



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۲۵۹

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19259
1st. Edition

2015

سیستم های گاز کروماتوگرافی / اسپکترومتر
جرمی برای اندازه گیری آلاینده های آلی
در آب

**Gas chromatograph/mass spectrometer
systems for the analysis of organic
pollutants in water**

ICS:17.180.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان 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 سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۱۳۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۱۳۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در به 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 به صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای 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 به 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
"سیستم های گاز کروماتوگرافی / اسپکترومتر جرمی برای اندازه گیری آلاینده های
آلی در آب"

رئیس:

مقصودی، شهاب
(دکتري شيمي تجزيه)

سمت و / يا نمايندگي

دانشگاه شهيد باهنر کرمان

دبير:

کيانفر، مريم
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان کرمان

اعضاء:(اسامي به ترتيب حروف الفبا)

آرمان مقدم، مهشيد
(لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد استان کرمان

احمدی، زهرا
(فوق لیسانس شیمی)

سازمان زمین شناسی کرمان

اکبری جور، علی
(فوق لیسانس منابع طبیعی)

مجتمع گل گهر

اوحدی، افشین
(لیسانس شیمی)

سازمان ملی استاندارد

بهزادی فر، محسن
(فوق لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد استان کرمان

پیروزیان، رزا
(فوق لیسانس شیمی)

سازمان محیط زیست کرمان

مجتمع مس سرچشمه

ترابی، معصومه
(فوق لیسانس شیمی)

سازمان صنعت، معدن، تجارت استان کرمان

ذهاب ناظوری، عصمت
(لیسانس مهندسی مکانیک)

دانشگاه شهید باهنر کرمان

عطایی، سید احمد
(دکتری مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان کرمان

علائی، آناهیتا
(فوق لیسانس شیمی)

مرکز تحقیقات جهاد کشاورزی و منابع طبیعی

گنجه‌ای زاده روحانی، فاطمه
(دکتری داروسازی صنعتی)

پیشگفتار

استاندارد " سیستم‌های گاز کروماتوگراف/ اسپکترومتر جرمی برای اندازه گیری آلاینده‌های آلی در آب " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شد و در دویست و چهل و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه شناسی و اوزان مورخ ۹۳/۱۱/۱۴ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

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

منبع و ماخذی که در تهیه این استاندارد به کار رفته است به شرح زیر است:

OIML R 83: 2006: Gas chromatograph/mass spectrometer systems for the analysis of organic pollutants in water

مقدمه

اسپکترومترهای جرمی را پس از جفت شدن با کروماتوگراف‌های گازی مناسب می‌توان با موفقیت برای تجزیه گستره وسیعی از نمونه‌های آب، از قبیل آب‌های سطحی، آب‌های زیرزمینی، جریان‌های آب صنعتی و شهری و آب شور دریا به کار برد. ممکن است لازم باشد نمونه را قبل از تجزیه به وسیله سیستم GC/MS با روش‌های خاص، آماده‌سازی کرد. هر چند که در یک اندازه‌گیری کلی، توجه به نمونه‌برداری، آماده‌سازی نمونه و روش‌های اندازه‌گیری آلاینده‌ها از اهمیت خاصی برخوردار است اما در این استاندارد به این موارد اشاره‌ای نشده است. آلاینده‌های مورد نظر موجود در نمونه را در صورتی می‌توان با سیستم GC/MS اندازه‌گیری کرد که غلظت آن‌ها بیش از مقدار آشکارسازی روش باشد، توانایی گذشتن از ستون‌های کروماتوگرافی گازی را داشته باشند و زیاد تحت تاثیر پدیده جذب سطحی، تخریب گرمایی یا تبدیل کاتالیزوری نباشند. برخی از ترکیب‌هایی که اندازه‌گیری آن‌ها با این روش مشکل است، از قبیل ترکیب‌های غیرفرار یا ناپایدار گرمایی، را می‌توان به مشتق‌هایی تبدیل کرد که این مشتق‌ها قابل جداسازی به روش کروماتوگرافی گازی و آشکارسازی با اسپکترومتر جرمی، باشند.

در صورت توجه خاص به بهینه کردن شرایط عملکردی هر یک از اجزای دستگاه اندازه‌گیری، می‌توان به معیارهای عملکردی بهتر و مناسب‌تر از آنچه در این استاندارد برای سیستم GC/MS بیان شده، دست یافت. در چنین شرایطی میزان موفقیت به سطح دانش، مهارت و تجربه آزمون‌گر، بستگی دارد.

سیستم‌های کروماتوگراف گازی / اسپکترومتر جرمی برای تعیین مقدار آلاینده‌های آلی در آب

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین ویژگی‌های عملکردی و روش‌های آزمون برای دستگاه کروماتوگراف گازی / اسپکترومتر جرمی (GC-MS) مورد استفاده برای تعیین مقدار آلودگی‌های آلی در برنامه‌های کنترل آلودگی و بررسی کیفیت آب است.

در این استاندارد، فقط اسپکترومترهای جرمی با قدرت تفکیک پایین، مورد نظر است. یادآوری— مدل‌های متنوعی از اسپکترومترهای جرمی وجود دارند که با استفاده از روش‌های بسیار مختلف برای جداسازی یون‌ها بر حسب نسبت جرم به بار آن‌ها، به کار گرفته می‌شوند.

۲ دامنه کاربرد

دستگاه‌های GC/MS برای اندازه‌گیری‌های محیطی، در موارد زیر کاربرد دارند:

- برای یک تجزیه آلی با طیف وسیع با هدف تعیین مقدار اجزا اصلی و فرعی معلوم یا غیرمنتظره موجود در نمونه؛
- پایش تکراری و روزمره تعداد نسبتاً زیادی (به‌عنوان مثال بیش از ۲۰) جزء تشکیل‌دهنده نمونه؛
- مشاهده یون انتخابی، (SIM) که به‌عنوان وسیله‌ای بسیار حساس، با درستی بالا و انتخابی در تجزیه و تحلیل‌های محیطی شناخته شده است.

۳ 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 تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای استاندارد الزامی است.

3-1 OIML R82,2006: Gas chromatographic systems for measuring pollution from pesticides and other ionic substances

۴ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و واژه‌های زیر، کاربرد دارد.

