفریک اسید موجود در هوا برای روش اندازه‌گیری به کار گرفته شده به وسیله روش نمونه‌گیری انتخاب شده توسط کاربر تعیین می‌شود. برای نمونه هوای با حجم  $1 \text{ m}^3$ ، محدوده کاری، تقریباً از  $0.005 \text{ mg/m}^3$  تا  $210 \text{ mg/m}^3$  است.

این استاندارد برای موارد زیر کاربرد ندارد:

الف- برای تعیین گوگرد تری اکسید؛

ب- برای تفکیک بین اسیدها و نمک‌های آن‌ها در صورتی که هر دو در هوا موجود باشند؛

ج- برای تشخیص بین فسفریک اسید و پنتا اکسید دی فسفر، در صورت موجود بودن هر دو ترکیب در محل کار.

#### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد 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 مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای 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، شیشه آلات 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 توصیف‌های کاربر
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۱۵۰۴، سال ۱۳۸۸، تجهیزات حجم‌سنجی پیستونی، قسمت ۲: پیپت‌های پیستونی
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۶-۱۱۵۰۴، سال ۱۳۸۸، تجهیزات حجم‌سنجی پیستونی، قسمت ۶: روش‌های گراویمتری جهت تعیین خطای اندازه‌گیری

- 2-6 ISO 7708:1995, Air quality — Particle size fraction definitions for health-related sampling
- 2-7 EN 13205, Workplace atmospheres — Assessment of performance of instruments for measurement of airborne particle concentrations

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

#### ۱-۳ تعاریف کلی

##### ۱-۱-۳

#### عامل شیمیایی<sup>۱</sup>

هر عنصر یا ترکیب شیمیایی، که به تنهایی یا در حالت مخلوط به صورت طبیعی وجود داشته یا تولید شود، به طوری که یا از آن استفاده شود یا به عنوان پسماند به وسیله هر فعالیتی آزاد گردد، عامل شیمیایی گفته می‌شود. این عنصر، ترکیب یا پسماند می‌تواند خواسته یا ناخواسته تولید شود یا در معرض استفاده قرار داده شود یا نشود (به بند [۱] کتابنامه مراجعه شود).

---

1 - Chemical agent

### ۲-۱-۳

#### منطقه تنفسی<sup>۱</sup>

در "تعریف عمومی" فضای اطراف صورت کارگر است که او بتواند در آن نفس بکشد.

در "تعریف فنی" نیمکره‌ای است (به طور کلی نیمکره‌ای که شعاع آن ۰٫۳m است) که در جلوی صورت انسان قرار دارد و مرکز آن نقطه میانی خط اتصال گوش‌ها به همدیگر است. مبنای این نیمکره سطحی است که خط اتصال گوش‌ها به همدیگر را در بر گرفته و از بالا به سر و از پایین به جنجره محدود می‌شود.

یادآوری ۱- این تعریف در صورت استفاده از تجهیزات حفاظتی تنفسی، کاربرد ندارد.

یادآوری ۲- (به بند [۱] کتابنامه مراجعه شود) مراجعه شود.

### ۳-۱-۳

#### مواجهه (از طریق استنشاق)<sup>۲</sup>

موقعیتی که در آن عامل شیمیایی موجود در هوا توسط افراد استنشاق شود.

### ۴-۱-۳

#### روش اندازه‌گیری<sup>۳</sup>

روشی برای نمونه‌برداری و تجزیه و تحلیل یک یا چند عامل شیمیایی در هوا و شامل ذخیره سازی و انتقال نمونه است.

### ۵-۱-۳

#### زمان عملیاتی<sup>۴</sup>

طول دوره‌ای که پمپ نمونه‌برداری می‌تواند در سرعت جریان مشخص شده و فشار برگشتی بدون شکست و یا تعویض باتری عمل کند (به بند [۲] کتابنامه مراجعه شود).

---

1 - Breathing zone  
2- Exposure (by inhalation)  
3- Measuring procedure  
4- Operating time

۳-۱-۶

میانگین وزنی - زمانی غلظت<sup>۱</sup>

**TWA غلظت**

میانگین غلظت یک عامل شیمیایی در هوا، در مدت زمان مرجع است.

یادآوری - جزئیات بیشتر TWA غلظت در بند [۳] کتابنامه قابل دسترس است.

۳-۱-۷

مقدار حد<sup>۲</sup>

مقدار مرجع برای غلظت یک عامل شیمیایی در هوا است.

یادآوری - به عنوان مثال حد آستانه مجاز (TLV<sup>۳</sup>) برای یک ماده داده شده در هوای محیط کار است (به مرجع بند ۳ کتابنامه مراجعه شود).

۳-۱-۸

دوره زمانی مرجع<sup>۴</sup>

دوره زمانی تعیین شده که برای مقدار حد مجاز عامل شیمیایی خاص بیان شده است.

یادآوری - مثال‌های مقادیر حد آستانه مجاز برای دوره‌های زمانی مرجع مختلف، حدود مجاز مواجهه طولانی مدت و کوتاه مدت می‌باشند. (به بند [۳] کتابنامه مراجعه شود).

۳-۱-۹

محل کار<sup>۵</sup>

منطقه یا محل‌های تعریف شده که در آن‌ها فعالیت‌های کاری انجام می‌شود (به بند [۱] کتابنامه مراجعه شود).

۳-۲ اصطلاحات و تعاریف بخش اندازه ذرات

۳-۲-۱

کنوانسیون استنشاق<sup>۶</sup>

---

1-Time-Weighted Average concentration TWA concentration

2 - Limit value

3 -Threshold Limit Value

4 -Reference period

5- Workplace

6 -Inhalable convention

مشخصات مورد نظر برای تجهیزات نمونه‌برداری وقتی که بخش مورد توجه، بخش قابل استنشاق است. (به بند ۲-۴ استاندارد ISO 7708: 1995 مراجعه شود).

۲-۲-۳

### کسر استنشاقی<sup>۱</sup>

کسر جرمی از کل ذرات موجود در هوا که از طریق بینی و دهان استنشاق می‌شود.

یادآوری - کسر استنشاقی به سرعت و جهت حرکت هوا، میزان سرعت تنفس و سایر عوامل بستگی دارد (به بند ۲-۳ استاندارد ISO 7708: 1995 مراجعه شود).

۳-۲-۳

### کل ذرات موجود در هوا<sup>۲</sup>

همه ذرات موجود و احاطه شده در یک حجم معین از هوا است.

یادآوری - از آنجایی که مکانیسم همه دستگاه‌های اندازه‌گیری تا حدی وابسته به اندازه ذرات است، بنابراین اندازه‌گیری غلظت کل ذرات موجود در هوا غیر ممکن است (به بند ۲-۱۳ استاندارد ISO 7708: 1995 مراجعه شود).

### ۳-۳ اصطلاحات نمونه‌برداری

۱-۳-۳

#### نمونه‌گیر فردی<sup>۳</sup>

دستگاه متصل شده به فرد، که گازها، بخارات یا ذرات موجود در منطقه تنفسی را برای تعیین مواجهه با مواد شیمیایی جمع‌آوری می‌کند (به بند [۱] کتابنامه مراجعه شود).

۲-۳-۳

#### نمونه‌برداری فردی<sup>۴</sup>

فرآیند نمونه‌برداری که با استفاده از نمونه‌گیر فردی انجام می‌شود (به بند [۱] کتابنامه مراجعه شود).

---

1 -Inhalable fraction  
2 -Total airborne particles  
3 -Personal sampler  
4 -Personal sampling

۳-۳-۳

### تجهیزات نمونه برداری<sup>۱</sup>

#### نمونه گیر

وسیله‌ای برای جمع‌آوری ذرات موجود در هوا است.

یادآوری - این تعریف برای اهداف این استاندارد آورده شده است.

مثال‌ها - دستگاه‌های مورد استفاده برای جمع‌آوری ذرات موجود در هوا شامل قسمت اصلی نمونه‌برداری، نگه‌دارنده‌های فیلتر، جعبه‌های فیلتر و غیره می‌باشند.

۴-۳-۳

### نمونه برداری ساکن<sup>۲</sup>

#### محل نمونه برداری

فرآیند نمونه برداری هوا که در یک محل ویژه انجام می‌گیرد.

### ۴-۳ تعاریف آزمایشگاهی

۱-۴-۳

#### محلول شاهد<sup>۳</sup>

محلول آماده شده با برداشتن از معرف شاهد، آزمایشگاه شاهد (به بند ۳-۴-۶ مراجعه شود) یا حوزه شاهد (به بند ۳-۴-۵ مراجعه شود) توسط همان روشی که برای حل نمونه مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۲-۴-۳

#### محلول شاهد کالیبراسیون<sup>۴</sup>

محلول کالیبراسیون بدون اضافه کردن هر گونه محلول استاندارد کار تهیه می‌شود.

یادآوری - غلظت سولفات و فسفات در محلول شاهد کالیبراسیون نزدیک به صفر در نظر گرفته می‌شود.

- 
- 1 - Sampling instrument - sampler
  - 2 - Static sampling- area sampling
  - 3 - Blank solution
  - 4 - Calibration blank solution

۳-۴-۳

### محلول کالیبراسیون<sup>۱</sup>

محلولی که با رقیق کردن محلول استاندارد تهیه می‌شود، حاوی غلظتی از سولفات و فسفات است که برای استفاده از آن جهت کالیبراسیون دستگاه آنالیز مناسب است.

۴-۴-۳

### محلول استخراج<sup>۲</sup>

حلال یا محلول مورد استفاده برای حل کردن تجزیه‌شونده<sup>۳</sup>/تجزیه‌شونده‌های مورد نظر است.

۵-۴-۳

### حوزه شاهد<sup>۴</sup>

فیلتری است که با استفاده از روش اجرایی مشابه به عنوان نمونه گرفته می‌شود (غیر از فیلتری که برای نمونه-برداری استفاده می‌شود) در نمونه‌گیر قرار می‌گیرد و به محل نمونه‌برداری منتقل شده و سپس برای تجزیه و تحلیل به آزمایشگاه برگردانده می‌شود.

۶-۴-۳

### آزمایشگاه شاهد<sup>۵</sup>

فیلتری است که از آن استفاده نشده و از آزمایشگاه خارج نمی‌شود اما از میان همان سری فیلترهایی که برای نمونه‌برداری استفاده می‌شوند، انتخاب می‌شود.

۷-۴-۳

### محدوده دینامیکی خطی<sup>۶</sup>

محدوده‌ای از غلظت‌ها که در طول آن منحنی کالیبراسیون سولفات یا فسفات خطی است.

یادآوری - محدوده دینامیکی خطی، از حد آشکارسازی تا شروع انحنا کالیبراسیون گسترش می‌یابد.

- 
- 1 - Calibration solution
  - 2 - Extraction solution
  - 3 - Analyte
  - 4 - Field blank
  - 5 - Laboratory blank
  - 6- Linear dynamic range

۸-۴-۳

#### معرف شاهد<sup>۱</sup>

تمام معرف‌های مورد استفاده در حل کردن نمونه، به همان مقداری که برای تهیه آزمایشگاه شاهد، حوزه شاهد و محلول‌های نمونه استفاده می‌شود.

۹-۴-۳

#### حل کردن نمونه<sup>۲</sup>

فرایند تهیه محلول حاوی سولفات و فسفات از یک نمونه، که ممکن است در طول فرایند نمونه کاملاً حل شود یا فرایند حل شدن نمونه کامل نباشد.

۱۰-۴-۳

#### آماده‌سازی نمونه<sup>۳</sup>

تمام عملیات انجام شده بر روی یک نمونه، پس از انتقال و ذخیره‌سازی، که آنرا برای تجزیه و تحلیل آماده می‌کند در صورت لزوم شامل تبدیل نمونه به یک حالت قابل اندازه‌گیری است.

۱۱-۴-۳

#### محلول نمونه<sup>۴</sup>

محلول تهیه شده از یک نمونه به وسیله فرایند حل کردن نمونه است.

یادآوری - ممکن است لازم باشد، یک محلول نمونه اساس عملیات بعدی شود، به عنوان مثال رقیق سازی، به منظور تولید یک محلول آزمون که برای تجزیه و تحلیل آماده می‌باشد.

۱۲-۴-۳

#### محلول استاندارد ذخیره<sup>۵</sup>

محلول مورد استفاده برای تهیه محلول‌های کالیبراسیون، حاوی سولفات و/یا فسفات در غلظت تصدیق شده که قابل ردیابی به استانداردهای ملی است.

- 
- 1 - Reagent blank
  - 2- Sample dissolution
  - 3- Sample preparation
  - 4- Sample solution
  - 5- Stock standard solution

۱۳-۴-۳

### محلول آزمون<sup>۱</sup>

محلول شاهد یا محلول نمونه است که اساس کلیه عملیات مورد نیاز (به عنوان مثال رقیق سازی) برای رساندن به حالتی است که آن را برای تجزیه و تحلیل آماده کند.

یادآوری - اگر این محلول ها قبل از تجزیه و تحلیل اساس هرگونه عملیات بعدی نباشند، محلول آزمون شاهد، محلول شاهد است و محلول آزمون نمونه، محلول نمونه می باشد.

۱۴-۴-۳

### محلول کار استاندارد<sup>۲</sup>

محلولی آماده شده با رقیق سازی محلول/محلول های استاندارد ذخیره، که حاوی غلظتی از سولفات و فسفات است که این غلظت برای تهیه محلول های کالیبراسیون مناسب تر از غلظت سولفات و فسفات محلول های استاندارد ذخیره است.

۵-۳ اصطلاحات آماری

۱-۵-۳

### بازبایی تجزیه ای<sup>۳</sup>

نسبت جرم اندازه گیری شده تجزیه شونده، در زمان تجزیه نمونه، به جرم شناخته شده تجزیه شونده در آن نمونه است، که به صورت درصد نشان داده می شود.

۲-۵-۳

### اریبی<sup>۴</sup>

اریبی ثابت از نتایج یک فرایند اندازه گیری از مقدار واقعی مشخصه کیفیت هوا است.

۳-۵-۳

### عامل پوشش<sup>۵</sup>

$k$

- 
- 1 -Test solution
  - 2- Working standard solution
  - 3 -Analytical recovery
  - 4 -Bias
  - 5 -Coverage factor



عددی است بزرگتر از یک که در عدم قطعیت اندازه‌گیری مرکب ضرب می‌شود تا عدم قطعیت اندازه‌گیری گسترده به دست آید.

یادآوری -  $k$  یک فاکتور پوشش است که، به طور معمول در محدوده ۲ تا ۳ می‌باشد.

۴-۵-۳

عدم قطعیت استاندارد مرکب<sup>۱</sup>

$u_C$

هنگامی که نتایج از مقادیر عددی سایر کمیت‌ها به دست آمده باشد، عدم قطعیت استاندارد نتایج اندازه‌گیری برابر با ریشه دوم مثبت مجموع عبارات است. عبارات شامل واریانس‌ها یا کوواریانس‌های سایر کمیت‌های وزنی با توجه به چگونگی نتیجه اندازه‌گیری با تغییرات کمیت‌ها می‌باشند.

