



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۳۲۱

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19321

1st.Edition

2015

کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل برای
اندازه‌گیری‌های میدانی آلاینده‌های
شیمیایی خطرناک

**Portable gas chromatographs for field
measurments of hazardous chemical
pollutants**

ICS:17.040.30

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

پیشنویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مندو ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه-بندی آنرا اجباری نماید. هم‌چنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و سایر سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و سایر 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

«کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل برای اندازه‌گیری‌های میدانی آلاینده‌های شیمیایی خطرناک»

رئیس:

آقائی ، علی
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

شرکت ژلاتین حلال

دبیر:

مرشد عباسی، مجید
(لیسانس فیزیک کاربردی)

اداره کل استاندارد قزوین

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آزمایشگاه همکار شرکت فیروز

با وقار ، منا
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

مرکز بهداشت شهید بلندیان شهرستان
قزوین

پور ارجمند ، بهروز
(فوق لیسانس بهداشت حرفه‌ای)

هیات علمی دانشگاه زنجان

حاج حسینی ، اشرف
(دکتری مهندسی شیمی)

آزمایشگاه همکار شرکت مهد تاژ

خانی ، اعظم
(دکتری شیمی تجزیه)

شرکت بوستان سبز ماندگار

داودی معمار ، لیلا
(فوق لیسانس مهندسی خاک‌شناسی – گرایش شیمی آلودگی)

اداره کل استاندارد قزوین

رحمانی ، کورش
(فوق لیسانس مهندسی صنایع غذایی)

شرکت پاکشو ۳

صالحی ، آزاده
(لیسانس بهداشت حرفه‌ای)

آزمایشگاه همکار شرکت پیرایه زیست
قزوین

صفائی ، مهدی
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

شرکت مروجان سام صنعت

صفری ، رحمان
(لیسانس بهداشت حرفه‌ای)

شرکت پاکنام

عابدینی ، محمد فاضل
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

آزمایشگاه همکار شرکت مهد تاژ

علائی ، طیبه
(لیسانس شیمی)

آزمایشگاه همکار شرکت فیروز

فارسی ، مینا
(لیسانس شیمی کاربردی)

اداره کل استاندارد قزوین

مختاری ، معصومه
(فوق لیسانس شیمی معدنی)

آزمایشگاه همکار شرکت دانش محور البرز

مدرس نیا ، ناهید
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

شرکت معیار گستر کاسپین

ملکی ، سمانه
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

شرکت ژلاتین حلال

هادی ، نسرین
(لیسانس بهداشت حرفه‌ای)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف
۲	۲ کاربرد
۳	۳ مراجع الزامی
۳	۴ اصطلاحات و تعاریف
۶	۵ توصیف دستگاه
۹	۶ الزامات اندازه شناختی
۱۲	۷ الزامات فنی
۱۴	۸ دستورالعمل‌های کاربردی
۱۴	۹ کنترل‌های اندازه‌شناختی
۱۷	پیوست الف (اطلاعاتی) مثال‌هایی از انواع ترکیبات قابل شناسایی
۱۸	پیوست ب (الزامی) آزمون تعیین حد تشخیص و گستره خطی آشکارسازها
۲۰	پیوست پ (اطلاعاتی) نمونه‌هایی از انواع ستون‌های مناسب
۲۱	پیوست ت (الزامی) توصیف آزمون‌های کارایی همراه با عوامل موثر آن
۲۳	پیوست ث (اطلاعاتی) الگوی گزارش آزمون
۲۵	پیوست ج (الزامی) آزمون کارایی جامع برای دستگاه

پیش گفتار

استاندارد " کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل برای اندازه‌گیری‌های میدانی آلاینده‌های شیمیایی خطرناک " که پیشنویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در دویست و چهل و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه‌شناسی ، اوزان و مقیاس‌ها مورخ ۹۳/۱۱/۲۱ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

OIML R 113: 1994, Portable gas chromatographs for field measurements of hazardous chemical pollutants.

کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل برای اندازه‌گیری‌های میدانی آلاینده‌های شیمیایی خطرناک

۱ هدف

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش اجرایی برای آزمون و تصدیق کارایی کروماتوگراف‌های گازی (GC) قابل حمل به منظور استفاده در اندازه‌گیری آلاینده‌های شیمیایی است که امکان وجود آن‌ها در جایگاه‌های قانونی انباشت وجود دارد. این استاندارد با سایر تجهیزات اندازه‌گیری معادل یا آنالیز این آلاینده‌ها مغایرت ندارد. دستگاه قابل حمل، یک دستگاه کامل یا مجموعه به پیوسته مونتاژ شده است که قادر به آنالیز کامل در محل اندازه‌گیری با منبع باطری یا منبع جریان متناوب (AC) می‌باشد. انواع کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل که از روش‌های گوناگون برای ورود نمونه و شناسایی اجزای مورد نظر استفاده می‌کنند در دسترس می‌باشند.

یادآوری ۱- کروماتوگراف‌های گازی آزمایشگاهی (کروماتوگراف‌های گازی جهت اندازه‌گیری آلودگی‌های ناشی از آفت‌کش‌ها و سایر مواد سمی) در استاندارد OIML R82 تشریح شده‌اند.

۱-۲ این روش برای شناسایی ترکیباتی که بتوانند از ستون بدون جذب سطحی برگشت‌ناپذیر یا تخریب عبور نمایند، با استفاده از کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل کاربرد دارد. مثال‌هایی از انواع ترکیبات معمول آلاینده‌های شیمیایی خطرناک که با دستگاه کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل ممکن است یافت شوند، در پیوست الف ارائه شده‌اند.

۱-۳ این استاندارد برای برنامه‌های نمونه‌برداری، آماده‌سازی نمونه و روش‌های اندازه‌گیری کاربرد ندارد.
۱-۴ اجزای اصلی دستگاه‌هایی که الزامات این استاندارد را برآورده می‌سازند، با توجه به نوع کاربردشان قابلیت جایگزینی دارند. برخی از این اجزا عبارتند از:

۱-۴-۱ وسایل نمونه‌برداری مستقیم هوا و وسایل تزریق توسط سرنگ برای نمونه‌های گازی یا نمونه‌های مایع.

۱-۴-۲ ستون‌های موئین یا پر شده که تحت کنترل دمای قابل تنظیم و ثابت عمل می‌کنند.
۱-۴-۳ ستون‌های موئین یا پر شده که در دمای محیط و در برخی شرایط محیطی خاص عمل می‌کنند.
۱-۴-۴ آشکارسازهای یونش فوتونی (PID)، آشکارسازهای یونش شعله‌ای (FID)، آشکارسازهای یونش آرگونی (AID) و آشکارسازهای رباینده الکترونی (ECD).

یادآوری ۲- آشکارسازهای ذکر شده در بالا، بیشترین قابلیت کاربرد را دارند و از این رو در کاربردهای میدانی بیشتر استفاده می‌شوند. آشکارسازهای دیگر ممکن است مفید باشند و همچنین ممکن است بتوانند الزامات این استاندارد برای کاربردهای خاص را برآورده سازند.

۱-۵ کارایی بهتر دستگاه می‌تواند با بهینه‌سازی کارایی هر بخش اصلی سیستم اندازه‌گیری حاصل شود. در چنین مواردی، موفقیت وابسته به دانش، مهارت و تجربه کاربر می‌باشد.

۱-۶ این استاندارد برای الزامات و آزمون‌های دستگاه‌هایی که ممکن است برای ایمنی شخص مورد نیاز باشد، کاربرد ندارد. بنابراین توصیه می‌شود کاربران در رابطه با الزامات ایمنی و برچسب‌گذاری دستگاه مطابق مقررات ملی اطمینان حاصل نمایند.