۱-۴

گاز حامل^۱

گاز وارده به دستگاه کروماتوگراف گازی برای انتقال نمونه جهت فرآیندهای تجزیه‌ای، است که به‌طور پیوسته از داخل ستون عبور می‌کند و حرکت آن، باعث شویس^۲ اجزای تشکیل‌دهنده نمونه، می‌شود. این گاز به همراه بخش‌هایی از نمونه موجود در آن، فاز متحرک را تشکیل می‌دهد.

۲-۴

وسيله تزریق

وسيله‌ای است که با استفاده از آن بخشی از نمونه به داخل ستون کروماتوگرافی گازی، وارد می‌شود.

۳-۴

فاز ساکن

فاز غیرمتحرک، جامد یا مایع در داخل ستون که به‌صورت انتخابی اجزای تشکیل‌دهنده نمونه را جذب یا جذب سطحی می‌کند.

۴-۴

فاز متحرک

گاز حامل و نمونه تزریقی گازی شده است که به ستون وارد می‌شود و در طول آن حرکت می‌کند.

۵-۴

ستون

ستون داخل کروماتوگراف گازی که حاوی فاز ساکن بوده و فاز متحرک گازی از داخل آن، جریان می‌یابد.

۶-۴

شویس

خارج کردن یک جزء نمونه از فاز ساکن توسط فاز متحرک در ستون کروماتوگراف گازی

۷-۴

آشکارساز

وسيله‌ای است قادر به پاسخ به اجزای نمونه موجود در گاز حامل که از ستون کروماتوگرافی به داخل این فاز منتقل شده‌اند.

در دستگاه GC/MS، اسپکترومتر جرمی به‌عنوان آشکارساز عمل می‌کند.

^۱- Carrier Gas

2- Elution

۸-۴

طیف جرمی

نمایش گرافیکی یا جدولی از نسبت‌های جرم به بار، (m/Z) ، یون‌های جداسازی شده و شدت‌های نسبی هر یک از این نسبت‌ها

۹-۴

حد تشخیص

حداقل مقدار یک ترکیب خاص است که پس از تزریق به کروماتوگراف گازی، نسبت سیگنال به نوفه کمینه سه برابر پیک پایه را ایجاد می‌کند. این مقدار به روش یونیزاسیون بستگی داشته و گستره جرمی مشخصی را پوشش می‌دهد.

یادآوری - برخی ترکیب‌ها یون مولکولی ندارند اما تمامی ترکیب‌ها دارای یک پیک پایه در طیف خود هستند. این پیک مربوط به پرشدت‌ترین یا فراوان‌ترین یون طیف جرمی است.

۱۰-۴

قدرت تفکیک اسپکترومتر جرمی

روش محاسبه قدرت تفکیک دستگاه به آنالیزور یونی آن بستگی دارد. در بندهای زیر دو روش معمول برای اندازه‌گیری نسبت m به Δm ، $(m/\Delta m)$ ، بیان شده است.

۱۰-۴-۱ m جرم یونی مربوط به اولین پیک دوتایی و Δm اختلاف جرم دو پیک است. پیک‌های دوتایی به وسیله یک دره که مقدار آن نباید بیش از ۱۰ درصد مقدار بلندترین پیک باشد، $[m/\Delta m]$ مقدار ثابتی است (نوع بخشی) از هم تفکیک پذیر هستند.

۲- ۱۰-۴

m جرم ترکیبی از نمونه مربوط یک پیک است و Δm عرض کامل در نیمه ارتفاع آن پیک ($FWHM^1$) $[\Delta m]$ مقدار ثابتی است (نوع چهار قطبی) بنابراین مقدار عددی $m/\Delta m$ با کاهش جرم، کاهش می‌یابد. در این حالت کم‌ترین مقدار قابل دستیابی برای قدرت تفکیک، برابر یک واحد خواهد بود. بدین معنا که می‌توان جرم ۵۰ را از ۵۱ و ۱۰۰۰ را از ۱۰۰۱ تمایز داد.

۱۱-۴

تکرارپذیری

نزدیکی توافق بین نتایج حاصل از اندازه‌گیری‌های متوالی برای یک اندازه ده که تحت شرایط یکسان و در بازه‌های زمانی نسبتاً کوتاه انجام شده باشند.

یادآوری - منظور از شرایط یکسان، روش اندازه‌گیری، آزمون‌گر، دستگاه‌های اندازه‌گیری، مکان اندازه‌گیری و شرایط محیطی یکسان است.

1- Full Width at Half Maximum.

گستره کاری

عبارت از گستره غلظتی هر جزء موجود در محلول است که بتوان آن را با تکرارپذیری با حدود مشخص شده در این استاندارد، اندازه‌گیری کرد.

۴-۱۳ نماد کمیت‌ها

m جرم یک یون در واحدهای یکسان جرم اتمی، u (یا در برخی مراجع (amu)) و
 Z مقدار بار عنصری موجود روی یون