۵-۵-۳

عدم قطعیت بسط یافته<sup>۲</sup>

کمیت تعریف شده یک بازه‌ی زمانی در مورد نتیجه یک اندازه‌گیری است که ممکن است شامل کسر بزرگی از توزیع مقادیری باشد که می‌توان به‌طور منطقی به اندازه‌گیری شونده نسبت داده شود (به بند [۴] کتابنامه مراجعه شود).

دقت<sup>۳</sup>

نزدیکی توافق بین نتایج به دست‌آمده، با چند بار تکرار روش، تحت شرایط تعیین شده است.

۶-۵-۳

مقدار واقعی<sup>۴</sup>

مقداری که مشخص‌کننده‌ی یک کمیت کاملاً تعریف شده در شرایط موجود است، زمانی که آن کمیت در حال بررسی است.

یادآوری - مقدار واقعی یک مفهوم نظری است و به‌طور کلی، دقیقاً شناخته نمی‌شود.

- 
- 1- Combined standard uncertainty
  - 2- Expanded uncertainty
  - 3 - Precision
  - 4 - True value

عدم قطعیت (اندازه‌گیری)<sup>۱</sup>

پارامتری مربوط به نتیجه اندازه‌گیری، مقادیری را مشخص می‌کند که می‌توان به طور منطقی به کمیت مورد اندازه‌گیری نسبت داد.

یادآوری ۱- به‌عنوان مثال پارامتر می‌تواند، انحراف معیار (یا مضرب مشخصی از آن) و/یا دامنه وگستره یک فاصله اطمینان باشد.

یادآوری ۲- عدم قطعیت اندازه‌گیری، به طور کلی، شامل بسیاری از مولفه‌هاست. برخی از این مولفه‌ها را می‌توان از توزیع آماری مقادیر حاصل از یک سری از اندازه‌گیری‌ها ارزیابی کرد و با انحراف معیار مشخص نمود. سایر مولفه‌ها، که می‌تواند توسط انحراف معیار مشخص شود، از فرض توزیع احتمال بر اساس تجربه یا سایر اطلاعات مورد ارزیابی قرار می‌گیرد. بند ۴ کتابنامه برای موارد مختلف به عنوان ارزیابی عدم قطعیت نوع A و B مرجع است.

## ۴ اصول آزمون

۱-۴ حجم مشخصی از هوا برای جمع‌آوری بخار اسید به داخل یک فیلتر کشیده می‌شود. فیلتر برای جمع‌آوری باقیمانده ذرات هوایی قابل تنفس در یک نمونه‌گیر طراحی شده، نصب شده است (به بند ۷-۱-۱ مراجعه شود).

۲-۴ سپس نمونه جمع‌آوری شده، با آب (به بند ۶-۱ مراجعه شود) و یا شوینده (به بند ۱۰-۱-۱ مراجعه شود)، بدون گرم کردن مخلوط شده، تا سولفوریک اسید و فسفریک اسید استخراج شود.

۳-۴ حجم‌های مشخص از محلول نمونه‌ها برای جدا کردن سولفات و/یا فسفات استخراج شده از دیگر آنیون‌ها توسط کروماتوگرافی یونی مورد استفاده قرار می‌گیرند. پس از این جداسازی، آنیون‌ها با استفاده از آشکارساز رسانایی اندازه‌گیری می‌شوند.

۴-۴ نتایج تحلیلی توسط رسم رسانایی اندازه‌گیری شده به عنوان تابعی از غلظت به دست می‌آید. نتایج را می‌توان برای ارزیابی حرفه‌ای تماس با سولفوریک اسید و فسفریک اسید و (دی فسفر پنتا اکسید) در هوا به کار برد.

## ۵ الزامات

روش اندازه‌گیری باید با هر استاندارد بین‌المللی، اروپایی یا استاندارد ملی مربوط که الزامات عملکردی مورد نیاز برای روش اندازه‌گیری مواد شیمیایی در هوای محیط کار را مشخص کرده است، مطابقت داشته باشد (به عنوان مثال با بند EN 482).

---

1 - Uncertainty (of measurement)

## ۶ مواد و/یا واکنشگرها

فقط از واکنشگرهای دارای درجه تجزیه‌ای معتبر و تایید شده و همچنین آب مشخص شده در بند ۶-۱ استفاده شود. بهتر است مقادیر شاهد تمام مواد شیمیایی قبل از استفاده بررسی شود.

یادآوری - سولفات‌ها و فسفات‌ها در کل محیط زیست یافت می‌شوند و حضور سولفات‌ها و فسفات‌ها در معرف‌ها می‌تواند به مقادیر بالای شاهد منجر شود.

۱-۶ آب مورد استفاده، از یک سیستم تصفیه که آب بسیار خالص را با مقاومت ویژه بالاتر از  $0.18 M\Omega.m$  تهیه می‌کند، به دست می‌آید.

### ۲-۶ واکنشگرها برای توقف شیمیایی کروماتوگرافی یونی

یادآوری - حلال‌های کربنات سدیم/سدیم هیدروژن کربنات که در زیر مشخص شده‌اند مثالی است که می‌تواند با ستون جداساز برای تجزیه فسفات و سولفات با استفاده از توقف شیمیایی کروماتوگرافی یونی مورد استفاده قرار گیرد. نوشته‌های شرکت سازنده ستون اطلاعاتی را در مورد ترکیب حلال برای استفاده از یک نوع ستون ویژه ارائه خواهد داد.

۱-۲-۶ سدیم کربنات بدون آب ( $NaCO_3$ ) با کسر جرمی بزرگتر از ۹۹٫۹٪.

۲-۲-۶ سدیم هیدروژن کربنات ( $NaHCO_3$ ) با کسر جرمی بزرگتر از ۹۹٫۵٪.

۳-۲-۶ سدیم کربنات / سدیم هیدروژن کربنات استخراج شده و محلول ذخیره حلال شامل:

$Na_2CO_3 \cdot 0.27 mol/l-1$  و  $NaHCO_3 \cdot 0.3 mol/l-1$ .

۲٫۸۶ گرم از سدیم کربنات (بند ۱-۲-۶) و ۰٫۲۵ گرم سدیم هیدروژن کربنات (بند ۲-۲-۶) را در ۲۵ میلی‌لیتر آب (بند ۱-۶) حل کنید و به صورت دورانی مخلوط کنید. مقداری از محلول را به یک ظرف ۱۰۰ میلی‌لیتری (بند ۷-۲-۱) انتقال دهید و با آب (بند ۱-۶) تا علامت مورد نظر رقیق شود و درب ظرف را با چوب پنبه مسدود و کاملاً مخلوط کنید.

۴-۲-۶ سدیم کربنات / سدیم هیدروژن کربنات و محلول حلال  $Na_2CO_3 \cdot 0.27 mol/l$

و  $NaHCO_3 \cdot 0.3 mol/l$ .

۱۰ ml از محلول ذخیره کربنات سدیم/سدیم هیدروژن کربنات بند ۳-۲-۶ را به یک ظرف حجمی یک لیتری (بند ۷-۲-۱) انتقال دهید. با آب (بند ۱-۶) تا علامت مورد نظر رقیق کنید. درب ظرف را با چوب پنبه مسدود و کاملاً مخلوط کنید.

۵-۲-۶ کارتریج برای تولید شوینده<sup>۱</sup>، مناسب برای استفاده با سیستم تولید شوینده در صورتی که به کار گرفته شود (طبق بند ۲-۶-۲-۷).

### ۳-۶ معرف برای کروماتوگرافی یونی توقف الکترونیکی

یادآوری- فتالیک اسید و محلول‌های بورات/گلوکونات که در زیر آمده‌اند دو نمونه از شوینده‌های مورد استفاده برای تجزیه و آنالیز فسفات و سولفات با استفاده از کروماتوگرافی یونی توقف الکترونیکی هستند. نوشته‌های شرکت سازنده ستون اطلاعاتی را در مورد ترکیب شوینده برای استفاده از یک نوع ستون ویژه ارائه خواهد داد.

۱-۳-۶ فتالیک اسید ( $C_8H_6O_4$ )، با کسر جرمی بزرگتر از ۹۹٫۵٪.

۲-۳-۶ استونیتریل ( $C_2H_3N$ )، با درجه HPLC.

۳-۳-۶ متانل ( $CH_4O$ )، با درجه HPLC.

۴-۳-۶ لیتیوم هیدروکسید یک آبه ( $LiOH.H_2O$ )، با کسر جرمی بزرگتر از ۹۹٫۵٪.

۵-۳-۶ بوریک اسید ( $H_3BO_4$ )، با کسر جرمی بزرگتر از ۹۹٫۸٪.

۶-۳-۶ محلول دی گلوکونیک اسید ( $C_6H_{12}O_7$ )، با کسر جرمی حدود ۵۰٪ از دی گلوکونیک اسید در آب (بند ۱-۶).

۷-۳-۶ گلیسرول ( $C_3H_8O_3$ )، با کسر جرمی بزرگتر از ۹۹٪.

۸-۳-۶ استخراج فتالیک اسید و محلول ذخیره شوینده،  $0.1 \text{ mol/l}$  فتالیک اسید در یک مخلوط استونیتریل و متانول به نسبت حجمی ۹ به ۱.

$1.66 \text{ gr}$  از فتالیک اسید (بند ۱-۳-۶) را در مخلوط استونیتریل (بند ۲-۳-۶) و متانول (بند ۳-۳-۶) با نسبت ۹ به ۱، در ظرف یک میلی‌لیتری مناسب حل کنید و باهم مخلوط کنید.

۹-۳-۶ محلول لیتیوم هیدروکساید،  $1 \text{ mol/l}$

$4.2 \text{ gr}$  از لیتیوم هیدروکسید منوهیدرات را در آب (بند ۱-۶) حل کنید. مقدار کمی از محلول را به داخل ظرف حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری (بند ۱-۲-۲-۷) بریزید و با آب (بند ۱-۶) تا علامت ظرف رقیق کنید و سپس درب ظرف را با چوب پنبه مسدود و کاملاً مخلوط کنید.

۱۰-۳-۶ استخراج فتالیک اسید و محلول شوینده به عنوان مثال  $0.005 \text{ mol/l}$  فتالیک اسید با  $\text{pH } 4.9$ .

حجم مناسبی، حدود  $50 \text{ ml}$  از اسید فتالیک (بند ۸-۳-۶) را به ظرف حجمی یک لیتری منتقل کنید و حدود ۹۰۰ میلی‌لیتر آب (بند ۱-۶) را به آن اضافه کنید.  $\text{pH}$  محلول را با لیتیوم هیدروکساید (بند ۹-۳-۶) به ۴٫۹ برسانید و

تا علامت ظرف با آب (بند ۶-۱) رقیق کنید.

#### ۱۱-۳-۶ استخراج بورات/گلوکونات و محلول ذخیره شوینده

۱۷gr از بوریک اسید بند ۶-۳-۵ و ۴/۸gr هیدروکسید لیتیم منوهیدرات (بند ۶-۳-۴) را با ۸/۸ ml دی گلوکونیک اسید (بند ۶-۳-۶) و ۶۲/۵ ml گلیسرول (بند ۶-۳-۷) در آب (بند ۶-۱) حل کنید. مقدار کمی از محلول را به یک فلاسک حجمی ۵۰۰ میلی لیتری (بند ۷-۲-۲-۱) منتقل کرده، تا نشانه ظرف با آب (بند ۶-۱) رقیق کنید. درب ظرف را با چوب پنبه مسدود و کاملاً مخلوط کنید.

#### ۱۲-۳-۶ استخراج بورات/گلوکونات و محلول شوینده

۱۵ ml از محلول ذخیره بورات/گلوکونات (بند ۶-۳-۱۱) و ۱۲۰ ml از استونیتریل (بند ۶-۳-۲) را به یک ظرف حجمی ۱ لیتری منتقل کرده، با آب (بند ۶-۱) تا نشانه ظرف رقیق کرده و با چوب پنبه مسدود و کاملاً مخلوط کنید.

#### ۴-۶ محلول های استاندارد سولفات و فسفات

##### ۱-۴-۶ محلول استاندارد ذخیره سولفات

از یک محلول استاندارد تجاری با غلظت سولفات گواهی شده به عنوان مثال ۱mg/l سولفات با قابلیت ردیابی به استانداردهای ملی استفاده شود. تاریخ انقضاء تولید کننده یا توصیه های نگهداری را رعایت کنید.

##### ۲-۴-۶ محلول استاندارد ذخیره فسفات

از یک محلول استاندارد تجاری با غلظت فسفات گواهی شده به عنوان مثال ۱۰۰۰mg/l فسفات با قابلیت ردیابی به استانداردهای ملی استفاده شود. تاریخ انقضاء تولید کننده یا توصیه های نگهداری را رعایت کنید.

##### ۳-۴-۶ محلول کار استاندارد سولفات و فسفات، ۲۰۰mg/l از سولفات و فسفات

به دقت با پیپت حجم مناسبی به عنوان مثال ۴ ml از محلول استاندارد ذخیره سولفات (بند ۶-۴-۱) و حجم مناسبی به عنوان مثال ۴ ml از محلول استاندارد استوک فسفات (بند ۶-۴-۲) را به ظرف حجمی ۲۰ میلی لیتری (بند ۷-۲-۲-۱) منتقل کنید. با آب (بند ۶-۱) تا نشانه ظرف رقیق کنید و بعد دهانه ظرف را با چوب پنبه مسدود و کاملاً مخلوط کنید. این محلول تازه و ماهانه تهیه شود.

#### ۷ وسایل

##### ۱-۷ تجهیزات نمونه برداری

۱-۱-۷ نمونه گیرها، که مطابق با استاندارد EN13205 برای جمع آوری کسر ذرات قابل استنشاق موجود در هوا طراحی شده اند.

توصیه می شود دستورالعمل محصول عرضه شده توسط تولید کننده مورد مطالعه قرار گیرد تا مشخص شود که آیا

ذرات ماده رسوب کرده بر روی سطوح داخلی نمونه‌گیر بخشی از نمونه محسوب خواهد شد یا نه.

**یادآوری ۱-** به‌طور کلی، نمونه‌گیرهای فردی مورد استفاده برای جمع‌آوری کسر ذرات قابل استنشاق موجود در هوا اگر برای نمونه‌برداری ساکن استفاده شوند، همان مشخصه‌های اندازه انتخابی یکسان را نشان نمی‌دهند.

**یادآوری ۲-** برخی از نمونه‌گیرهای استنشاقی برای جمع‌آوری کسر ذرات قابل استنشاق موجود در هوا بر روی فیلتر طراحی شده‌اند و هر گونه مواد ذره‌ای رسوب یافته بر روی سطوح داخلی نمونه‌گیر جایز نیست. دیگر نمونه‌گیرهای استنشاقی به گونه‌ای طراحی شده‌اند که ذرات موجود در هوا از طریق اوریفیس<sup>۱</sup>/اوریفیس‌های ورودی منطبق با کنوانسیون استنشاق عبور می‌کنند، که در این حالت ذرات رسوب یافته بر روی سطوح داخلی نمونه‌گیر، بخشی از نمونه است (نمونه‌گیرهای نوع دوم به‌طور کلی شامل محفظه فیلتر داخلی یا کارتریج است که می‌تواند از نمونه زدوده شود و این مواد به راحتی استحصال شوند).