۵ توصیف دستگاه

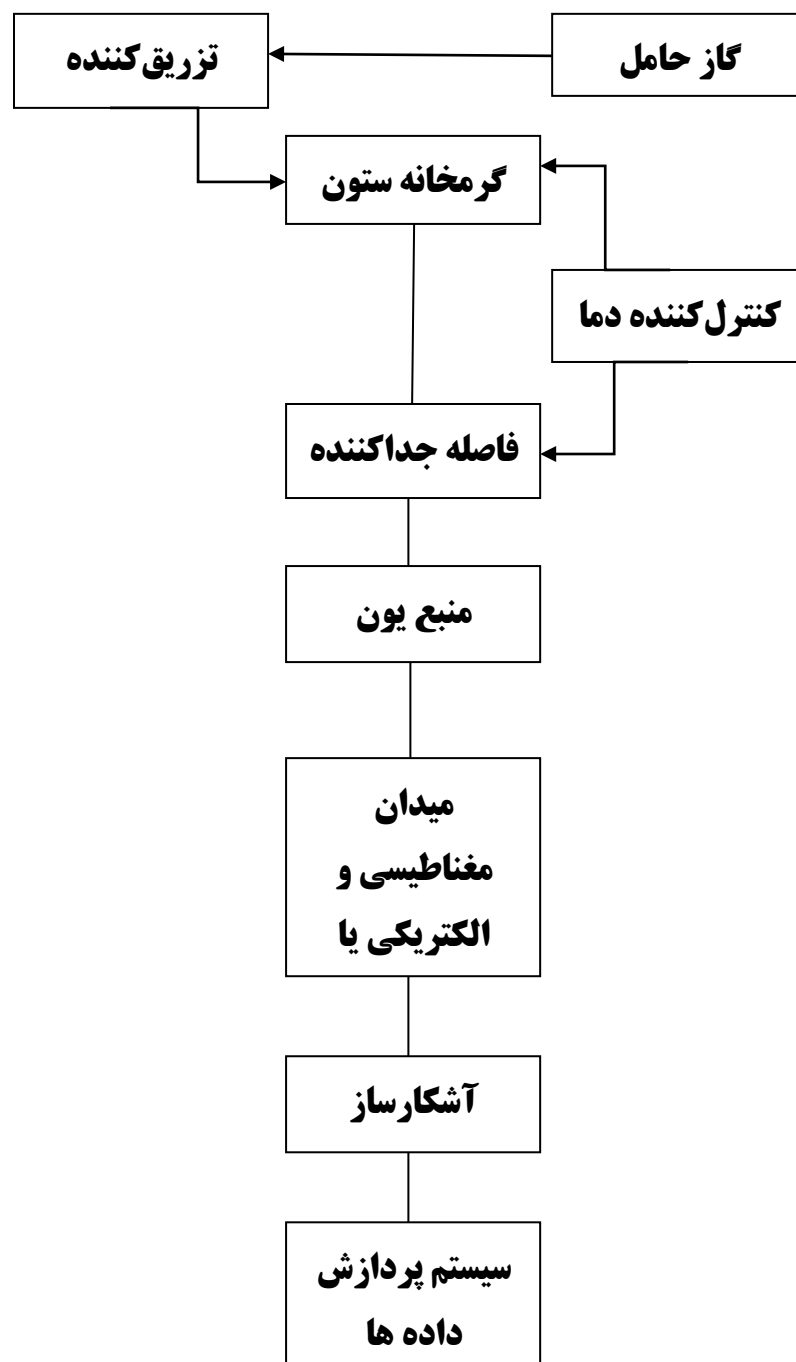
۵-۱ کلیات

یک دستگاه GC/MS، ترکیبی از دستگاه‌هایی است که برای جداسازی و آنالیز ترکیبات موجود در نمونه مایع مورد نظر، لازم است. نمونه در ابتدا به داخل کروماتوگراف گازی تزریق می‌شود تا اجزای سازنده آن جداسازی شوند. ممکن است یک وسیله جداکننده^۱، کروماتوگراف گازی و اسپکترومتر جرمی را به هم وصل کرده باشد. این وسیله اجزای مورد نظر را از گاز حامل، جدا می‌کند. سپس، ترکیبات موجود در نمونه در منبع یونی اسپکترومتر جرمی یونیزه شده و اجزای یونی شده این ترکیبات، به وسیله میدان‌های مغناطیسی یا الکترومغناطیسی، در آنالیزور جرمی، آنالیز می‌شوند. یون‌های آنالیز شده از نظر جرمی، به آشکارساز می‌رسند و سیگنال‌هایی ایجاد می‌کنند که با استفاده از آن‌ها می‌توان طیف جرمی ترکیب را تعیین کرد. پس از آن، این طیف به وسیله سیستم پردازش داده‌ها با طیف‌های موجود برای ترکیب‌های مختلف، مقایسه می‌شود. این مقایسه، امکان شناسایی ترکیبات مورد اندازه‌گیری را فراهم می‌کند. شکل ۱، شمایی از دستگاه GC/MS را نشان می‌دهد.

یادآوری- برای آشنایی با دستگاه GC/MS و واژگان مرتبط، به منابع ۱ تا ۶ مراجعه کنید.

۵-۲ کروماتوگراف گازی

۵-۲-۱ کروماتوگراف گازی برای جداسازی مخلوط‌های آلی و غیر آلی، کاربرد دارد. اجزای اصلی این دستگاه، شامل یک سیستم کنترل پنوماتیک برای گاز حامل، یک وسیله تزریق، یک ستون، یک آشکارساز (در این استاندارد اسپکترومتر جرمی) و یک سیستم کنترل حرارتی است. نمونه مایع به وسیله تزریق به دستگاه وارد شده و معمولاً درست قبل از ستون، تبخیر می‌شود. یک گاز حامل بی‌اثر با سرعت کنترل شده، نمونه تبخیر شده را از داخل ستون عبور می‌دهد. خروجی ستون کروماتوگرافی گازی به‌طور مستقیم یا از طریق یک وسیله تغلیظ یا جداکننده، وارد اسپکترومتر جرمی می‌شود.



شکل ۱- شمایی از یک کروماتوگراف گازی / اسپکترومتر جرمی / سیستم داده‌ها

۵-۲-۲ کروماتوگرافی گازی، بر اساس توزیع اجزا نمونه بین گاز (فاز متحرک) و یک جامد یا مایع جاذب (فاز ساکن) انجام می‌شود. ماده جاذب در داخل یک ستون روی بستری از جامد قرار گرفته یا دیواره‌های

داخلی ستون را پوشانده است. توزیع اجرای نمونه، به پارامترهای عملکردی ستون، شامل سرعت جریان گازحامل، دما، فشار بخار و خصوصیات ماده جاذب مایع یا جامد، بستگی دارد.

۵-۲-۳ اجزای مهم کروماتوگراف گازی دستگاه GC/MS به شرح زیر است :

۵-۲-۳-۱ گاز حامل (معمولاً هلیوم) با درجه خلوص کافی و بی اثر نسبت به فاز ساکن

یادآوری - جزئیات بیشتری در مورد توصیف و الزامات اندازه شناختی و فنی کروماتوگراف گازی در استاندارد بند ۳-۱ بیان شده است.

۵-۳ امکان دارد حد فاصل بین کروماتوگراف گازی و اسپکترومتر جرمی یک جداکننده قرار بگیرد یا این دو بدون واسطه به هم وصل شوند.

۵-۳-۱ جداکننده قرار گرفته در حد فاصل دو دستگاه، گاز حامل خروجی از کروماتوگراف گازی را از جریان جدا می کند و بدین ترتیب، جریان غنی شده ای از نمونه به داخل اسپکترومتر جرمی، وارد می شود. جداسازی به وسیله این جداکننده به دلیل سرعت نفوذ متفاوت گازهای با جرم های مولکولی مختلف در جریان رو به گسترش در این جداکننده، است.

۵-۳-۲ اگر سیستم پمپاژ در خلا اسپکترومتر جرمی قادر به دریافت جریان گاز حامل خروجی از ستون پر شده یا ستون های مویینه باشد، می توان کروماتوگراف گازی را به طور مستقیم و بدون جداکننده، به اسپکترومتر جرمی وصل کرد.