**یادآوری ۳-** بند [۷] کتابنامه مثال‌هایی از نمونه‌گیرهای استنشاقی را ارائه می‌دهد که تا سال ۲۰۰۴ الزامات استاندارد EN13205 را داشته و به صورت تجاری در بازار موجود بوده و گزارش‌های منتشر شده در عملکرد آن‌ها را نیز ارائه داده است.

**۷-۱-۲ فیلترها** با قطر مناسب برای استفاده با نمونه‌گیرها (بند ۷-۱-۱) بوده و کارایی جمع‌آوری آن‌ها مساوی یا بزرگتر از ۹۹/۵٪ برای ذرات با قطر انتشار  $0.3\mu\text{m}$  می‌باشند (به استاندارد ISO 7708: 1995 مراجعه شود) و از موادی ساخته شده که برای آماده‌سازی نمونه و روش تجزیه و تحلیل سازگار است.

سولفوریک اسید و فسفریک اسید اسیدهای قوی هستند. این اسیدها با از دست دادن آب، با بسیاری از مواد آلی و مواد پلیمری، واکنش می‌دهند (به عنوان مثال از طریق آب زدایی از این مواد) و باعث تخریب مواد مورد استفاده در ساخت فیلتر می‌شود. بنابراین، انتخاب درست فیلتر مورد استفاده برای جمع‌آوری نمونه‌ها از اهمیت خاصی برخوردار است. فیلتر باید از ماده‌ای تهیه شود که با اسیدها واکنشی از خود نشان ندهد.

همچنین، برخی از فیلترها، به عنوان مثال فیلترهای از جنس الیاف شیشه‌ای، می‌توانند حاوی فلزاتی از جمله باریم باشند که با سولفوریک اسید و/یا فسفریک اسید واکنش نشان می‌دهند و تولید نمک‌های نامحلول می‌کنند. انواع فیلترهای زیر به‌طور کلی برای استفاده مناسب هستند:

- فیلترهای غشایی پلی وینیل کلراید<sup>۲</sup> (PVC) با اندازه منافذ  $5\mu\text{m}$  یا کمتر؛
- فیلترهای غشایی پلی تترا فلورو اتیلن<sup>۳</sup> (PTFE) با اندازه منافذ  $5\mu\text{m}$  یا کمتر؛
- فیلترهای از جنس الیاف کوارتز.

سولفات‌ها و فسفات‌ها در همه جای محیط زیست یافت می‌شوند و حضور سولفات‌ها و فسفات‌ها در مواد فیلتر می‌تواند باعث افزایش مقادیر شاهد شوند. بنابراین ضروری است برای هر دسته از فیلترهای استفاده شده مقادیر شاهد بررسی شود.

---

1 - Orifice  
2 - Polyvinyl chloride  
3 - Polytetrafluoroethylene

۷-۱-۳ پمپ‌های نمونه‌گیری، با سرعت جریان قابل تنظیم، قادر به حفظ سرعت جریان انتخاب شده (به بند ۹-۱-۲ مراجعه شود) در حدود  $\pm 5\%$  ارزش اسمی، در طول دوره نمونه‌برداری هستند (به بند ۹-۱-۲ مراجعه شود).

برای نمونه‌گیری فردی، پمپ‌ها باید بدون توقف عادی قادر به استفاده توسط کارگر باشد. پمپ باید حداقل امکانات زیر را داشته باشد:

- ۷-۱-۳-۱ کنترل اتوماتیک که سرعت جریان حجمی در مورد فشار برگشتی در حال تغییر را ثابت نگه می‌دارد.
- ۷-۱-۳-۲ یا یک شاخص نقص فنی که پس از پایان نمونه‌گیری، نشان می‌دهد که جریان هوا کاهش می‌یابد و یا قطع کن خودکار که اگر سرعت جریان کاهش یابد یا قطع شود، پمپ متوقف گردد.
- ۷-۱-۳-۳ یک وسیله برای تنظیم سرعت جریان، به طوری که بتوان آن‌را تنها با کمک یک ابزار (به عنوان مثال پیچ گوشتی) یا نیاز به دانش خاص برای انجام کار (به عنوان مثال از طریق نرم افزار) به کار انداخت، همچنین از تنظیم مجدد سرعت جریان در مدت زمان استفاده جلوگیری کرد.

یک زمان سنج صحیح، مشخصه اضافی بسیار مطلوبی است.

پمپ تثبیت جریان ممکن است برای حفظ سرعت جریان در محدوده‌های مشخص لازم باشد.

نیاز است که عملکرد پمپ طبق بند [۲] و [۹] کتابنامه به گونه‌ای باشد که:

- نوسانات سرعت جریان از  $10\%$  تجاوز نکند؛
- سرعت جریان تنظیم در محدوده اسمی بیش از  $\pm 5\%$  از مقدار اولیه تحت افزایش فشار برگشتی تغییر نکند؛
- در محدوده دماهای محیط از  $5^{\circ}\text{C}$  تا  $40^{\circ}\text{C}$ ، سرعت جریان اندازه‌گیری شده در شرایط عملیاتی نباید با بیش از  $\pm 5\%$  از سرعت جریان در  $20^{\circ}\text{C}$  مغایرت داشته باشد؛
- زمان عملیات حداقل ۲ ساعت و ترجیحاً ۸ ساعت است؛ و
- سرعت جریان بیش از  $\pm 5\%$  از مقدار اولیه در طول زمان عملیات تغییر نکند.

اگر پمپ نمونه‌برداری در خارج از طیف وسیعی از شرایط مشخص شده مورد استفاده قرار می‌گیرد (طبق بند [۲] و/یا بند [۹] کتابنامه) توصیه می‌شود جهت اطمینان از میزان کارایی الزامات، اقدام مناسب انجام گیرد. به عنوان مثال، در دماهای زیر صفر ممکن است لازم باشد پمپ گرم نگه داشته شود.

۷-۱-۴ جریان‌سنج قابل حمل، با دقت مناسب که قادر است سرعت جریان حجمی در حدود  $\pm 5\%$  اندازه‌گیری شود (به بند ۹-۱-۱-۲ مراجعه شود).

کالیبراسیون جریان‌سنج باید با یک استاندارد اولیه بررسی شود، یعنی جریان‌سنجی که دقت آن قابل ردیابی به

استانداردهای ملی باشد. اگر ممکن باشد (به بند ۹-۱-۳ مراجعه شود) دمای اتمسفر و فشاری که در آن کالیبراسیون جریان سنج مورد بررسی قرار می‌گیرد، ثبت شود.

جریان سنجی که برای اندازه‌گیری استفاده می‌شود، بهتر است قادر به اندازه‌گیری سرعت جریان حجمی  $\pm 2\%$  یا بیشتر باشد.

#### ۵-۱-۷ تجهیزات کمکی

۱-۵-۱-۷ لوله قابل انعطاف، با قطر مناسب برای ساخت اتصال نشتی‌گیر نمونه‌گیر (به بند ۷-۱-۱ مراجعه شود) به پمپ‌های نمونه‌برداری (به بند ۷-۱-۳ مراجعه شود).

۲-۵-۱-۷ کمربندها و/یا قلاب‌ها، که پمپ‌های نمونه‌برداری به راحتی می‌تواند برای نمونه‌برداری فردی ثابت شود (به جز پمپ نمونه‌برداری به اندازه کافی کوچک که در جیب کارگران جا بگیرد).

۳-۵-۱-۷ انبرک ساخته شده یا آلیاژ شده باتفلون PTFE برای بارگیری و تخلیه فیلترها به داخل نمونه‌گیرها (به بند ۹-۲-۲ و ۹-۳-۵ و ۱۰-۱-۲-۲ مراجعه شود).

۴-۵-۱-۷ جعبه‌های کوچک انتقال فیلتر، یا مشابه آن، اگر لازم است (به بند ۹-۵-۱ مراجعه شود) که در آن نمونه‌ها به آزمایشگاه حمل می‌شود.

۵-۵-۱-۷ دماسنج، با محدوده دمایی  $0^{\circ}\text{C}$  تا  $50^{\circ}\text{C}$  و مدرج شده با تقسیمات  $1^{\circ}\text{C}$  یا کمتر برای اندازه‌گیری دمای اتمسفری در صورت نیاز (به بند ۹-۱-۳ مراجعه شود). برای برنامه‌های کاربردی در دماهای زیر صفر، طیفی از دما باید به محدوده مورد نظر اضافه شود.

۶-۵-۱-۷ فشارسنج، مناسب برای اندازه‌گیری فشار اتمسفر، در صورت لزوم (به بند ۹-۱-۳ مراجعه شود).

#### ۲-۷ دستگاه‌های آزمایشگاهی

به‌طور کلی ظروف آزمایشگاهی پلاستیکی یک‌بار مصرف بهتر از ظروف شیشه‌ای است. دستگاه‌های آزمایشگاهی معمول و مخصوص به شرح زیر است:

هشدار- سولفات‌ها و فسفات‌ها در همه جای محیط زیست یافت می‌شوند. این امر می‌تواند باعث افزایش مقادیر شاهد شود. بنابراین لازم است که تمام تجهیزات پلاستیکی یک‌بار مصرف آزمایشگاه‌ها از نظر آلودگی به سولفات‌ها و فسفات‌ها بررسی شده و کلیه دستگاه‌های آزمایشگاهی قبل از استفاده تمیز شوند.

۱-۲-۷ دستکش یک‌بار مصرف، نفوذ ناپذیر، برای جلوگیری از احتمال آلودگی دست‌ها که از تماس با مواد سمی و خورنده جلوگیری می‌کند. دستکش‌های PVC مناسب هستند.

۲-۲-۷ ظروف شیشه‌ای، ظروف ساخته شده از شیشه بوروسیلیکات ۳/۳ مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۶۳ که قبل از استفاده با آب (بند ۶-۱) تمیز شده‌اند.



ظروف ممکن است متناوباً با مواد شوینده آزمایشگاهی مناسب و با استفاده از ماشین شستشوی آزمایشگاهی شسته شده و پس از آن به طور کامل با آب (بند ۶-۱) شستشو داده شوند.

۷-۲-۲-۱ یک فلاسک حجمی نشاندار، در حجم‌های ۱۰ میلی‌لیتری تا ۱ لیتری مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰.

۷-۲-۲-۲ پیپت نشاندار، مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹.

۷-۲-۲-۳ تجهیزات آزمایشگاهی پلاستیکی.

۷-۲-۳-۱ فلاسک‌های حجمی نشاندار، در حجم‌های ۱۰ میلی‌لیتری تا ۱ لیتری.

۷-۲-۳-۲ ظروف پلی اتیلن با در پیچ‌شونده، ۱۰ میلی‌لیتری.

۷-۲-۳-۳ بشرهای، ۵۰ میلی‌لیتری.

۷-۲-۳-۴ لوله سانتریفیوژ مدرج، ۱۵ میلی‌لیتری در پیچ‌شونده.

۷-۲-۳-۵ قیف‌های فیلتر، از جنس پلی‌پروپیلن، با اندازه مناسب برای استفاده در انتقال و شستشو از سطوح داخلی نمونه‌گیر به داخل یک لوله (به بند ۷-۱-۱ مراجعه شود).

۷-۲-۳-۶ فیلترهای یکبار مصرف تفلونی (PTFE) با اندازه منافذ  $0.45 \mu\text{m}$  برای استفاده در کروماتوگرافی یونی.

۷-۲-۳-۷ سرنگ یکبار مصرف، ۲ میلی‌لیتری یا ۵ میلی‌لیتری، با سوزن  $60 \text{ mm} \times 0.6$ .

۷-۲-۳-۸ شیشه نمونه بردار اتوماتیک، ۱/۵ میلی‌لیتری تا ۲ میلی‌لیتری.

۷-۲-۴ دستگاه‌های حجمی پیستونی، با ظرفیت‌های ۵۰  $\mu\text{l}$  تا ۱۰ ml، مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۵۰۴-۱ و آزمایش شده مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۵۰۴-۶، پیپتورها مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۵۰۴-۲ و به عنوان جایگزینی برای پیپت نشاندار، که برای آماده‌سازی محلول‌های استاندارد، محلول‌های کالیبراسیون و رقیق‌سازی نمونه‌ها به کار می‌روند.

۷-۲-۵ حمام اولتراسونیک، ترجیحاً با یک زمان‌سنج، مناسب برای استفاده در روش استخراج اولتراسونیک برای سولفوریک اسید یا فسفریک اسید (به بند ۱۰-۱-۲-۱-۱ مراجعه شود).

۷-۲-۶ کروماتوگراف یونی، دارای اجزای ذکر شده در بند ۷-۲-۶-۱ تا ۷-۲-۶-۱۰ قطعات و لوله‌هایی که در تماس با محلول نمونه یا شوینده می‌باشند که باید تا حد امکان شامل مواد بی‌اثر مانند پلی اتر اتر کتون (PEEK) باشد.

۷-۲-۶-۱ پمپ، که قادر به ارائه جریان ثابت در حدود دامنه ۵ ml/min تا ۱۰ ml/min در فشار ۱۵ MPa تا

۱۵۰MPa باشد.

۲-۶-۲-۷ سیستم تولید شوینده، برای تولید شوینده‌ای مناسب جهت استفاده در ستون جداساز انتخابی به عنوان جایگزینی برای شوینده تهیه شده به روش دستی (به بند ۷-۲-۶-۵ مراجعه شود).

۳-۶-۲-۷ سیستم تزریق نمونه با حجم کم، شیر غیر فلزی مجهز به حلقه نمونه با حجم تا ۵۰۰ μl، برای تزریق محلول نمونه به جریان شوینده است.

۴-۶-۲-۷ ستون محافظ، قبل از ستون جداکننده (به بند ۷-۲-۶-۵ مراجعه شود) که برای محافظت از رسوب ذرات یا جذب شدید ترکیبات آلی محلول نمونه، قرار داده شده است.

۵-۶-۲-۷ ستون جداکننده.

۱-۵-۶-۲-۷ ستون جداکننده برای توقف شیمیایی کروماتوگرافی یونی، بسته‌بندی شده با رزین آنیون غشایی تغییر یافته با ظرفیت بالا، مناسب برای انحلال مجدد سولفات‌ها و فسفات‌ها از سایر آنیون‌های معدنی است.

۲-۵-۶-۲-۷ ستون جداکننده برای توقف الکترونیکی کروماتوگرافی یونی، با سیلیکات پلیمرهای آلی بسته بندی شده، برای حل سولفات‌ها و فسفات‌ها مناسب‌تر از سایر آنیون‌های معدنی می‌باشد.

۶-۶-۲-۷ واحد متوقف‌کننده برای توقف شیمیایی کروماتوگرافی یونی، مناسب برای استفاده با ستون جداکننده (به بند ۷-۲-۶-۱ مراجعه شود).

۷-۶-۲-۷ آشکارساز رسانایی، حجم کم و جریان داخل سلول، با یک مسیر جریان غیر فلزی.

یادآوری - آشکارساز رسانایی با هر دو توقف کننده شیمیایی و الکترونیکی کروماتوگرافی یونی می‌تواند استفاده شود.

۸-۶-۲-۷ آشکارساز UV-Vis با مسیر جریان با حجم پایین.

یادآوری - آشکارساز UV-Vis با توقف کننده الکترونیکی کروماتوگرافی یونی جهت عکس آشکار ساز UV می‌تواند استفاده شود.

۹-۶-۲-۷ ثبت کننده، انتگرال یا کامپیوتر، سازگار با خروجی آشکارساز، قادر به ثبت پاسخ آشکارساز به عنوان یک تابع از زمان، به منظور اندازه‌گیری ارتفاع پیک یا منطقه. استفاده از سیستم خودکار توصیه می‌شود.

۱۰-۶-۲-۷ منبع ذخیره شوینده، شامل یک ظرف مناسب برای ذخیره سازی شوینده یا آب (بند ۶-۱) قابل استفاده برای تولید شوینده (به بند ۷-۲-۶-۲ مراجعه شود).

۷-۲-۷ pH متر

## ۸ ارزیابی تماس شغلی

### ۱-۸ کلیات

این استاندارد مربوط به گرفتن نمونه‌های فردی و ساکن می‌باشد. ارجاع به استانداردهای بین‌المللی، اروپایی و ملی (به عنوان مثال بندهای [۶] و [۱۱] و [۱۲] کتابنامه) به منظور راهنمایی در خصوص چگونگی توسعه یک استراتژی ارزیابی مناسب و راهنمایی کلی در استراتژی اندازه‌گیری است.

### ۲-۸ نمونه‌برداری فردی

چون غلظت سولفوریک اسید و فسفریک اسید در منطقه تنفسی می‌تواند متفاوت از میزان پس زمینه در محل کار باشد، قرار گرفتن کارگران در معرض سولفوریک اسید و فسفریک اسید به طور معمول باید توسط نمونه‌گیرهای فردی تعیین شود.

### ۳-۸ نمونه‌برداری ساکن

نمونه‌برداری ساکن ممکن است، در صورت لزوم، برای ارزیابی تماس کارگران در وضعیتی که در آن نمونه‌برداری فردی امکان نیست (به یادآوری بند ۹-۱-۲-۱ برای یک نمونه در چنین وضعیتی مراجعه شود) برای مشخص کردن میزان پس زمینه از سولفوریک اسید و فسفریک اسید در محل کار به منظور ارائه نشانه‌ای از اثربخشی تهویه و یا ارائه اطلاعات محل و شدت منبع انتشار انجام می‌شود.

### ۴-۸ انتخاب شرایط و الگوی اندازه‌گیری

#### ۱-۴-۸ کلیات

۱-۱-۴-۸ نمونه‌برداری باید به گونه‌ای انجام شود که تا حد امکان با حداقل دخالت کارگر و کارایی طبیعی شغلی همراه باشد و نمونه‌هایی تهیه شود که نشان دهنده شرایط کار طبیعی و سازگار با روش تجزیه‌ای باشند.

۲-۱-۴-۸ الگوی نمونه‌برداری باید شامل موضوعات عملی مانند ماهیت کار اندازه‌گیری و تواتر و طول مدت فعالیت‌های کاری خاص باشد.

#### ۲-۴-۸ اندازه‌گیری‌های غربالگری از میانگین غلظت زمانی - وزنی در زمان و/یا مکان

اندازه‌گیری غربالگری از میانگین غلظت زمانی - وزنی در زمان و/یا مکان ممکن است به منظور ارائه اطلاعات در مورد الگوی احتمالی غلظت مواد شیمیایی انجام شود. آن‌ها می‌توانند برای شناسایی مکان و دوره‌های قرار گرفتن در معرض موارد بالا، مورد استفاده قرار گیرند و مدت زمان و تعداد دفعات نمونه‌گیری را برای اندازه‌گیری و مقایسه با مقادیر حدی بررسی کنند. منابع انتشار و اثر بخشی تهویه یا دیگر اقدامات فنی می‌تواند تخمین زده شود (به بند [۶] کتابنامه مراجعه شود).

### ۳-۴-۸ جداسازی اندازه‌گیری‌های میانگین زمانی - وزنی غلظت و بدترین حالت اندازه‌گیری‌ها

۱-۳-۴-۸ جداسازی اندازه‌گیری‌های میانگین زمانی - وزنی غلظت به منظور بدست آوردن اطلاعات نسبتاً خام در سطح مواجهه به منظور تصمیم‌گیری در مورد اینکه آیا مشکل مواجهه در همه حال وجود دارد، ممکن است انجام شود و اگر چنین باشد یک ارزیابی جدی امکان‌پذیر است. همچنین ممکن است برای تعیین اینکه آیا مواجهه به طور کامل پایین‌تر یا بالاتر از مقدار حد است، مورد استفاده قرار گیرد (به بند [۶] کتابنامه مراجعه شود).

۲-۳-۴-۸ معمولاً در مراحل اولیه یک تحقیق، جداسازی اندازه‌گیری‌های میانگین زمانی - وزنی غلظت برای بررسی اثربخشی کنترل اندازه‌ها انجام می‌گیرد. نمونه‌برداری ممکن است در ضمن کار معرف، برای به دست آوردن اطلاعات شفاف در مورد سطح و الگوی مواجهه یا بدترین اندازه‌گیری‌های ممکن، انجام گیرد.

یادآوری - جداسازی اندازه‌گیری‌های میانگین وزنی - زمانی غلظت به وضوح حوادث کار را که در طی آن بالاترین مواجهه رخ می‌دهد و به طور معمول به عنوان "بدترین حالت اندازه‌گیری" ارجاع می‌شود، تعیین می‌کند (به بند [۱۱] کتابنامه مراجعه شود).

### ۴-۴-۸ اندازه‌گیری در نزدیکی یک منبع انتشار

اندازه‌گیری ممکن است در نزدیکی منبع انتشار به منظور تهیه اطلاعات در مورد محل و شدت منبع انجام گیرد. در ارتباط با سایر اطلاعات می‌توان اجازه از بین بردن منبع مشکوک به عنوان یک عامل مهم مواجهه را داد (به بند ۶ کتابنامه مراجعه شود).

### ۵-۴-۸ اندازه‌گیری برای مقایسه با مقادیر حدی و اندازه‌گیری‌های دوره‌ای

#### ۱-۵-۴-۸ اندازه‌گیری برای مقایسه با مقادیر حدی

۱-۱-۵-۴-۸ به‌منظور تهیه دقیق و قابل اطمینان اطلاعات یا امکان پیش‌بینی محاسبه‌ی میانگین وزنی - زمانی غلظت یک ماده شیمیایی خاص در هوا که بتواند استنشاق شود، اندازه‌گیری برای مقایسه با مقادیر حدی انجام می‌شود (به بند [۶] کتابنامه مراجعه شود).

۲-۱-۵-۴-۸ در انجام اندازه‌گیری‌ها برای مقایسه با مقدار حدی مدت زمان کوتاه مواجهه، مدت زمان نمونه‌برداری باید نزدیک‌ترین زمان به دوره مرجع باشد، که به طور معمول ۱۵ دقیقه است.

۳-۱-۵-۴-۸ در انجام اندازه‌گیری‌ها برای مقایسه با مقدار حدی مدت زمان طولانی مواجهه، در صورت امکان نمونه‌ها باید برای کل دوره کاری یا در حین تعدادی از دوره‌های کاری معرف جمع‌آوری شده باشند. (برای حداقل زمان نمونه‌برداری به بند ۱-۲-۱-۹ مراجعه شود).

یادآوری - بهترین تخمین برای مدت زمان طولانی مواجهه با گرفتن نمونه‌های متوالی برای کل دوره کاری به دست می‌آید اما این کار اغلب عملی نیست (به عنوان مثال به دلیل احتمال اضافه بار فیلتر).

## ۸-۴-۵-۲ اندازه‌گیری‌های دوره‌ای

به منظور پی بردن به تغییر در شرایط مواجهه هنگامی که اندازه‌گیری‌های انجام شده برای مقایسه با مقادیر حدی تغییر کند یا اثربخش ماندن اندازه‌های کنترل، اندازه‌گیری‌های دوره‌ای انجام می‌شود (به بند [۶] کتابنامه مراجعه شود).

### ۹ نمونه‌برداری

#### ۹-۱ الزامات مقدماتی

##### ۹-۱-۱ انتخاب و استفاده از نمونه‌گیرها

۹-۱-۱-۱ نمونه‌گیرهای انتخابی (به بند ۷-۱-۱ مراجعه شود) برای جمع‌آوری کسر مناسب ذرات موجود در هوا، همان‌گونه که در استاندارد ISO 7708 تعریف شده، طراحی شده است و بر طبق آن کسراندازه ذرات از حد/حدهای مواجهه برای اسید/اسیدهای مورد نظر قابل اجرا است.

توصیه می‌شود، در صورت امکان، نمونه‌گیر انتخاب شده از مواد هادی تولید شود. هنگامی که نمونه‌گیرها از مواد غیر هادی دارای خواص الکترواستاتیک تهیه شود، می‌تواند نمونه‌گیری معرف را تحت تاثیر قرار دهد.

اگر نمونه‌گیرهای انتخاب شده دارای یک محفظه داخلی فیلتر یا فیوز فشنگی<sup>۱</sup> باشد که در طول آماده‌سازی نمونه شستشو داده شود (به بند ۹-۵-۲-۲ و ۱۰-۱-۲-۲-۳ مراجعه شود) این محفظه باید از ماده‌ای تولید شود که با اسیدها واکنش نشان ندهند.

۹-۱-۱-۲ نمونه‌گیرها در سرعت جریان طراحی شده خود و مطابق با دستورالعمل ارائه شده توسط تولید کننده استفاده می‌شوند. برای راهنمایی بیشتر به بند [۷] کتابنامه مراجعه شود.

##### ۹-۱-۲ دوره نمونه‌برداری

دوره نمونه‌برداری مناسب با عمل اندازه‌گیری انتخاب می‌شود (به بند ۸-۴ مراجعه شود) اما اطمینان حاصل شود که مدت زمان دوره زمانی انتخابی فعال کردن جهت تعیین سولفوریک اسید و/یا فسفریک اسید با عدم قطعیت قابل قبول در سطوح معنی‌دار بهداشت صنعتی طولانی است به عنوان مثال، باید اطمینان حاصل کرد که در این مدت زمان که با  $t_{min}$  نشان داده می‌شود، مقدار سولفوریک اسید و فسفریک اسید جمع‌آوری شده (در صورتی که غلظت آن‌ها در هوای اندازه‌گیری شده ۰٫۱ مقدار حدی آن‌ها باشد) بالاتر از حد پایین محدوده کاری اندازه‌گیری برای روش تجزیه‌ای مورد استفاده باشد. حداقل زمان نمونه‌برداری  $t_{min}$  با استفاده از معادله (۱) به دست می‌آید:

$$t_{min} = \frac{m_{lower}}{q_V \times 0.1 \times \rho_{LV}} \quad (1)$$

1 - Cartridge

که در آن:

$m_{lower}$  حد پایین محدوده تجزیه‌ای، بر حسب میکروگرم؛

$q_V$  سرعت جریان طراحی شده، بر حسب لیتر در دقیقه، از نمونه‌گیر؛

$\rho_{LV}$  مقدار حد، بر حسب میلی‌گرم در هر متر مکعب.

**یادآوری-** اگر حداقل زمان نمونه‌برداری به اندازه کافی کوتاه نباشد، طوری که روش مورد استفاده برای اندازه‌گیری در این زمان مناسب باشد، احتمال استفاده از یک نمونه‌گیر طراحی شده مورد استفاده در سرعت جریان بالاتر در نظر گرفته می‌شود. (به بند ۹-۳-۱-۲ مراجعه شود).

۹-۱-۲-۱-۱ وقتی غلظت بالایی از ذرات موجود در هوا پیش بینی شده باشد، دوره‌ای از نمونه‌برداری انتخاب شود که به اندازه‌ای طولانی نباشد که موجب ایجاد خطر اضافه بار فیلتر با ذرات معلق شود.

### ۹-۱-۳ اثرات دما و فضا

#### ۹-۱-۳-۱ اثر دما و فشار در اندازه‌گیری سرعت جریان

برای مشخص شدن وابستگی سرعت جریان حجمی جریان‌سنج (به بند ۷-۱-۴ مراجعه شود) با دما و فشار به دستورالعمل شرکت سازنده مراجعه شود.

اگر بین دما و فشار اتمسفر در زمان کالیبراسیون جریان‌سنج تفاوت وجود داشت و به عنوان مثال اگر خطا در طول نمونه‌برداری، بیشتر از  $\pm 5\%$  باشد، نیاز به انجام اصلاحیه در صورت زیاد بودن خطا بررسی شود. اگر اصلاحیه لازم است، باید سنجش و ثبت دما و فشار اتمسفر هنگام کالیبراسیون جریان‌سنج (به بند ۷-۱-۴ مراجعه شود) و سنجش و ثبت دما و فشار اتمسفر در آغاز و پایان دوره نمونه‌برداری بررسی شود (به بند ۹-۴-۱ و ۹-۴-۲ مراجعه شود).

**یادآوری-** مثالی از اصلاحیه دما و فشار برای نشان دادن سرعت جریان حجم‌سنجی در بند الف-۱ پیوست الف برای افت فشار ثابت و سطح متغیر جریان‌سنج ارائه شده است.

۹-۱-۳-۲ لزوم محاسبه مجدد غلظت سولفوریک اسید و یا فسفریک اسید در هوا مطابق شرایط مرجع مورد بررسی قرار گیرد. در صورت نیاز به محاسبه مجدد، سنجش و ثبت دما و فشار اتمسفر (به بند [۱۳] کتابنامه مراجعه شود). در شروع و پایان دوره نمونه‌برداری (به بند ۹-۴-۱ و ۹-۴-۲ مراجعه شود) و با استفاده از معادله داده‌شده در بند الف-۲ اصلاح لازم انجام شود.

**یادآوری-** غلظت سولفوریک اسید و یا فسفریک اسید در هوا به‌طور کلی برای شرایط محیطی واقعی (دما، فشار) در محل کار ذکر شده است.

#### ۴-۱-۹ جابجایی نمونه

به منظور به حداقل رساندن خطر آسیب یا آلودگی، کار با فیلترها (به بند ۷-۱-۲ مراجعه شود) تنها در منطقه تمیز انجام می‌شود، جایی که غلظت سولفوریک اسید و فسفریک در هوا به میزان حداقل است و انبرک‌هایی از جنس تفلون PTFE استفاده شود (به بند ۷-۱-۳-۵ مراجعه شود).