۵-۴ اسپکترومتر جرمی

۵-۴-۱ اجزای گازی مورد نظر موجود در نمونه از ستون کروماتوگرافی گازی شسته شده و به محض ورود به اسپکترومتر جرمی، به یکی از روش های زیر یونی می شود:

۵-۴-۱-۱ یونیزاسیون الکترونی (E L)^۱، شایع ترین شکل یونیزاسیون، که در آن پرتویی از الکترون ها به اجزا نمونه، برخورد می کند و یا

۵-۴-۱-۲ یونیزاسیون شیمیایی (CI)^۲ که یون ها از واکنش بین اجزای نمونه و یک واکنش گر، تولید می شود. در این حالت، ممکن است انتقال الکترون، پروتون یا سایر گونه های قطبی، بین واکنش گر ها انجام گیرد.

یادآوری - یونیزاسیون شیمیایی به معنی تولید یون های مثبت طی فرآیند است. در صورت تولید یون های منفی، فرآیند تحت عنوان یونیزاسیون شیمیایی منفی (NCI)^۳ نامیده می شود.

۵-۴-۲ جداسازی یون های حاصل از یونیزاسیون، بر اساس نسبت جرم به بار آن ها و معمولاً با استفاده از یک اسپکترومتر جرمی مغناطیسی یا چهارقطبی، انجام می گیرد. این یون ها، معمولاً با استفاده از مولتی-پلایرهای الکترونی و دی نود^۴ پیوسته یا چند مرحله ای، که ایجاد سیگنال تقویت شده برای یون مورد نظر می نماید، مورد آشکارسازی قرار می گیرند.

۵-۵ سیستم پردازش داده ها (DS)

1. Electron Ionization
2. Chemical Ionization
3. Negative Chemical Ionization
1-dynode

۵-۵-۱ سیستم پردازش داده‌ها، طیف جرمی حاصل را به صورت مجموعه‌ای از یون جرم‌ها و شدت آن‌ها ثبت می‌کند. این مجموعه را می‌توان به صورت نموداری از شدت نسبی یون در برابر نسبت جرم به بار (m/z) و به صورت یک طیف جرمی، رسم کرد. شناسایی ترکیبات مورد نظر موجود در نمونه، از راه مقایسه طیف ثبت شده با طیف نمونه‌های معلوم موجود در سیستم پردازش داده‌ها، انجام می‌گیرد.

۵-۵-۲ DS از اجزای اصلی زیر تشکیل می‌شود:

- یک دستگاه رایانه با ظرفیت مناسب برای ذخیره‌سازی داده‌ها

- یک نمایش‌گر ویدیویی

- یک چاپ‌گر برای داده‌های خروجی

۵-۵-۳ DS، داده‌ها را جمع‌آوری کرده و دستگاه GC/MS را کنترل می‌کند، این سیستم، داده‌های جمع‌آوری شده را نسبت به اطلاعات ذخیره شده و طیف‌های جرمی مرجع، پردازش کرده و سپس داده‌های تحلیل شده را به تناسب به صورت نمودارهای میله‌ای و جدول‌های حاوی شدت نسبی یون در برابر نسبت جرم به بار در حافظه خود، ذخیره می‌کند.

۶ الزامات اندازه‌شناختی

۶-۱ در زمان ارزیابی و تصدیق اولیه و تصدیق‌های بعدی، باید تکرارپذیری، حدتشخیص و گستره خطی سیگنال خروجی دستگاه در یک آزمایشگاه و با استفاده از محلول‌های استاندارد مرجع و تحت شرایط زیر، آزمون شود.

- دمای اتاق بین 20°C تا 27°C و پایدار در گستره $3^{\circ}\text{C} \pm$ در مدت اندازه‌گیری

- رطوبت نسبی بین ۳۰% تا ۸۰%

۶-۲ سازنده دستگاه باید اطلاعات مربوط به هر یک از اجزای زیر و شرایطی را که در آن دستگاه باید آزمون شود، مشخص کند.

سیستم تزریق

- گاز حامل

- نمونه/نمونه‌های مرجع

- گرمخانه ستون

- منبع یون

- زمان پیمایش

۶-۳ برای ارزیابی داده‌های مربوط به ترکیب‌هایی که به‌عنوان مرجع در دستگاه GC/MS نگهداری می‌شوند، باید از الگوی قطعه قطعه شدن ترکیب‌های مرجع در اثر یونیزاسیون برخورد الکترون، استفاده کرد. چنین پایگاه داده‌های مرجعی، ممکن است به صورت تجاری، مثل پایگاه داده‌های کتابخانه‌های NIST یا wiley MS، موجود باشند.

می‌توان از طیف میانگینی که از کل پیک اندازه‌گیری شده، محاسبه می‌شود یا از مقدار مربوط به پیک پایه پس از کم کردن خط زمینه، برای جستجو در این پایگاه داده‌ها، استفاده کرد.

۶-۳-۱ طیف حاصل از الگوی قطعه قطعه شدن دکا فلئورو تری فنیل فسفین (DFTPP) باید با استفاده از این روش رسم شود. نتیجه حاصل باید با جدول ۱، مطابقت داشته باشد.

جدول ۱- فراوانی یونی برای دکا فلئورو تری فنیل فسفین

جرم	فراوانی یون
51	10 5- 80 % of the base peak
68	less than 2 % of mass 69
70	less than 2 % of mass 69
127	10 % - 80 % of the base peak
197	less than 2 % of mass 198
198	base peak or > 50 % of 442
199	5 % - 9 % of mass 198
275	10 % - 60 % of the base peak
365	> 1 % of the base peak
441	present but less than mass 443
442	base peak or > 50 % of 198
443	15 % - 24 % of mass 442

۶-۳-۲ اگر ستون GC مورد استفاده در آزمون، توانایی شویس DFTPP را نداشته باشد، باید برای بررسی طیف، از قطعه قطعه شدن پارا برموفلئورو بنزن استفاده کرد. در این صورت نتیجه باید با جدول ۲ مطابقت داشته باشد.