#### ۱-۵-۱-۹ تداخل نمونه برداری

سولفوریک اسید در بسیاری موارد در صنعت مورد استفاده قرار می‌گیرد (به عنوان مثال در استخراج سنگ‌های فسفاته و سایر سنگ‌های معدنی، در فرایندهای فلزی، در آبکاری الکتریکی، برای سولفوردار کردن به عنوان جزئی از اسیدهای نیتراته، به عنوان خشک کننده و در باتری‌های سربی). در بسیاری از محل‌های کار، نه تنها سولفوریک اسید وجود دارد بلکه سولفات‌ها و دیگر ترکیبات گوگرد (به عنوان مثال دی اکسید گوگرد، یا تری اکسید سولفور و مشتقات دی تیو کربنیک اسید) نیز می‌توانند وجود داشته باشند. به همین نحو، فسفریک اسید به طور گسترده‌ای در صنعت مورد استفاده قرار می‌گیرد (به عنوان مثال در تولید کودهای فسفاته، فسفات‌ها، سیمان‌های چینی، به-عنوان یک کاتالیزگر پلیمریزاسیون، در فرایندهای فلزی، یک عامل شیمیایی در حکاکی و در تولید کننده‌های شعله).

در بسیاری از محل‌های کار، نه تنها فسفریک اسید موجود می‌باشد بلکه فسفات‌ها، دی فسفر پنتا اکسید و دیگر ترکیبات فسفر (به عنوان مثال متا فسفات‌ها) نیز ممکن است مشاهده شود.

چگونگی مقابله با مشکلات احتمالی تداخل را قبل از شروع نمونه برداری بررسی کنید (به بندهای ۹-۱-۲-۵ و ۹-۱-۳-۵ مراجعه شود).

۲-۵-۱-۹ اگر نتایج برای مقایسه با مقدار حد برای سولفوریک اسید و/یا فسفریک اسید مورد نیاز باشد و نیز انتظار داشته باشیم که سولفات‌ها یا فسفات‌ها در آزمون اتمسفر موجود باشند، تصحیح نتایج به محتوی آزاد اسید، توسط جمع‌آوری و تجزیه و تحلیل یک نمونه از منبع انتشار، به عنوان مثال غوطه‌وری در محلول حمام آبکاری انجام می‌شود (به بند ۱۲-۶-۲ مراجعه شود).

۳-۵-۱-۹ اگر نتایج برای مقایسه با تفکیک مقادیر حد برای فسفریک اسید و دی فسفر پنتا اکسید مورد نیاز باشد، تشخیص بین این دو ماده شیمیایی امکان پذیر نیست. بنابراین، اگر هر دو ماده بتوانند در آزمون اتمسفر (به بند ۱۲-۶-۳ مراجعه شود) وجود داشته باشند، نتایج فسفریک اسید و اضافه کردن یک یادداشت به گزارش آزمون جهت تاثیر غلظت فسفریک اسید که شامل هرگونه پنتا اکسید دی فسفر می‌باشد گزارش می‌شود.

۴-۵-۱-۹ در هوای موجود محل کار، تری اکسید سولفور، دی اکسید گوگرد و ترکیبات گوگرددار آلی فرار به صورت گازها و یا بخارات خارج می‌شوند و با روش نمونه‌گیری تداخل نمی‌کنند.

## ۲-۹ آمادگی برای نمونه برداری

### ۱-۲-۹ تمیز کردن نمونه گیرها

نمونه گیرها را قبل از استفاده تمیز کنید (به بند ۷-۱-۱ مراجعه شود). تمیز کردن شامل پیاده کردن نمونه گیرها، غوطه ور کردن در محلول مواد شوینده، شستشو به طور کامل با آب (به بند ۶-۱ مراجعه شود)، پاک کردن با بافت جاذب و خشک کردن قبل از سوار کردن مجدد است. روش دیگر، استفاده از یک ماشین شستشوی آزمایشگاهی می باشد.

### ۲-۲-۹ جای دادن فیلترها در نمونه گیرها

نمونه گیرهای تمیز (به بند ۹-۲-۱ مراجعه شود) را با غشاء مناسب و یا فیلترهای الیاف کوارتز بارگذاری کنید (به بند ۷-۱-۲ مراجعه شود)، هر نمونه گیر برچسب زده شود به طوری که بتوان آن را برای شناسایی انحصاری و درزبندی با پوشش محافظ آن و یا درپوش گذاری برای جلوگیری از آلودگی به کار برد.

### ۳-۲-۹ تنظیم سرعت جریان حجمی

موارد زیر را در یک محل تمیز، که در آن غلظت سولفوریک اسید و فسفریک اسید حداقل است، انجام دهید:

هر نمونه بارگذاری شده (به بند ۹-۲-۲ مراجعه شود) را با استفاده از لوله قابل انعطاف (به بند ۷-۱-۵-۱ مراجعه شود) به پمپ نمونه برداری (به بند ۷-۱-۲ مراجعه شود) متصل کنید. اطمینان حاصل شود که هیچ نشستی نمی تواند رخ دهد. پوشش محافظ یا درپوش هر نمونه گیر را برداشته و پمپ نمونه برداری را روشن کنید، جریان سنج را به نمونه گیر وصل کنید (به بند ۷-۱-۴ مراجعه شود) به طوری که جریان از طریق روزنه/روزنه های ورودی نمونه گیر اندازه گیری شود و سرعت جریان حجمی مورد نیاز تنظیم شود. (به بند ۹-۱-۱-۲ مراجعه شود). پمپ نمونه برداری را خاموش کنید و نمونه گیر را با پوشش محافظ و یا درپوش آن برای جلوگیری از آلودگی در طول انتقال به محل نمونه برداری درزبندی کنید.

اگر لازم باشد، اجازه دهید تا شرایط آماده سازی پمپ های نمونه برداری، قبل از تنظیم سرعت جریان حجمی ثابت شود.

### ۴-۲-۹ نمونه های شاهد

از هر دسته از ۱۰ محلول آماده شده، یک نمونه گیر بارگذاری شده ی استفاده نشده را به عنوان نمونه شاهد نگه داری کنید (حداقل سه محلول). در همان وضعیتی که آن ها در رابطه با ذخیره سازی و انتقال به محل نمونه برداری استفاده می شود، برای نمونه برداری عمل آوری شوند، اما هوا به میان فیلترها کشیده نشود.

### ۳-۹ موقعیت نمونه برداری

#### ۱-۳-۹ نمونه برداری فردی

۱-۱-۳-۹ محل نمونه گیرها در منطقه تنفسی کارگر، نزدیک به دهان و بینی مناسب است به عنوان مثال



چسباندن به یقه کارگر. وصل کردن پمپ نمونه برداری به کارگر باید به گونه‌ای باشد که موجب حداقل آسیب شود، به عنوان مثال به صورت کمر بند (به بند ۷-۱-۵-۲ مراجعه شود) در اطراف کمر باشد، یا آن را در جیب مناسب قرار داد.

۹-۳-۱-۲ توجه به این امر لازم است که آیا ماهیت این فرایند احتمالاً منجر به اختلاف معنی داری بین مواجهه واقعی کارگر با غلظت سولفوریک اسید و یا فسفریک اسید اندازه‌گیری شده با یک نمونه‌گیر نصب شده بر روی یقه کارگر می‌شود؟ اگر به این صورت است، تنظیمات ویژه برای قرار دادن نمونه‌گیر تا حد امکان نزدیک به بینی و دهان کارگر را انجام کنید.

#### ۹-۳-۲ نمونه برداری ساکن

۹-۳-۱-۲-۱ اگر نمونه برداری ساکن به منظور ارزیابی مواجهه یک کارگر در موقعیتی که در آن نمونه برداری فردی امکان پذیر نیست، انجام شود، محل قرارگیری نمونه‌گیر بدون واسطه و نزدیک به کارگر و در محدوده تنفس است. اگر شرایط مشکوک بود، محل نمونه برداری به نقطه‌ای که خطر مواجهه بیشتر است، منتقل شود.

۹-۳-۲-۲ اگر نمونه برداری ساکن برای مشخص کردن برآورد میزان سولفوریک اسید و یا فسفریک اسید در محیط کار انجام گیرد، یک محل نمونه برداری را انتخاب کنید که به اندازه کافی از فرآیندهای کاری فاصله داشته باشد، به طوری که نتایج به طور مستقیم تحت تاثیر سولفوریک اسید یا فسفریک اسید ناشی از منابع انتشار ساکن نباشد.

#### ۹-۴ جمع آوری نمونه‌ها

۹-۴-۱ هنگام آماده شدن برای شروع نمونه برداری، پوشش محافظ یا درپوش نمونه‌گیر را بردارید و پمپ نمونه برداری را روشن کنید. زمان و سرعت جریان حجمی در شروع دوره نمونه برداری را گزارش کنید. اگر پمپ نمونه برداری به زمان سنج صحیح متصل است، مجدداً روی صفر تنظیم کنید. در صورت امکان (به بند ۹-۱-۳ مراجعه شود)، دما و فشار اتمسفری در شروع دوره نمونه برداری را با استفاده از دماسنج (به بند ۷-۱-۵-۵ مراجعه شود) و فشارسنج (به بند ۷-۱-۵-۶ مراجعه شود) اندازه‌گیری کنید و مقادیر اندازه‌گیری شده را گزارش کنید.

یادآوری - اگر دما یا فشار در محل نمونه برداری متفاوت از سرعت جریان حجمی تنظیم شده بود (به بند ۹-۲-۳ مراجعه شود)، سرعت جریان حجمی می‌تواند تغییر کند و امکان دارد نیاز به تنظیم مجدد قبل از نمونه‌گیری باشد.

۹-۴-۲ در پایان دوره نمونه برداری (به بند ۹-۱-۲ مراجعه شود) زمان و محاسبه طول مدت دوره نمونه برداری را گزارش کنید. نقص فنی نشان‌گر بررسی شده و/یا زمان سنج صحیح را، در صورت نصب شدن قرائت کرده و اگر شواهدی وجود دارد که پمپ نمونه برداری در طول دوره نمونه برداری به درستی عمل نکرده نمونه نامعتبر بررسی شود. سرعت جریان حجمی را در پایان دوره نمونه برداری با استفاده از جریان سنج اندازه‌گیری کنید (به بند ۷-۱-۴ مراجعه شود) و مقدار اندازه‌گیری شده را گزارش کنید. اگر لازم است (به بند ۹-۱-۳ مراجعه شود)، دمای اتمسفر و فشار در پایان دوره نمونه برداری با استفاده از دماسنج (به بند ۷-۱-۵-۵ مراجعه شود) و فشارسنج (به بند ۷-۱-۵-۶ مراجعه شود) اندازه‌گیری کنید.

۶ مراجعه شود) اندازه‌گیری شود و مقادیر اندازه‌گیری شده را گزارش کنید.

۳-۴-۹ با دقت مشخصات نمونه و تمام داده‌های مربوط به نمونه‌گیری را گزارش کنید (به بند [۱۳] مراجعه شود). متوسط سرعت‌های جریان حجمی را از طریق میانگین حسابی جریان‌های حجمی در شروع و پایان دوره نمونه‌برداری محاسبه کنید. در صورت امکان (به بند ۳-۱-۹ مراجعه شود) متوسط دما و فشار اتمسفر نیز محاسبه شود. حجم در لیتر هوای نمونه‌برداری شده در دما و فشار اتمسفر را با ضرب متوسط سرعت جریان در لیتر بر دقیقه، در طول مدت، در دقیقه، از دوره نمونه‌برداری محاسبه کنید.

## ۵-۹ انتقال

۱-۵-۹ نمونه‌گیرهایی که ذرات موجود در هوا را بر روی فیلتر جمع‌آوری می‌کنند.

۱-۱-۵-۹ برای نمونه‌گیرهایی که ذرات موجود در هوا بر روی فیلتر را جمع‌آوری می‌کنند (به یادآوری ۲ بند ۷-۱-۱ مراجعه شود). به استثنای زمانی که از فیلترهای از جنس الیاف کوارتز استفاده می‌شود (به بند ۲-۱-۵-۹-۱ مراجعه شود) فیلتر را از هر نمونه‌گیر جدا کنید، محفظه انتقال فیلتر را برچسب‌گذاری کنید و با سرپوش مسدود نمایید (به بند ۴-۵-۱-۷-۱ مراجعه شود). روش دیگر، انتقال نمونه‌ها به آزمایشگاه در نمونه‌گیرهایی است که در آن‌ها جمع‌آوری شده‌اند. سولفوریک اسید و فسفریک اسید اسیدهای قوی هستند. برای جلوگیری از تماس نمونه‌های جمع‌آوری شده با دیواره‌های ظرف انتقال دقت ویژه‌ای به کار برده شود.

۲-۱-۵-۹ هنگام استفاده از فیلترهای از جنس الیاف کوارتز، بلافاصله پس از نمونه‌برداری با استفاده از انبرک تمیز از جنس تفلون PTFE (به بند ۳-۵-۱-۷-۱ مراجعه شود) فیلتر را در ظرف پلی اتیلن درپوش‌شونده (به بند ۲-۷-۲-۳ مراجعه شود) قرار دهید. به دقت با استفاده از پیمپت ۴ ml از محلول استخراج شده (به بند ۱-۱-۱۰-۱ مراجعه شود) را داخل ظرف منتقل کرده، با یک درپوش پلاستیکی مسدود نموده و به آرامی تکان دهید.

یادآوری - شواهد تجربی (به بند [۲۴] کتابنامه مراجعه شود) نشان می‌دهد که برای استحصال سولفات از فیلترهای از جنس الیاف کوارتز بلافاصله پس از نمونه‌برداری مقدار کمی سولفوریک اسید بازیافتی به دست آید.

## ۲-۵-۹ نمونه‌گیرها با یک محفظه فیلتر داخلی

۱-۲-۵-۹ برای نمونه‌گیرها با یک محفظه فیلتر داخلی (به یادآوری ۲ بند ۱-۱-۷-۱ مراجعه شود)، به جز زمانی که از فیلترهای از جنس الیاف کوارتز استفاده می‌شود (به بند ۲-۲-۵-۹-۱ مراجعه شود) محفظه فیلتر را از نمونه‌گیر خارج کنید و درب آن با درپوش یا گیره انتقال ببندید.

۲-۲-۵-۹ هنگام استفاده از فیلترهای از جنس الیاف کوارتز، بلافاصله پس از نمونه‌برداری با استفاده از انبرک از جنس تفلون PTFE تمیز (به بند ۳-۵-۱-۷-۱ مراجعه شود) فیلتر را در ظرف پلی اتیلن درپوش‌شونده (به بند ۳-۲-۷-۲-۳ مراجعه شود) قرار دهید و سطوح داخلی محفظه فیلتر در ظرف نمونه را با ۴ ml از محلول استخراج شستشو دهید (به بند ۱-۱-۱۰-۱ مراجعه شود) سپس با یک درپوش پلاستیکی بسته و به آرامی تکان دهید.

### ۳-۵-۹ نمونه‌گیرها از نوع محفظه یک‌بار مصرف

۱-۳-۵-۹ برای نمونه‌گیرهای از نوع محفظه یک‌بار مصرف، به استثنای زمانی که از فیلترهای از جنس الیاف کوارتز استفاده می‌شود (به بند ۲-۳-۵-۹ مراجعه شود) نمونه در داخل نمونه‌گیرهایی که جمع‌آوری شده بود، به آزمایشگاه منتقل می‌شود.

۲-۳-۵-۹ هنگام استفاده از فیلترهای از جنس الیاف کوارتز، بلافاصله پس از نمونه‌برداری با استفاده از انبرک از جنس تفلون PTFE تمیز (به بند ۳-۵-۱-۷ مراجعه شود) فیلتر را در ظرف پلی اتیلن درپوش‌شونده (به بند ۲-۷-۲-۳ مراجعه شود) قرار داده و سطوح داخلی محفظه فیلتر در ظرف نمونه را با ۴ml از محلول استخراج شستشو دهید (به بند ۱-۱-۱۰ مراجعه شود) سپس درب آن با یک درپوش پلاستیکی بسته و به آرامی تکان دهید.

یادآوری - شواهد تجربی (به بند [۲۴] کتابنامه مراجعه شود) نشان می‌دهد که لازم است برای استخراج سولفات از فیلترهای از جنس الیاف کوارتز بلافاصله پس از نمونه‌برداری مقدار کمی سولفوریک اسید بازیافتی به دست آید.

اگر نمونه‌گیرها نفوذ ناپذیر و دارای ظرفیت کافی باشند، زمانی که ورودی و خروجی نمونه با درپوش محافظ خود مهر و موم شده باشد، ممکن است نمونه خارج شود. در این حالت توصیه می‌شود، محلول خارج شده از طریق روزنه ورودی هوا به نمونه‌گیر اضافه شود، روزنه ورودی و خروجی نمونه را با درپوش محافظ خود مهر و موم کنید و توصیه می‌شود نمونه‌گیر در طول انتقال در حالت عمودی قرار گیرد.

### ۴-۵-۹ انتقال نمونه‌ها به آزمایشگاه

۱-۴-۵-۹ نمونه‌ها (به بند ۱-۵-۹ و ۳-۵-۹ مراجعه شود) را در ظرفی که برای جلوگیری از آسیب به نمونه در حین انتقال طراحی شده و جهت اطمینان از دستکاری به طور مناسب برچسب‌گذاری شده به آزمایشگاه حمل کنید.

۲-۴-۵-۹ مطمئن شوید که اسناد و مدارک همراه نمونه‌ها برای یک زنجیره حفاظتی مناسب محرز شده است (به عنوان مثال به بند [۱۴] کتابنامه مراجعه شود).

### ۱۰ تجزیه و تحلیل

احتیاط - هنگام آزمایش از وسایل حفاظت شخصی مناسب (از جمله دستکش، محافظ صورت و یا عینک ایمن، و غیره) استفاده شود.

### ۱-۱۰ آماده‌سازی محلول‌های آزمون و کالیبراسیون

#### ۱-۱-۱۰ انتخاب محلول استخراج

در خصوص استفاده از آب (بند ۱-۶) و یا شوینده (بندهای ۴-۲-۶، ۱۰-۳-۶ یا ۱۲-۳-۶) بسته به تکنیک تجزیه و ستون جداکننده مورد استفاده، جهت آماده‌سازی محلول‌های آزمون برای تعیین سولفوریک اسید یا فسفریک اسید تصمیم‌گیری شود.

## ۲-۱-۱۰ آماده‌سازی محلول‌های آزمون از فیلتر نمونه‌برداری

### ۱-۲-۱-۱۰ فیلترهای از جنس الیاف کوارتز

۱-۱-۲-۱-۱۰ ظرف پلی‌اتیلن دارای درب درپوش‌شونده یا محفظه نمونه‌برداری (به بند ۹-۵-۳-۲ مراجعه شود) را جهت مخلوط کردن محتویات آن و اطمینان از غوطه‌ور ماندن کامل بقایای فیلتر به صورت دورانی بچرخانید. به مدت ۱۵ دقیقه در حمام اولتراسونیک (به بند ۷-۲-۵ مراجعه شود) تکان داده و پس از آن اجازه دهید، فیلترها به مدت ۱ ساعت در دمای اتاق غوطه‌ور باقی بماند، گاهی به صورت دورانی بچرخانید یا تکان دهید.

اگر استخراج در نمونه‌گیر از نوع محفظه یک‌بار مصرف انجام شود (به بند ۹-۵-۳-۲ مراجعه شود)، توصیه می‌شود درپوش محافظ از روزنه ورودی نمونه برداشته شده و جهت جلوگیری از نشتی و آلودگی محلول توصیه می‌شود، نمونه‌گیر در حمام اولتراسونیک در موقعیت قائم نگه داشته شود.

۲-۱-۲-۱-۱۰ هر محلول نمونه را با استفاده از یک سرنگ یک‌بار مصرف (به بند ۷-۳-۲-۷ مراجعه شود) از طریق یک فیلتر غشایی (به بند ۷-۳-۲-۶ مراجعه شود) صاف کنید و هر محلول صاف شده را به یک ظرف شیشه‌ای نمونه‌گیر اتوماتیک منتقل کنید و برچسب‌گذاری کنید (به بند ۷-۳-۲-۸ مراجعه شود).

### ۲-۲-۱-۱۰ فیلترهای PVC و PTFE

۱-۲-۲-۱-۱۰ محفظه‌های انتقال فیلتر، نمونه‌گیرها یا محفظه‌های<sup>۱</sup> فیلتر نمونه‌گیر را باز کنید (به بند ۹-۵ مراجعه شود) و هر فیلتر به یک بشر ۵۰ ml جداگانه و برچسب‌گذاری شده منتقل کنید (به بند ۷-۳-۲-۳ مراجعه شود). با استفاده از انبرک PTFE تمیز (به بند ۷-۳-۱-۵ مراجعه شود)، اطمینان حاصل شود که درپوش محافظ آن قسمت از فیلتر که در آن نمونه جمع‌آوری شده است به سمت بالا باشد. همان مراحل را برای فیلتر شاهد نیز انجام دهید (به بند ۹-۲-۴ مراجعه شود).

اگر نمونه‌گیرها از نوع محفظه یک‌بار مصرف دارای ظرفیت کافی باشند و دهانه خروجی نمونه با درپوش محافظ خود مهر و موم شده و نسبت به آب نفوذ ناپذیر باشد، ممکن است استخراج در آن‌ها انجام گیرد. در این حالت، توصیه می‌شود محلول استخراج (بند ۱۰-۱-۲-۲) را از طریق روزنه ورودی هوا به نمونه‌گیر اضافه کنید و هنگامی که نمونه‌گیرها برای جلوگیری از ریزش و آلودگی محلول‌های نمونه در حمام اولتراسونیک قرار داده می‌شود توصیه می‌شود به حالت قائم قرار گیرند (به بند ۱۰-۱-۲-۳ مراجعه شود).

۲-۲-۲-۱-۱۰ به دقت با استفاده از پیپت، ۴ ml از محلول استخراج (بند ۱۰-۱-۱) را به هر بشر منتقل کنید. اگر نمونه‌گیر مورد استفاده از نوعی بود که در آن ذرات موجود در هوا بر روی سطوح داخلی از بخش فرم نمونه رسوب کرده بود (به یادآوری ۲ بند ۷-۱-۱ مراجعه شود)، از محلول استخراج برای شستشوی دقیق هرگونه مواد ذرات چسبیده به سطوح داخلی نمونه‌گیر داخل بشر استفاده کنید. در مورد فیلترهای PTFE به دلیل طبیعت آبگریز آن‌ها ۰٫۱ ml اتانول، اضافه کنید.

۱۰-۱-۲-۳-۳ برای مخلوط شدن محتویات به صورت دورانی و به آرامی بشر را بچرخانیده و مطمئن شوید که فیلتر به طور کامل به حالت غوطه‌ور باقی می‌ماند. به مدت ۱۵ دقیقه در حمام اولتراسونیک (به بند ۷-۲-۵ مراجعه شود) تکان دهید و پس از آن اجازه دهید که فیلتر غوطه‌ور به مدت ۱ ساعت در دمای اتاق باقی بماند و گاهی به صورت دورانی تکان دهید.

۱۰-۱-۲-۴-۴ فیلتر هر محلول نمونه را (به بند ۱۰-۱-۲-۳-۳ مراجعه شود) از طریق یک فیلتر غشایی (به بند ۷-۳-۲-۶ مراجعه شود)، به عنوان مثال با استفاده از سرنگ یکبار مصرف (به بند ۷-۳-۲-۷ مراجعه شود) صاف کنید. محلول صاف شده را به یک ظرف اختصاصی منتقل کنید و برچسب‌گذاری کنید (به بند ۷-۳-۲-۸ مراجعه شود).

### ۱۰-۱-۳ آماده‌سازی محلول‌های کالیبراسیون

۱۰-۱-۳-۱ حداقل پنج محلول کالیبراسیون را برای پوشش دادن دامنه غلظت از ۲ mg/l تا ۲۰ mg/l از سولفات و فسفات آماده کنید. با پیپت دقیق یک حجم مناسب از محلول استاندارد کار سولفات و فسفات (به بند ۶-۴-۳ مراجعه شود) را به بالن حجمی اختصاصی منتقل و برچسب بزنید (به بند ۷-۲-۲-۱ مراجعه شود) سپس تا علامت بالن با آب رقیق کنید (به بند ۶-۱ مراجعه شود) و درب آن را با درپوش مسدود و کاملاً مخلوط کنید. محلول کالیبراسیون روزانه باید تهیه شود.

#### ۱۰-۲ تجزیه دستگاهی

#### ۱۰-۲-۱ راه اندازی دستگاه

۱۰-۱-۲-۱ تنظیم کروماتوگرافی یونی مطابق با دستورالعمل سازنده.

۱۰-۱-۲-۲ نصب لوپ نمونه که حجم تزریق مناسب دارد، به عنوان مثال ۵۰ µl.

۱۰-۱-۲-۳ تنظیم آشکارساز برای اندازه‌گیری محدوده مناسب اندازه‌گیری.

۱۰-۱-۲-۴ تنظیم سرعت جریان شوینده (به بندهای ۶-۲-۴ و ۶-۲-۵ و ۶-۳-۱۰ و ۶-۳-۱۲ مراجعه شود) به اندازه‌ای که با ستون مورد استفاده سازگار می‌باشد، به عنوان مثال ۱٫۵ ml/min.

۱۰-۱-۲-۵ تنظیم سرعت جریان محلول بازسازی به میزان مناسب.

#### ۱۰-۲-۲ تجزیه و تحلیل

۱۰-۲-۲-۱ به منظور افزایش غلظت و اندازه‌گیری ضریب هدایت پیک<sup>۱</sup> فسفریک اسید یا سولفوریک اسید برای هر محلول کالیبراسیون در سطح پیک، محلول‌های کالیبراسیون (به بند ۱۰-۱-۳ مراجعه شود) را به سیستم کروماتوگرافی یونی تزریق کنید.

۱۰-۲-۲-۲ از دستگاه کامپیوتر برای تولید یک تابع کالیبراسیون با استفاده از رگرسیون خطی استفاده شود. اگر ضریب  $r^2 \leq 0,999$  باشد، کالیبراسیون را تکرار کنید.

یادآوری - اگر  $r^2 \leq 0,999$  باشد، با حذف یک نقطه کالیبراسیون نادرست و پردازش مجدد داده، ممکن است یک کالیبراسیون قابل قبول ایجاد شود.

۱۰-۲-۲-۳ محلول‌های شاهد آزمایشگاهی (به بند ۱۰-۱-۴ مراجعه شود) و محلول‌های آزمون شاهد و نمونه (به بند ۱۰-۱-۲ مراجعه شود) را به سیستم کروماتوگرافی یونی تزریق کنید و ضریب هدایت هر محلول را اندازه‌گیری کنید. از تابع کالیبراسیون ذخیره شده (بند ۱۰-۲-۲-۲) به منظور تعیین غلظت سولفوریک اسید و فسفریک اسید، بر حسب میلی‌گرم در لیتر استفاده کنید.

۱۰-۲-۲-۴ کالیبراسیون محلول شاهد و حد متوسط محلول کالیبراسیون را پس از کالیبراسیون اولیه و سپس بعد از هر ۱۰ محلول آزمون تجزیه تحلیل کنید. اگر غلظت اندازه‌گیری شده سولفات یا فسفات در کالیبراسیون پیوسته شاهد<sup>۱</sup> (CCB) بالاتر از حد تشخیص روش، همان‌گونه که در (بند ۱۰-۳-۲) تعیین شده، باشد و اگر غلظت اندازه‌گیری شده سولفات یا فسفات در کالیبراسیون پیوسته تصدیق (CCV)<sup>۲</sup> بیش از  $\pm 5\%$ ، تغییر کرده است، یکی از اقدامات اصلاحی زیر را انجام دهید:

یا از دستگاه نرم افزاری برای تصحیح تغییر حساسیت استفاده کنید یا تجزیه و کالیبره کردن مجدد دستگاه را به تعویق اندازید.

در هر صورت محلول آزمون را که در حین دوره‌ی تصحیح تغییر حساسیت آزمایش شده بود، مجدداً آزمایش کنید یا اگر این عمل امکان‌پذیر نیست، داده‌ها را برای به دست آوردن محاسبه تغییر حساسیت، مجدداً فرآوری شود.

۱۰-۲-۲-۵ محلول‌های شاهد معرف و محلول‌های شاهد آزمایشگاهی را همان‌گونه که در (بند ۱۰-۴-۱) مشخص شده و محلول‌های کنترل کیفیت را همان‌گونه که در (بند ۱۰-۴-۲) مشخص شده تجزیه کنید و از نتایج برای پایش کارایی روش همان‌گونه که در (بندهای ۱۰-۴-۲ و ۱۰-۴-۲) مشخص شده است، استفاده کنید.

۱۰-۲-۲-۶ اگر غلظت سولفات یا فسفات به بالاتر از حد بالایی از محدوده کالیبراسیون خطی رسید، محلول‌های آزمون را به منظور رساندن آن‌ها در محدوده خطی رقیق کنید و تجزیه را تکرار کنید. هنگام تهیه رقت‌ها حجم مناسبی از محلول استخراج (به بند ۱۰-۱-۱ مراجعه شود) اضافه شود، به طوری که محلول‌های آزمون رقیق شده و محلول‌های کالیبراسیون مخلوطی همسان شوند و فاکتور رقت  $f_{\text{dilution}}$  را گزارش کنید.

یادآوری - برای نمونه‌هایی که انتظار می‌رود دارای غلظت سولفات یا فسفات بسیار بالا باشند، ممکن است لازم باشد محلول‌های آزمون قبل از اولین تجزیه رقیق شوند.

---

1- Continuing calibration blank  
2- Continuing calibration verification

۳-۱۰ برآورد حد آشکارسازی و حد کمی

۱-۳-۱۰ برآورد حد آشکارسازی دستگاهی

۱-۱-۳-۱۰ حد آشکارسازی دستگاهی را برای سولفات و فسفات تحت شرایط تجزیه‌ای کار، مانند روش تشریح شده در (بندهای ۱۰-۳-۱ و ۱۰-۳-۱-۳) تخمین بزنید و این عمل را هر زمان که شرایط آزمایشگاهی به میزان قابل توجهی تغییر کرد، تکرار کنید.

یادآوری - حد آشکارسازی دستگاهی در شناسایی تغییرات در عملکرد دستگاه استفاده می‌شود، اما یک روش حد آشکارسازی نیست (به بند [۱۵] کتابنامه مراجعه شود). حد آشکارسازی دستگاهی به احتمال زیاد پایین تر از حد آشکارسازی روش است زیرا فقط برگرفته از محاسبه تغییرپذیری بین قرائت‌های انحصاری دستگاه است. تعیین ساخت یک محلول را بدون توجه به تنوع ماتریس یا نمونه انجام ندهید.