جدول ۲- فراوانی یونی برای پارابرموفلئوروبنزن

جرم	فراوانی یون
50	15 % - 40 % of mass 95
75	30 % - 80 % of mass 95
95	base peak, 100 % relative abundance
96	5 % - 9 % of mass 95
173	< 2 % of mass 174
174	greater than 50 % of mass 95
175	5 % - 9 % of mass 174
176	greater than 95 % but < 101 % of mass 174
	5 % - 9 % of mass 176

۴-۶ قدرت تفکیک دستگاه GC/MS باید، بررسی شود. قدرت تفکیک، $m/\Delta m$ ، پیک پایه دکا فلوئورو تری فنیل فسفین یا پارا برموفلوئورو بنزن باید به یکی از روش های بند ۴-۱۰، محاسبه شود. کمترین مقداری که قدرت تفکیک محاسبه شده می تواند داشته باشد، معادل واحد تفکیک دستگاه است. به این طریق توانایی جداسازی پیک های جرمی مجاور در تمامی گستره جرمی، فراهم می شود.

۵-۶ تکرارپذیری دستگاه GC/MS باید، بررسی شود. محلول مرجع مورد استفاده برای آزمون باید حاوی حداقل هفت یا بیش تر از ترکیباتی (شامل یک ترکیب هیدروکربن کلره) که قابل تخریب روی سطح فلزی داغ است و یک هیدروکربن آروماتیک چند حلقوی با جرم مولکولی بیش از ۲۰۰، باشد. جدول ۳، فهرستی از ترکیبات مناسب برای منظور را نشان می دهد. انحراف معیار نسبی هر پیک مشخص از هر ترکیب در نمونه مرجع باید $\pm 10\%$ درصد، باشد

۶-۶ حد تشخیص دستگاه GC/MS را باید برای محلول مرجعی حاوی متیل استئارات تعیین کرد. مقدار تعیین شده باید در گستره ۱۰ درصدی مقدار بیان شده توسط سازنده دستگاه، باشد.

۷-۶ گستره کاری روش را باید با رسم یک منحنی از مقادیر حداقل مجذورها نسبت به داده های به دست آمده برای حداقل پنج غلظت از یک محلول مرجع حاوی متیل استئارات و در گستره کاری مشخص شده توسط سازنده دستگاه، تعیین کرد. غلظت های انتخابی باید به گونه ای باشد که در برگیرنده مقادیر تقریباً معادل ۱۰ برابر حد تشخیص و حد بالای گستره کاری مشخص شده توسط سازنده، باشد. برای هر غلظت، آزمایش باید پنج بار تکرار و مقدار میانگین و انحراف استاندارد، محاسبه گردد. منحنی خطی برای مقادیر میانگین محاسبه شده در سه غلظت متفاوت، رسم می شود. ضریب همبستگی، r ، منحنی باید محاسبه شده و مقدار r^2 باید بیش از ۰/۹۵ باشد.

جدول ۳- ترکیب های مناسب برای تهیه محلول مرجع برای آزمون تکرار پذیری GC/MS

نوع پیک	جرم قطعه	ترکیب
N	۱۴۶	۱ و ۳ دی کلروبنزن
N	۱۲۸	نفتالن
N	۱۸۰	۱ و ۲ و ۴ تری کلروبنزن
N	۲۵۴	n - اکتادکان
N	۱۶۳	دی متیل فتالات
N	۱۴۹	دی - n بوتیل فتالات
N	۱۶۹	n- نیترو سودی فنیل آمین
N	۲۸۴	هگزا کلروبنزن
N	۲۰۲	پیرن
B	۲۲۸	کرایسن
B	۲۵۲	نیتروپیرن
<p>B نشان دهنده پیک های با عرض در نیمه ارتفاع بیش از ۴۵ ثانیه N نشان دهنده پیک های ستون های پر شده با عرض در نیمه ارتفاع کمتر از ۴۵ ثانیه</p>		

۷ الزامات فنی

- ۷-۱ سازنده دستگاه باید نوع گاز حامل مورد استفاده را مشخص کند. آلودگی های گاز حامل را می توان با قرار دادن وسیله ای در خطوط انتقال، جدا کرد.
 یادآوری- شایع ترین گاز مورد استفاده به عنوان گاز حامل، هلیوم است.
- ۷-۲ سازنده دستگاه باید انواع سیستم تزریق قابل استفاده برای آزمون های عملکردی و اندازه گیری های روزمره را تعیین کند.
- ۷-۳ گرمخانه GC باید ستون های پر شده یا موئینه را در خود جای داده و در مدت اندازه گیری ، دمای آن به وسیله برنامه های کنترل گرمایی، کنترل شود.
- ۷-۴ حد فاصل بین GC و MS باید از ماده ای بی اثر ساخته شده و دمای آن کنترل شده، باشد.
- ۷-۵ دستگاه باید داراری یک منبع یونیزاسیون برخورد الکترونی (EI) با انرژی بین ۶۰ eV تا ۸۰ eV باشد. برای تجزیه برخی ترکیب ها، می توان از منبع یونیزاسیون شیمیایی (CI) استفاده کرد.
- ۷-۶ آشکارساز باید قادر به آشکارسازی یون های مثبت برای EI و هر دو نوع یون مثبت و منفی، برای CI باشد.

۷-۷ سیستم پردازش داده‌ها باید قادر به ذخیره‌سازی حداقل ۶۰۰۰ پیمایش GC/MS باشد.

۷-۷-۱ سیستم پردازش داده‌ها باید قادر باشد اطلاعات زیر را جمع‌آوری و ذخیره کند.

- پیمایش خودکار یون‌های خاص ترکیب مورد نظر

- پیمایش طیف جرمی m/z از ۴۰ تا ۵۰۰ در نیم ثانیه

- قابلیت آشکارسازی تا ۴۶۰ پیک جرمی در هر طیف

۷-۷-۲ سیستم پردازش داده‌ها باید قادر باشد داده‌ها را نمایش داده و آن‌ها را به صورت زیر، تجزیه و تحلیل

کند:

- طیف‌های جرمی موجود به صورت فهرست‌وار یا نموداری از جرم نسبت به فراوانی

- انتگرال‌گیری سطح زیر پیک برای به دست آوردن شدت یک قطعه جرم مشخص یا مجموع تمامی

قطعات جرمی

- محاسبه میانگین طیف جرمی از تمامی طیف‌های اندازه‌گیری شده

- کم کردن یک تا چند طیف از بقیه برای تصحیح زمینه

- شناسایی فایل‌های اطلاعاتی طیف‌های جرمی مربوط به هر زمان (سال، ماه، روز، ساعت و دقیقه)

- شناسایی عملیات بعدی لازم برای داده‌های حاصل از طیف‌های جرمی از قبیل روش‌های میانگین-

گیری، پایش تک یون و روش‌های کاهش زمینه

۷-۸ مشخصات هر یک از اجزای اصلی سیستم GC/MS باید به صورت مشخص و به صورت زیر روی آن‌ها

نصب شده باشد:

- نام سازنده

- مدل دستگاه، شماره سریال، تاریخ (ماه و سال) ساخت آن

- الزامات مربوط به ولتاژ، فرکانس و جریان

۸ دستورالعمل‌های کاری

۸-۱ دستگاه GC/MS در ولتاژهای بالا و دمای بالا، کار می‌کند. در راه‌اندازی و کار با دستگاه مخصوصاً

وسایل کنترل دما و گازهای فشرده، این نکته‌ها باید در نظر گرفته شود. نشانه‌های هشدار مشخصی در

ارتباط با خطرهای بالقوه باید روی دستگاه نصب شود تا کاربر آن را، آگاه سازد.