۲-۱-۳-۱۰ با رقیق کردن محلول استاندارد کار (به بند ۶-۴-۳ مراجعه شود) یک محلول آزمون را با غلظت‌های سولفات و فسفات نزدیک به حدود آشکارسازی دستگاهی پیش بینی شده توسط یک عامل مناسب تهیه کنید.

۳-۱-۳-۱۰ حداقل ۱۰ اندازه‌گیری کروماتوگرافی یونی را روی محلول آزمون (به بند ۱۰-۳-۱-۲ مراجعه شود) انجام دهید و حدود آشکارسازی دستگاهی برای سولفات و فسفات را به عنوان سه برابر انحراف معیار میانگین مقادیر غلظت نمونه محاسبه کنید.

۲-۳-۱۰ تخمین روش حد آشکارسازی و حد کمی

۱-۲-۳-۱۰ روش حد آشکارسازی و حد کمی را تحت شرایط تجزیه‌ای کار مطابق روش شرح داده شده در (بند ۱۰-۲-۳ و ۱۰-۳-۲-۳) که بر اساس روش مندرج در مرجع بند [۱۵] کتابنامه است) برآورد کنید و این عمل را هر زمان که شرایط آزمایشگاهی به میزان قابل توجهی تغییر کرد، تکرار کنید.

۲-۲-۳-۱۰ حداقل ۱۰ فیلتر (به بند ۷-۱-۲ مراجعه شود) را با سولفات و فسفات نزدیک به حدهای آشکارسازی دستگاهی پیش‌بینی شده به عنوان مثال با  $1/5 \mu\text{g}$  سولفات یا فسفات، از طریق نشاندار کردن هر فیلتر با  $0.1 \text{ ml}$  از محلول آماده شده با رقیق کردن محلول استاندارد کار (به بند ۶-۴-۳ مراجعه شود) با یک عامل مناسب، تقویت کنید.

۳-۲-۳-۱۰ اندازه‌گیری کروماتوگرافی یونی در محلول‌های آزمون استنشاقی از هر فیلتر نشاندار (به بند ۱۰-۳-۲-۲ مراجعه شود) را پس از انجام استخراج از فیلترها و محاسبه حد آشکارسازی روش و حد کمیت‌پذیری به عنوان سه برابر و ۱۰ برابر انحراف معیار میانگین مقادیر غلظت نمونه انجام دهید (به بند ۱۰-۳-۲-۲ مراجعه شود).

یادآوری - روش جایگزین برای محاسبه حد آشکارسازی دستگاه شامل تجزیه و تحلیل نمونه‌های فیلتر تقویت شده با تجزیه شونده مورد نظر در محدوده حجم‌های از قبل محاسبه شده حد آشکار سازی است (به بند [۱۵] کتابنامه مراجعه شود).

#### ۴-۱۰ کنترل کیفیت

#### ۱-۴-۱۰ شاهد‌های معرف و شاهد‌های آزمایشگاهی

۱-۴-۱۰ شاهد‌های معرف (به بند ۳-۴-۸ مراجعه شود) و شاهد‌های آزمایشگاهی (به بند ۳-۴-۶ مراجعه شود) را از طریق آماده‌سازی کامل نمونه انتقال دهید و تحلیل فرایندی را برای تعیین اینکه آیا نمونه‌های ایجاد شده از طریق فعالیت‌های آزمایشگاهی آلوده بوده است، انجام دهید. محلول‌های شاهد معرف یا شاهد‌های آزمایشگاهی را با توجه به فراوانی حداقل یک محلول در هر ۲۰ نمونه و یا حداقل یک محلول در هر قسمت آماده کنید.

۲-۴-۱۰ اگر نتایج شاهد‌های معرف و/یا شاهد‌های آزمایشگاهی به میزان قابل توجهی بالاتر از حد انتظار باشد، بر اساس تجربه قبلی، بررسی شود که آیا آلودگی ناشی از فعالیت‌های آزمایشگاهی و/یا دسته‌ای از فیلترهای مورد استفاده برای نمونه‌برداری است و اقدام اصلاحی مناسب را انجام دهید تا مطمئن شوید که آلودگی تکرار نمی‌شود.

#### ۲-۴-۱۰ محلول‌های کنترل کیفیت

۱-۲-۴-۱۰ نمونه‌های نشاندار شده و نمونه‌های دو بار نشاندار شده در کل مسیر آماده‌سازی نمونه و فرایند تجزیه‌ای جهت تخمین دقت روش است. هر مجموعه نمونه، درصد بازیافتی را نسبت به مقدار واقعی نمونه‌های نشاندار شده بیان می‌کند. نمونه‌های نشاندار شده و نمونه‌های دو بار نشاندار شده شامل فیلترهایی هستند که مقدار مشخصی از سولفات و فسفات به آن‌ها اضافه شده است (این امر می‌تواند با حجم‌های مشخصی از سولفات و فسفات محلول‌های استاندارد کار نزدیک به مقادیری از محدوده خط دینامیکی دستگاه اندازه‌گیری انجام شده باشد. سولفات و فسفات محلول استاندارد کار باید با استفاده از محلول‌های استاندارد ذخیره سولفات و فسفات از منبعی متفاوت از آن‌چه که برای آماده‌سازی محلول‌های استاندارد استفاده می‌شود، تهیه شوند). فرایند کنترل کیفیت نمونه‌ها مطابق با فراوانی حداقل یک نمونه در هر ۲۰ نمونه و یا حداقل یک نمونه در هر بهر بررسی می‌شوند.

۲-۲-۴-۱۰ عملکرد روش را با رسم نمودار کنترل درصد نسبی بازیافت و تفاوت درصد نسبی بین نمونه‌های نشاندار شده و نمونه‌های دو بار نشاندار شده پیش کنید.

اگر نتایج کنترل کیفیت نشان دهد که روش خارج از کنترل است، علل آن بررسی شود، اقدام اصلاحی انجام دهید و در صورت لزوم نمونه‌ها را مجدداً تجزیه کنید. برای راهنمایی کلی در استفاده از نمودارهای کنترل کیفیت به بند ۱۷ کتابنامه مراجعه شود.

#### ۳-۴-۱۰ مواد مرجع گواهی شده

اگر مواد مرجع گواهی شده<sup>۱</sup> (CRMs) مناسب برای سولفوریک اسید یا فسفریک اسید در دسترس باشد، قبل از استفاده معمول از روش، جهت اثبات کافی بودن درصد بازیابی نسبت به مقدار واقعی گواهی شده باید تجزیه شود.

1 - Certified reference materials



## ۴-۴-۱۰ ارزیابی کیفیت خارجی

اگر آزمایشگاه‌ها سولفوریک اسید یا فسفریک اسید را بر پایه معینی در هوا تجزیه کنند، توصیه می‌شود که در طرح ارزیابی کیفیت خارجی مناسب یا طرح آزمون شرکت کنند (در صورت وجود چنین طرح‌هایی و دسترسی به آن‌ها).

**یادآوری** - برای کسب اطلاعات در مورد وجود طرح‌های آزمون مهارت، به عنوان مثال، به سیستم اطلاعات اروپا در طرح آزمون مهارت به آدرس اینترنتی [www.eptis.bam.de](http://www.eptis.bam.de) یا یک سازمان اعتبار دهی ملی مراجعه شود.

## ۵-۱۰ عدم قطعیت اندازه‌گیری

توصیه می‌شود که آزمایشگاه‌ها عدم قطعیت اندازه‌گیری خود را بر اساس مرجع بند [۴] کتابنامه تخمین و گزارش دهند. گام اول برای ساخت نمودار علت و معلول (به بند [۱۹] کتابنامه مراجعه شود) شناسایی منابع منحصر به فرد از خطای تصادفی و سیستماتیک در روش است. این‌ها در مرحله بعد به صورت تجربی تخمین و/یا تعیین می‌شوند و در عدم قطعیت ترکیب می‌شوند. در نهایت، عدم قطعیت ترکیبی در عامل پوشش مناسب برای تولید عدم قطعیت گسترش یافته ضرب می‌شود. ضریب پوشش ۲ توصیه می‌شود که سطح اطمینان حدود ۹۵٪ درصد در مقدار محاسبه شده را نتیجه می‌دهد.

**یادآوری ۱** - مراجع مندرج در بندهای ۱۹ و ۲۰ کتابنامه کاربردهای علت و معلول روش‌های تجزیه‌ای و تحلیلی را تشریح می‌کنند.

**یادآوری ۲** - معمولاً برای دقت اندازه‌گیری که بتوان آن‌را از داده‌های کنترل کیفیت تعیین نمود، شرایطی که در تغییرپذیری تصادفی روش‌ها مشارکت دارد، لحاظ می‌شود. خطای مرتبط با انحراف دستگاهی را با فرض احتمال توزیع مستطیلی، از طریق تقسیم‌بندی انحراف مجاز قبل از این که دستگاه دوباره کالیبره شود می‌توان تخمین زد (به بند ۱۰-۲-۲-۴ مراجعه شود).

**یادآوری ۳** - خطاهای سیستماتیک شامل مواردی در ارتباط با بازیابی روش، بازیابی نمونه، آماده‌سازی محلول‌های استاندارد کار، رقت‌سازی محلول‌های آزمون و غیره می‌باشد.

## ۱۱ بیان نتایج

محاسبه غلظت جرمی سولفوریک اسید یا فسفریک اسید در نمونه‌های هوا در شرایط محیط، بر حسب میلی‌گرم در متر مکعب، با استفاده از معادله (۲) به دست می‌آید:

$$\rho_{\text{acid}} = \frac{(\rho_{\text{anion},1} \times V_1 \times f_{\text{dilution},0}) - (\rho_{\text{anion},0} \times V_0)}{V} \times f_{\text{conversion}} \quad (2)$$

که در آن:

غلظت متوسط سولفات یا فسفات در محلول‌های آزمون شاهد بر حسب میلی‌گرم در لیتر؛	$\rho_{\text{anion},0}$
غلظت متوسط سولفات یا فسفات در محلول‌های آزمون شاهد بر حسب میلی‌گرم در لیتر؛	$\rho_{\text{anion},1}$
حجم نمونه‌های هوا بر حسب لیتر؛	$V$
حجم محلول‌های آزمون شاهد بر حسب میلی‌لیتر؛	$V_0$
حجم محلول‌های آزمون نمونه بر حسب میلی‌لیتر؛	$V_1$
فاکتور رقت، برای محلول‌های خالص $f_{\text{dilution}}$ برابر ۱ است.	$f_{\text{dilution}}$
فاکتور تغییر از یون به غلظت اسید (فاکتور $f_{\text{conversion}}$ برای سولفات برابر ۱/۰۲۱ و برای فسفات برابر ۱/۰۳۱۸ است).	$f_{\text{conversion}}$

## ۱۲ کارایی روش

### ۱-۱۲ پایداری و جمع‌آوری نمونه

آزمون‌های آزمایشگاهی با اتمسفر تولید شده‌ی حاصل از بخار سولفوریک اسید قابلیت جمع‌آوری بیشتر از ۹۵٪ در محدوده  $0.5 \text{ mg/m}^3$  تا  $10 \text{ mg/m}^3$  سولفوریک اسید روی فیلترهای PTFE با اندازه ریز  $0.45 \mu\text{m}$  (به بند [۲۱] کتابنامه مراجعه شود) را دارد و بازیافت کمتر از ۹۵٪ از سولفوریک اسید یا فسفریک اسید چهار هفته پس از جمع‌آوری نمونه مشاهده شد. در فیلترهای از جنس الیاف کوارتز ۹۷٪ تا ۱۰۰٪ سولفوریک اسید یا فسفریک اسید بازیافتی چهار هفته پس از جمع‌آوری نمونه مشاهده شد (به بند [۲۳] کتابنامه مراجعه شود).

### ۲-۱۲ حد کمی

حد کمی روش برای هر دو فسفات و سولفات، که در بند ۱۰-۳-۲ تخمین زده شده  $1 \text{ mg/l}$  می‌باشد. برای حجم ۴ میلی‌لیتری از محلول نمونه و حجم ۴۲۰ لیتری از نمونه هوا این حد برابر با  $0.1 \text{ mg/m}^3$  از سولفوریک اسید یا فسفریک اسید است.

### ۳-۱۲ حدود بالای گستره تجزیه‌ای

حدود بالای گستره تجزیه‌ای تابع حداکثر بارگذاری مجاز فیلتر نمونه است. اثبات شده (به بند ۲۳ کتابنامه مراجعه شود) که برای فیلترهای از جنس الیاف کوارتز در نمونه بارگذاری شده تا حدود  $1 \text{ mg}$  جداشدگی رخ نمی‌دهد.

یادآوری - شواهد حاکی از آن است که جداشدگی از فسفریک اسید و سولفوریک می‌تواند برای برخی از انواع فیلترها در بارگذاری‌های بالای نمونه رخ دهد.

### ۴-۱۲ اریبی<sup>۱</sup> و دقت

## ۱-۴-۱۲ ارزیابی تجزیه‌ای

آزمایش‌های آزمایشگاهی نشان داده‌اند که روش تحلیلی، خطای معنی‌داری را نشان نمی‌دهد. میانگین بازیابی تحلیلی مشخص شده از تجزیه فیلتر نشاندار شده (به بند [۲۳] کتابنامه مراجعه شود) در محدوده ۹۷٪ تا ۱۰۰٪ برای هر دو فسفریک اسید و سولفوریک اسید مشاهده شده است.

## ۲-۴-۱۲ دقت تجزیه‌ای

اجزاء ضریب تغییرات روش که از تغییرپذیری تجزیه‌ای ناشی می‌شود،  $CV_{analysis}$  تعیین شده است که از تجزیه فیلترهای نشاندار، (به بند [۲۳] کتابنامه مراجعه شود) در محدوده ۰٫۷٪ تا ۳٫۲٪ برای فسفریک اسید و ۰٫۵٪ تا ۲٫۶٪ برای سولفوریک اسید مشاهده شده است.

## ۵-۱۲ عدم قطعیت نمونه‌گیری و روش تجزیه‌ای

عدم قطعیت گسترده روش، برای هر دو فسفریک اسید و سولفوریک اسید کمتر از ۲۳٪ با ضریب پوشش ۲ تخمین زده شده است.

## ۶-۱۲ تداخل‌ها

۱-۶-۱۲ حضور همیشگی سولفات‌ها و فسفات‌ها منجر به تولید مقادیر شاهد از مواد و تجهیزات مورد استفاده (مواد شیمیایی، ظروف شیشه‌ای) در روش می‌شود. بنابراین مقادیر شاهد تمام مواد شیمیایی و تجهیزات باید به دقت بررسی شود.