این علامت‌های هشدار باید مطابق با مقررات ملی، باشد.

۸-۲ قبل از راه‌اندازی یک سیستم GC/MS باید تمامی عوامل محیطی آزمایشگاه را، مد نظر قرار داد.

سازنده دستگاه باید توان مصرفی و همچنین تغییرات مجاز فرکانس و ولتاژ را مشخص کند. علاوه بر این باید

اطلاعاتی در خصوص اتلاف حرارتی مجاز، شرایط دمای محیطی و رطوبت آن و هرگونه تهویه گاز نیز، موجود

باشد.

۹ کنترل‌های اندازه‌شناختی

۹-۱ ارزیابی نوع

۹-۱-۱ سازنده دستگاه باید یک مسئول ذیصلاح برای دستگاه GC/MS مشخص کرده و دستورالعمل کاری آن را، تعیین کند. دستورالعمل کاری دستگاه، ممکن است الکترونیکی باشد اما باید برنامه‌ای را که بتوان با آن دستورالعمل را باز کرد، مشخص نماید. علاوه بر این، سازنده ممکن است اطلاعات دیگری را که تعیین-کننده برآورده شدن این الزامات توسط سیستم است، ارائه نماید.

۹-۱-۲ نهاد مسئول ملی باید دستورالعمل‌های کاری را مرور کند تا از کامل و شفاف بودن دستورالعمل، اطمینان حاصل نماید. دستگاه را باید از نظر ظاهری و با مرور مشخصات سازنده، بررسی کرد تا از برآورده شدن الزامات بند ۷، مطمئن شد.

۹-۱-۳ نهاد مسئول ملی باید با اجرای آزمون یا پذیرش داده‌های حاصل از انجام آزمون توسط سازنده، انطباق سیستم با الزامات زیر را بررسی نماید:

- الگوی قطعه قطعه شدن (بند ۶-۳ و بند ۳-۶ پیوست الف)
- قدرت تفکیک (بند ۶-۴ و بند ۴ پیوست الف)
- تکرارپذیری (بند ۶-۵ و بند ۵-۸ پیوست الف)
- حدتشخیص (بند ۶-۶ و بند ۶-۵ پیوست الف)
- گستره خطی (بند ۶-۷ و بند ۶-۶ پیوست الف)

۹-۱-۴ گزارش آزمون‌های انجام شده بر روی دستگاه در مرحله ارزیابی (مطابق سیستم گواهی نامه OIML برای دستگاه‌های اندازه‌گیری) و به منظور استفاده در این استاندارد، باید شامل حداقل موارد اطلاعاتی مطابق با الگوی مشخص شده در پیوست ب باشد. می‌توان یک فرم مشخص برای این منظور، ایجاد کرد.

۹-۲ تصدیق اولیه و بعدی

۹-۲-۱ برای تصدیق اولیه، باید مستندات ارائه شده توسط سازنده را بررسی کرد تا از تطابق با بند های ۹-۱-۱ و ۹-۱-۲ اطمینان حاصل شود.

۹-۲-۲ تمامی آزمون‌های بیان شده در بند ۹-۱-۳ که در کاربردهای خاص به‌عنوان معیار در نظر گرفته می‌شوند، باید اجرا شود.

۹-۲-۳ نهاد مسئول ملی باید بازه زمانی معتبر برای تصدیق را تعیین کند.

۹-۲-۴ پس از هر بار تعمیر یا تعویض قطعه‌های اصلی دستگاه GC/MS و سیستم پردازش داده‌ها و یا پس از سپری شدن مدت اعتبار تصدیق تعیین شده توسط نهاد مسئول ملی باید تصدیق‌های بعدی را انجام داد.

۹-۳ آزمون‌های روزمره

۹-۳-۱ مسئول ذیصلاح باید روش‌های لازم برای استفاده از دستگاه GC/MS برای اندازه‌گیری آلاینده‌های خاص آب را تعیین کند. ممکن است برخی روش‌های اندازه‌گیری بیان شده، برای بررسی عملکرد دستگاه، نیز مناسب باشد.

۹-۳-۲ کاربر دستگاه باید قبل و بعد از هر سری اندازه‌گیری، آزمونی روی یک مایع استاندارد مرجع در داخل آزمایشگاه، انجام دهد. نتایج این آزمون‌ها باید در محدوده مشخص شده توسط نهاد مسئول ملی باشد.

۹-۳-۳ علاوه بر الزامات بند ۹-۳-۲ کاربر باید قبل از هر بار استفاده از دستگاه، تمامی قسمت‌های آن را بررسی کند.

۴-۳-۹ سابقه اقدام‌های انجام شده به ترتیب زمان انجام باید برای هر دستگاه GC/MS نگهداری شده و باید حاوی حداقل اطلاعات زیر باشد:

- نتایج تمامی آزمون‌های روزانه
- نتایج کالیبراسیون
- مشخصات قطعه اصلی تعویض شده
- جزئیات مربوط به نگهداری و تعمیر

پیوست الف

(الزامی)

روش آزمون

الف-۱ هدف این پیوست تعیین روشی است که با استفاده از آن بتوان تطابق سیستم کروماتوگراف گازی/ اسپکترومتری جرمی با الزمات عملکردی بیان شده در بند ۵ این استاندارد، را بررسی کرد.

الف-۲ تمامی آزمون‌ها را تحت شرایط مرجع بیان شده در بند ۵-۱ و با به‌کارگیری اجزا و کنترل‌های توصیه شده توسط سازنده آن برای ترکیب مورد آزمون، انجام دهید.

الف-۳ بررسی الگوی قطعه قطعه شدن

الف-۳-۱ با استفاده از یک نمونه مرجع، مقدار ۳۰ نانوگرم دکا فلئوئورو تری فنیل فسفین (DFTPP) به دستگاه تزریق کنید. سیستم تزریق مورد استفاده باید به‌صورت مشخص شده توسط سازنده، باشد.

الف-۳-۲ پرتو یونی از m/z برابر با ۴۰ تا ۵۰۰ واحد را با سرعت یک اسکن در هر ثانیه، پویش کنید.

الف-۳-۳ طیف حاصل باید معیارهای مربوط به یون‌های کلیدی مطابق جدول ۱ را داشته باشد.

یادآوری- برای این آزمون باید از طیف میانگین محاسبه شده از تمامی طیف‌های اندازه‌گیری شده، استفاده کرد.

الف-۳-۴ در صورت عدم امکان شویس DFTPP از ستون کروماتوگرافی گازی، از پارا برموفلوئورو بنزن برای تصدیق الگوی قطعه قطعه شدن، استفاده کنید.

الف-۳-۵ مراحل الف-۳-۱ و الف-۳-۲ را برای پارا برموفلوئورو بنزن، تکرار کنید.

الف-۳-۶ طیف‌های حاصل از فراوانی یون باید معیارهای یون‌های کلیدی را مطابق جدول ۲، داشته باشد.

یادآوری- می‌توان از طیف میانگین محاسبه شده از تمامی طیف‌های اندازه‌گیری شده برای این منظور، استفاده کرد.

الف-۴ قدرت تفکیک

قدرت تفکیک، $m/\Delta m$ ، پیک پایه DFTPP یا پارا برموفلوئورو بنزن را باید محاسبه کرد. قدرت تفکیک باید حداقل معادل یک واحد دستگاه باشد.

الف-۵ تکرارپذیری

الف-۵-۱ این آزمون باید تکرارپذیری کل دستگاه GC/MS برای اندازه‌گیری‌های تکراری و پیوسته طیف یونی ترکیب مورد آزمون، را تعیین کند. در این آزمون باید، تمامی مراحل اندازه‌گیری ترکیب مورد آزمون از مرحله تزریق نمونه به داخل سیستم تزریق تا مرحله محاسبه سطح زیر پیک یونی برای اندازه‌گیری مقدار آن، اجرا شود.

الف-۵-۲ مجموعه‌ای متشکل از هفت ترکیب یا بیش‌تر به‌عنوان نمونه مرجع، در نظر بگیرید. در جدول ۳، فهرستی از مواد قابل استفاده بیان شده است. غلظت هر ترکیب در محلول مرجع باید $20 \mu\text{g/ml}$ باشد. محلول مرجع باید حاوی یک هیدروکربن کلره قابل تخریب روی سطح داغ یک فلز و یک هیدروکربن آروماتیک چند حلقه‌ای با جرم مولکولی بیش از ۲۰۰، باشد.

الف-۵-۳ ستون و سیستم تزریق مناسبی را انتخاب و مطابق توصیه‌های سازنده دستگاه، پارامترهای عملکردی کروماتوگراف گازی را تنظیم کنید.

الف-۵-۴ پارامترهای زیر را تنظیم کنید :

- گستره جرمی m/z از ۳۵ تا ۳۵۰ واحد

- زمان اسکن تقریباً دو تا شش ثانیه برای ستون‌های پر شده و $0/5$ تا دو ثانیه برای ستون‌های مویینه

- انرژی منبع یونیزاسیون الکتريکی 70 eV

- ولتاژ آشکارساز مالتی‌پلایر کم‌تر از مقدار توصیه شده توسط سازنده و بر اساس شرایط و طول عمر آن

الف-۵-۵ مقدار یک تا پنج میکرولیتر از نمونه بند الف-۵-۲ را به دستگاه تزریق کنید و تمامی اطلاعات تا خروج کامل تمامی ترکیبات از ستون را، ثبت کنید. تزریق و ثبت نتایج را حداقل ۱۰ بار تکرار کنید.

الف-۵-۶ نمودار جریان کلی یون را رسم کرده و سطح زیر پیک‌ها را در جرم مشخص شده برای تمامی ترکیب‌ها، محاسبه کنید.

الف-۵-۷ مقدار میانگین انحراف استاندارد، S_r ، برای سطح زیر پیک، A ، جرم مشخص هر ترکیب موجود در نمونه را با استفاده از معادله زیر، محاسبه کنید :

$$S_r = \frac{S}{A} 100 \quad (1)$$

در این معادله :

$$s = \left[\frac{\sum (A_i - \bar{A})^2}{n-1} \right]^{1/2} \quad (2)$$

n : تعداد اندازه گیری‌های انجام شده روی هر ترکیب

A_i : سطح زیر پیک مربوط به جرم یون مشخصه

\bar{A} : میانگین نتایج برای n بار اندازه گیری تکراری

الف-۵-۸ عملکرد دستگاه در صورتی قابل قبول است که انحراف استاندارد نسبی تکرارپذیری هر پیک مشخصه در هر طیف حاصل از مخلوط نمونه مرجع، $\pm 10\%$ درصد باشد.

الف-۶ حد تشخیص و گستره کاری

الف-۶-۱ یک نمونه شاهد (هوای خشک یا نیتروژن برای گاز و حلال استفاده شده در آزمون برای نمونه مایع) را حداقل هفت بار به دستگاه تزریق کنید. سطح زیر پیکها را ثبت کرده و مقدار نویز N_s ، را به صورت میانگین نتایج، تعیین کنید.

الف-۶-۲ برای حداقل پنج غلظت انتخابی از نمونه مرجع در گستره از حدود ۱۰ برابر حد تشخیص تا حداکثر مقدار مشخص شده برای گستره خطی، حداقل پنج بار آزمون را تکرار کنید. سطح زیر پیکها یا ارتفاع آنها را ثبت کنید.