۲-۶-۱۲ سولفات و فسفات‌ها در همه جای محیط زیست یافت می‌شوند. روشی جهت پذیرش تمایز بین آنیون‌های ناخواسته‌ی مشاهده شده و آن‌هایی که ناشی از حضور اسیدهای آزاد در هوای محیط کار هستند وجود ندارد (به بند ۹-۱-۵-۱ مراجعه شود). در محیط‌های کاری که در آن نمی‌توان بین آئروسول‌های سولفوریک اسید یا فسفریک اسید و آئروسول‌های سولفات یا فسفات تفاوت گذاشت، به ناچار یک نمونه از منبع انتشار (به عنوان مثال غوطه‌وری در محلول) به صورت موازی با نمونه‌های هوا گرفته می‌شود (به بند ۹-۱-۵-۲ مراجعه شود). توصیه می‌شود محتوی نمونه منابع انتشار هر دو سولفوریک اسید یا فسفریک اسید آزاد و فسفات و سولفات کل تعیین شود (به بند [۲۲] کتابنامه مراجعه شود).

ضریب تصحیح برای غلظت هوا K حاصل از نتایج تجزیه و تحلیل نمونه منبع انتشار با استفاده از رابطه (۳) محاسبه شده است:

$$K = \frac{\rho_{acid}}{\rho_{anion}} \quad (۳)$$

که در آن:

$\rho_{acid}$  غلظت سولفوریک اسید یا فسفریک اسید نمونه منبع انتشار که توسط تیتراسیون اسید-باز تعیین می‌شود؛ و

$\rho_{anion}$  غلظت سولفات یا فسفات نمونه منبع انتشار است (به عنوان سولفوریک اسید و فسفریک اسید محاسبه شده) که توسط کروماتوگرافی یونی تعیین می‌شود.

اندازه‌گیری غلظت جرمی سولفوریک اسید یا فسفریک اسید در نمونه هوا با ضریب محاسبه شده تصحیح می‌شود. معادله (۴) حاصل غلظت تصحیح شده سولفوریک اسید یا فسفریک بر حسب میلی‌گرم بر مترمکعب در نمونه هوا است.

(۴)

$$\rho_{acid,corr} = K \times \rho_{acid,det}$$

که در آن:

$\rho_{acid,det}$  غلظت تعیین شده سولفوریک اسید یا فسفریک اسید در نمونه هوا است (به بند [۱۱] مراجعه شود).

۱۲-۶-۳ دی فسفر پنتا اکسید ( $P_2O_5$ ) با آب واکنش داده و فسفریک اسید ایجاد می‌کند و بنابراین دو ماده نمی‌توانند متمایز باشند.

۱۳ گزارش آزمون

۱-۱۳ ثبت آزمون

سوابق جامعی از مراحل اجرای آزمون شامل اطلاعات زیر باید نگهداری شود:

۱-۱-۱۳ بیانیه‌ای که در صورت لزوم محرمانه بودن اطلاعات ارائه شده را نشان دهد؛

۲-۱-۱۳ تعیین هویت کامل از نمونه‌های هوا، شامل تاریخ نمونه‌برداری، محل نمونه‌برداری، نوع نمونه (فردی یا ساکن) هر یک از ویژگی‌های اختصاصی که در منطقه تنفسی نمونه‌برداری باشد (یا دیگر شناسه‌های شخصی) یا محلی که در آن محیط عمومی شغلی، نمونه‌برداری انجام شده است (برای نمونه ساکن) شرح مختصری از فعالیت‌های کاری که در طول دوره نمونه‌برداری انجام شد و یک کد شناسایی منحصر به فرد برای نمونه؛

۳-۱-۱۳ ارجاع به این استاندارد ملی؛

۴-۱-۱۳ ساخت، نوع فیلتر و قطر مورد استفاده؛

۵-۱-۱۳ ساخت و نوع نمونه‌گیر مورد استفاده؛

۶-۱-۱۳ ساخت و نوع پمپ نمونه‌برداری مورد استفاده و مشخصات آن؛

- ۷-۱-۱۳ ساخت و نوع جریان سنج مورد استفاده، استاندارد اولیه که در برابر آن کالیبراسیون جریان سنج بررسی شده بود، محدوده بالایی سرعت جریان که کالیبراسیون جریان سنج در آن بررسی شده بود و در صورت لزوم و دما و فشار اتمسفر که کالیبراسیون جریان سنج در آن دما و فشار بررسی شده است (به بند ۹-۱-۳ مراجعه شود)؛
- ۸-۱-۱۳ زمان شروع و پایان دوره نمونه برداری و طول مدت نمونه برداری به دقیقه در دوره نمونه برداری؛
- ۹-۱-۱۳ متوسط سرعت جریان، بر حسب لیتر در دقیقه، در طول دوره نمونه برداری؛
- ۱۰-۱-۱۳ فشار و دمای اتمسفر متوسط در طول دوره نمونه برداری، در صورت لزوم (به بند ۹-۱-۳ مراجعه شود)؛
- ۱۱-۱-۱۳ حجم نمونه هوا در شرایط محیطی بر حسب لیتر؛
- ۱۲-۱-۱۳ نام فردی که نمونه‌ها را جمع‌آوری کرده است؛
- ۱۳-۱-۱۳ میانگین جرمی زمانی- وزنی غلظت، بر حسب میلی‌گرم در هر متر مکعب از سولفوریک اسید و یا فسفریک اسید موجود در نمونه هوا در دما و فشار محیط، یا در صورت امکان، انطباق با شرایط مراجع؛
- ۱۴-۱-۱۳ متغیرهای تحلیلی مورد استفاده برای محاسبه نتیجه، شامل غلظت سولفات و فسفات در نمونه و محلول شاهد، حجم‌های نمونه و محلول‌های شاهد و فاکتور رقت، اگر قابل اجرا باشد؛
- یادآوری- اگر برای محاسبات انجام شده فوق اطلاعات لازم (به عنوان مثال حجم هوای نمونه برداری شده) آزمایشگاهی در دسترس نباشد، گزارش تحلیلی آزمایشگاه می‌تواند شامل نتیجه تحلیلی میزان سولفوریک اسید یا فسفریک اسید در فیلتر نمونه بر حسب میکروگرم باشد؛
- ۱۵-۱-۱۳ نوع/انواع دستگاه/دستگاه‌های مورد استفاده برای آماده‌سازی و تجزیه و تحلیل نمونه‌ها و شناسه/شناسه‌های انحصاری آن‌ها؛
- ۱۶-۱-۱۳ تخمین حدهای آشکارسازی دستگاهی، روش حد آشکارسازی و کمیت‌پذیری حدها تحت شرایط تحلیلی کار، تعیین عدم قطعیت اندازه‌گیری مطابق بند [۴] کتابنامه و در صورت درخواست مشتری داده‌های کنترل کیفیت؛
- ۱۷-۱-۱۳ هرگونه عملیاتی که در این بخش از استاندارد تعیین نشده یا به صورت اختیاری رعایت شده است؛
- ۱۸-۱-۱۳ نام تجزیه کننده/تجزیه کننده‌ها یا دیگر شناسه/شناسه‌های اختصاصی؛
- ۱۹-۱-۱۳ تاریخ تجزیه و تحلیل‌ها؛ و
- ۲۰-۱-۱۳ هر گونه انحراف ناخواسته، رویداد غیرمعمول یا دیگر مشاهدات جالب توجه.
- ۲-۱۳ گزارش آزمایشگاه
- گزارش آزمایشگاه باید شامل تمام اطلاعات مورد نیاز کاربر نهایی، مقامات حاکمیتی و سازمان‌های اعتباردهی باشد.

## پیوست الف

### (اطلاعاتی)

#### تصحیح دما و فشار

#### الف-۱ تصحیح فشار و دما برای سرعت جریان حجمی مشخص شده

الف-۱-۱ جریان سنج های حبابی برای اندازه گیری سرعت جریان حجمی به دلیل این که قرائت های آنها مستقل از دما و فشار هستند، ارجحیت دارند. برای سایر جریان سنج ها، اگر دما و فشار در زمان اندازه گیری با دما و فشار زمان کالیبراسیون جریان سنج متفاوت باشد، ممکن است تصحیح سرعت جریان حجمی مشخص شده لازم باشد.

الف-۱-۲ نمونه ای از نیاز به تصحیح دما و فشار، زمانی است که افت فشار ثابت و منطقه جریان سنج مورد استفاده برای اندازه گیری سرعت جریان حجمی متغیر است.

در این نمونه برای محاسبه حجم تصحیح شده نمونه هوا در لیتر  $V_{corr}$  از معادله (الف ۱) استفاده می شود:

$$V_{corr} = q_V \times t \times \sqrt{\frac{p_1 \times T_2}{p_2 \times T_1}} \quad (\text{الف } ۱)$$

که در آن:

$q_V$  میانگین سرعت جریان بر حسب لیتر بر دقیقه؛

$t$  زمان نمونه برداری بر حسب دقیقه؛

$p_1$  فشار اتمسفری در طول کالیبراسیون جریان سنج پمپ نمونه برداری بر حسب کیلو پاسکال؛

$p_2$  میانگین فشار اتمسفر در طول دوره نمونه برداری بر حسب کیلو پاسکال؛

$T_1$  دما در طول کالیبراسیون جریان سنج پمپ نمونه برداری بر حسب کلونین؛

$T_2$  میانگین دما در طول دوره نمونه برداری بر حسب کلونین است.

محاسبات نظری نشان می دهد که فشار اتمسفری مرجع  $101.3 \text{ kPa}$  در حجم نمونه هوا  $5\%$  انحراف رخ می دهد و فشار  $91.9 \text{ kPa}$  و  $112.2 \text{ kPa}$  است. هر دوی این مقادیر در خارج از محدوده آب و هوایی طبیعی از سطح دریا است، اما این اختلاف فشار مربوط به تغییر ارتفاع حدود  $800$  متر در فشار استاندارد از سطح دریاست (افزایش  $8$  متر ارتفاع از سطح تقریباً برابر با  $0.1 \text{ kPa}$  است) به طور مشابه،  $5\%$  انحراف در حجم نمونه هوا در دمای مرجع

۲۹۳ کلوین، بین دمای ۲۶۴ کلوین و ۳۲۳ کلوین اتفاق می‌افتد.

الف-۱-۳ هر جریان سنج دیگر نیز می‌تواند به تصحیح تغییرات فشار و دما نیاز داشته باشد. چنین تصحیح‌هایی در دستورالعمل کارخانه سازنده ذکر شده است.

الف-۲ محاسبه مجدد سولفوریک اسید و فسفریک اسید در غلظت هوا در شرایط مرجع

در صورت لزوم (به بند ۱-۹-۳-۲ مراجعه شود) غلظت‌های سولفوریک اسید یا فسفریک اسید در هوا  $\rho_{acid,corr}$  بر حسب  $mg/m^3$  با استفاده از معادله (الف-۲) مجدداً در شرایط مرجع محاسبه شود (به عنوان

مثال در دمای ۲۹۳ K و فشار ۱۰۱/۳ kPa)

(الف-۲)

$$\rho_{acid,corr} = \rho_{acid} \times \frac{(1013 \times T_2)}{p_2 \times 293}$$

که در آن:

$\rho_{acid}$  میانگین سرعت جریان بر حسب لیتر در دقیقه؛

$T_2$  میانگین دما در طول دوره نمونه‌برداری بر حسب کلوین است؛

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

۲۹۳ دمای مرجع بر حسب کلوین (برابر با  $20^\circ C$  است)،

۱۰۱/۳ فشار اتمسفر مرجع، بر حسب کیلو پاسکال است.

## پیوست ب

### (اطلاعاتی)

#### کتابنامه

- [1] EN 1540:1998, Workplace atmospheres — Terminology
- [2] EN 1232:1997, Workplace atmospheres — Pumps for personal sampling of chemical agents—Requirements and test methods
- [3] ACGIH. Threshold limit values for chemical substances and physical agents; biological exposure indices. American Conference of Government Industrial Hygienists, Cincinnati, OH (updated annually). Available (2007-09-13) at: [www.acgih.org](http://www.acgih.org)
- [4] ISO Guide 98:1995, Guide to the expression of uncertainty in measurement. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML
- [5] ISO Guide 99:1996, International vocabulary of basic and general terms in metrology. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML
- [6] EN 482, Workplace atmospheres — General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents
- [7] CEN/TR 15230, Workplace atmospheres — Guidance for sampling of inhalable, thoracic and respirable aerosol fractions
- [8] M ÉTROPOL. Métrologie des polluants, Institut National de Recherche et de Sécurité, Nancy, 2005 (Fiche No. 009). Available (2007-09-13) at: [www.inrs.fr/metropol](http://www.inrs.fr/metropol)
- [9] EN 12919:1999, Workplace atmospheres — Pumps for the sampling of chemical agents with a volume flow rate of over 5 l/min — Requirements and test methods
- [10] Dionex, Dionex reference library, manuals, technical documents, applications, product literature, CD-ROM, Dionex corporation (updated regularly). See: [www1.dionex.com](http://www1.dionex.com) (Available 2007-09-13)
- [11] EN 689:1995, Workplace atmospheres — Guidance for the assessment of exposure by inhalation to chemical agents for comparison with limit values and measurement strategy
- [12] ASTM E 1370, Standard guide for air sampling strategies for worker and workplace protection
- [13] ISO 8756, Air quality — Handling of temperature, pressure and humidity data
- [14] ASTM D 4840, Standard guide for sampling chain-of-custody procedures
- [15] KENNEDY, E.R., FISCHBACH, T.J., SONG, R., ELLER, P.M., SHULMAN, S. Guidelines for air sampling and analytical method development and evaluation. U.S. Dept. of Health and Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, Cincinnati, OH, 1995. 104 p.
- [16] C URRIE, L.A. Nomenclature in evaluation of analytical methods including detection and quantification capabilities (IUPAC Recommendations 1995). Pure Appl. Chem. 1995, 67, pp. 1699-723



- [17] ASTM E 882, Standard guide for accountability and quality control in the chemical analysis laboratory
- [18] ISO 9004-4:1993, Quality management and quality system elements — Part 4: Guidelines for quality improvement
- [19] ELLISON, S.L.R., BARWICK, V.J. Estimating measurement uncertainty: Reconciliation using a cause and effect approach. *Accredit. Qual. Assur.* 1998, 3, pp. 101-5
- [20] ELLISON, S.L.R., BARWICK, V.J. Using validation data for ISO measurement uncertainty investigation: Part 1 — Principles of an approach using cause and effect analysis, *Analyst* 1998, 123, pp. 1387-92
- [21] BREUER, D. Measurement of vapour-aerosol mixtures. *J. Environ. Monit.* 1999, 1, pp. 299-305
- [22] KRÄMER, W., BENDER, H.F., LEUPPERT, G., FISCHER, P., GUSBETH, K., BREUER, D. Messung von Schwefelsäure in verschiedenen Arbeitsbereichen [Measurement of sulfuric acid at various workplaces], *Gefahrst. Reinhalt. Luft* 2002, 62, pp. 45-51
- [23] DEUTSCHE FORSCHUNGSGEMEINSCHAFT. Inorganic acid mists. In: KETTRUP, A., GREIM, H., editors. *Analyses of hazardous substances in air*, Volume 6, pp. 67-78. Wiley-VCH, 2002
- [24] BERUFSGENOSSENSCHAFTLICHES INSTITUT FÜR ARBEITSSCHUTZ (BGIA), internal document SOP IC 004 ac\_part