الف-۶-۳ با استفاده از نتایج حاصل از بند الف-۶-۲ مقدار میانگین سطح زیر پیک نسبت به مقدار نمونه تزریق شده، بر حسب گرم، را محاسبه کنید. نتایج را روی نمودار رسم کرده و رگرسیون خطی حداقل مجذورها را نسبت به مقدار میانگین محاسبه شده برای هر غلظت، به دست آورید. شیب منحنی، m ، عرض از مبدا، b ، و ضریب همبستگی، r ، را از رابطه خطی عمومی، محاسبه کنید:

$$y = mx + b \quad (3)$$

الف-۶-۴ مجذور ضریب همبستگی را با استفاده از شیب (ها) خط و انحراف معیار برای مقادیر غلظتی معین S_x و انحراف معیار مقادیر غلظتی اندازه گیری شده، S_y را از معادله های زیر محاسبه کنید:

$$r^2 = \frac{s^2 x_y}{s_x s_y} \quad (4)$$

$$S_{xy} = n \sum (x_i y_i) - \sum x_i \sum y_i \quad (5)$$

$$S_x = \left[\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \right]^{1/2} \quad (6)$$

$$S_y = \left[\frac{\sum (y_i - \bar{y})^2}{n-1} \right]^{1/2} \quad (7)$$

نتایج باید الزامات بیان شده در بند ۶-۷ برای ضریب همبستگی را داشته باشد

یادآوری- ضریب همبستگی بیان کننده میزان خطی بودن منحنی رگرسیون است بهترین حالت $r = \pm 1$ یا $r^2 = 1$ است.

الف-۶-۵ حساسیت دستگاه، S ، را به صورت شیب منحنی به دست آمده در بند الف-۶-۳ در نظر بگیرید و با استفاده از این مقدار و سطح نویز تعیین شده در بند الف-۶-۱، حد تشخیص دستگاه را به صورت زیر محاسبه کنید

$$\text{حد تشخیص} = \frac{3 \cdot N_s}{s}$$

پیوست ب
(الزامی)
فرمت گزارش آزمون

گزارش آزمون مورد استفاده به منظور صدور گواهی برای دستگاه‌های اندازه‌گیری در دامنه کاربرد این استاندارد باید شامل اطلاعات زیر باشد:

شماره :

استاندارد ملی

ب-۱ نام و نشانی آزمایشگاه (ها) انجام‌دهنده آزمون

ب-۲ محلی که آزمایش‌ها انجام شده ، در صورتی که غیر از مکان بند ب-۱ باشد

ب-۳ نام و نشانی سازنده دستگاه

ب-۴ نام و نشانی استفاده کننده از دستگاه در صورتی که غیر از بند ب-۳ باشد

ب-۵ مشخص شدن نوع ستون های قابل استفاده برای دستگاه :

بله خیر

توضیحات:

ب-۶ اجزای سیستم پردازش داده ها

توضیحات:

ب-۷ نشانه گذاری :

مطابق عدم انطباق

توضیحات:

ب-۸ خلاصه‌ای از نتایج حاصل از آزمون‌های بند ۸-۱-۳
ب-۸-۱ شرایط آزمون (اطلاعات کامل برای هر آزمون)

- دمای محیط: -----
--
- رطوبت نسبی: -----
--
- گاز حامل : -----

- نوع گاز : -----

- درجه خلوص گاز : -----

- شدت جریان گاز : -----

- نوع سیستم تزریق : -----

- نوع ستون : -----

- شرایط دمایی : -----

- محفظه تزریق : -----

- ستون : -----

- برنامه حرارتی ستون : -----

- وضعیت ارتباط کروماتوگراف گازی با اسپکترومتر جرمی: -----

- سرعت اسکن : -----

- گستره جرمی -----

- نمایش اطلاعات: -----

توضیحات : -----

ب-۸-۲ آزمون الگوی قطعه قطعه شدن

----- نام ترکیب مورد آزمون: -----

----- غلظت ترکیب مورد آزمون: -----

جرم	فروانی یون

ب-۸-۳ تکرارپذیری ارتفاع یا سطح زیر پیک

ترکیب‌های مورد آزمون و غلظت آنها

----- ترکیب ۱

----- ترکیب ۲

----- ترکیب ۳

----- ترکیب ۴

----- ترکیب ۵

----- ترکیب ۶

----- ترکیب ۷

شماره تکرار	ترکیب ۱	ترکیب ۲	ترکیب ۳	ترکیب ۴	ترکیب ۵	ترکیب ۶	ترکیب ۷
۱							
۲							
۳							
۴							
۵							
۶							
۷							
۸							
۹							
۱۰							
Δ							
φ							

- | | |
|--|---------|
| <input type="checkbox"/> قبول | ترکیب ۱ |
| <input type="checkbox"/> غیر قابل قبول | ترکیب ۲ |
| <input type="checkbox"/> قبول | ترکیب ۳ |
| <input type="checkbox"/> غیر قابل قبول | ترکیب ۴ |
| <input type="checkbox"/> قبول | ترکیب ۵ |
| <input type="checkbox"/> غیر قابل قبول | ترکیب ۶ |
| <input type="checkbox"/> قبول | ترکیب ۷ |

توضیحات :

ب-۸-۴ حد تشخیص و گستره کاری

ترکیب مورد آزمون :

۳	۲	۱	غلطت اندازه گیری شده
			شماره تکرار
			۱
			۲
			۳
			۴
			۵
			۶
			۷
			۸
			۹
			۱۰
			\bar{X}
			ϕ
			r^2

گستره کاری :

حد تشخیص :

قبول غیر قابل قبول

توضیحات :

ب-۹ خلاصه‌ای از نتیجه‌گیری در خصوص انطباق دستگاه GC/MS با الزامات این استاندارد

ب-۱۰ شخص (اشخاص) آزمون‌گر

عنوان‌ها و امضاها:

تاریخ :

پیوست پ
(اطلاعاتی)
کتابنامه

- 1- Budde, William L. and Eichelberger, James W., Organic analysis using gas chromatography/mass spectrometry: a technique and procedures manual, Ann Arbor Science Publishers (1979). ISBN: 0250403188
- 2- Laskens, H.F. and Jackson, J.F., Editors, Gas chromatography/mass spectrometry, Berlin; New York, Springer-Verlag (1986). ISBN: 3540159118
- 3- Message, Gordon M., Practical aspects of gas chromatography/mass spectrometry, New York, Wiley (1984). ISBN: 0471062774
- 4- McFadden, William H., Techniques of combined gas chromatography/mass spectrometry: applications in organic analysis, New York, Wiley (1973). ISBN: 047158338X
- 5- Budde, William L., Analytical Mass Spectrometry: Strategies for Environmental and Related Applications, New York, Oxford University Press (2001). ISBN: 084123664X
- 6- Kitson, Fulton G., Larsen, Barbara S., and McEwen, Charles N., Gas Chromatography and Mass Spectrometry: A Practical Guide, San Diego, CA, Academic Press (1996). ISBN:0124833853