۲ دامنه کاربرد

۱-۲ کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل، ممکن است در قوانین و مقررات ملی برای ارزیابی‌های میدانی و کنترل آلاینده‌های شیمیایی خطرناک توصیه شوند. چنین دستگاه‌هایی می‌توانند اندازه‌گیری‌های مستمر^۱ را در مکان‌های انباشت پسماند خطرناک فراهم کنند و می‌توانند مبنای تعیین برنامه‌های نمونه‌برداری، نظارت پزشکی بر سلامت عمومی و شغلی، دسترسی عمومی، نواحی تخلیه، تمیزسازی و محدودسازی پسماندهای خطرناک باشند. مکان‌های انباشت پسماند خطرناک، مکان‌هایی حاوی پسماندهای شیمیایی خطرناک هستند که توانایی و پتانسیل تحت تاثیر قرار دادن محیط وسیع‌تری را داشته باشند و برای مثال شامل مکان‌های تخلیه پسماندهای خطرناک کنترل نشده، مکان‌های مجاز دفع پسماندهای خطرناک و محل‌های حوادث، نشت و حریق ناشی از مواد شیمیایی خطرناک در زمان حمل و نقل یا انبارش می‌باشد. کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل برای پایش سایر مکان‌های دارای آلاینده‌های شیمیایی خطرناک از قبیل محل کار، منازل شخصی، آپارتمان‌ها و دیگر ساختمان‌ها و وسایل حمل و نقل عمومی نیز می‌توانند مورد استفاده قرار گیرند. این کاربردهای برخی دستگاه‌های قابل حمل در استاندارد بین‌المللی OIML D 22 بررسی شده است.

۲-۲ در بسیاری از کاربردهای میدانی، حضور ترکیبات معلوم یا مجهول ممکن است در اندازه‌گیری یک ترکیب آلی فرار ویژه توسط دستگاه کروماتوگراف گازی تداخل ایجاد کند. بنابراین ضروری است، حضور ترکیباتی که بتوانند در اندازه‌گیری تداخل ایجاد نمایند، پیش‌بینی شود و اجزای دستگاه، برنامه‌های نمونه برداری و روش‌های اندازه‌گیری به گونه‌ای انتخاب شود که بتوانند اثرات تداخلی محتمل را به حداقل برسانند.

۲-۳ دستورالعمل‌های کاری کافی باید در دسترس باشد و آزمون‌های مناسب برای بررسی کارایی دستگاه، قبل و بعد از اندازه‌گیری‌های میدانی باید انجام شود. کارایی دستگاه باید به طور دوره‌ای، به ویژه بعد از تعمیر و نگهداری و تحت شرایط سازگار با محیط عملیاتی مورد انتظار، تحت تغییرات شدید فصلی کنترل شود. توصیه‌های ویژه برای آزمون‌های معمول توسط کاربر در بند ۹-۳ آمده است. در برخی موارد، بررسی‌های میدانی می‌تواند برای تضمین اینکه یک دستگاه قابل استفاده است مناسب باشد.

یاد آوری ۱- این استاندارد برای فناوری کنونی کاربرد دارد ولی می‌تواند برای فناوری‌های نوین نیز کاربرد داشته باشد.

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 می شود. 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 مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۴۷۲۳: سال ۱۳۹۰ ، واژه نامه اندازه‌شناسی - مفاهیم پایه و عمومی و اصطلاحات مربوط

3-2 OIML R82:2006 , Gas chromatographs for measuring pollution from pesticides and other toxic substances

3-3 OIML D22:1991 , Guide to portable instruments for assessing airborne pollutants arising from hazardous wastes

3-4 OIML D11:2004 , General requirements for electronic measuring instruments

۴ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد ملی ایران شماره ۴۷۲۳ ، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌رود :

۱-۴

وسیله تزریق

ابزار وارد کردن نمونه به درون ستون دستگاه کروماتوگراف گازی می‌باشد.

۲-۴

ستون

لوله‌ای حاوی فاز ساکن، که در آن فاز متحرک گازی شارش می‌یابد.

۳-۴

فاز متحرک

گاز حامل مورد استفاده برای شویش^۱ اجزای نمونه از میان ستون می‌باشد.

۴-۴

فاز ساکن

ماده مایع یا جامد بی حرکت بر روی یک بستر جامد که باعث جداسازی اجزای نمونه از طریق اختلاف در سرعت‌های جذب سطحی و شویش می‌شود.

1- Elution

۵-۴

بستر جامد

معمولا یک ماده بی اثر است که باعث تثبیت فاز ساکن درون ستون می‌شود. این ماده می‌تواند شامل ذرات متخلخل، ذرات غیرقابل نفوذ، دیواره درونی ستون، یا ترکیبی از آنها باشد که گاز حامل بر روی آن شارش می‌یابد.

۶-۴

شویش

به جداشدن یک جزء نمونه از فاز ساکن توسط فاز متحرک گفته می‌شود.

۷-۴

آشکارساز

وسیله‌ای که به اجزای نمونه شویش شده از ستون پاسخ می‌دهد.

۸-۴

نوفه

معیاری از تغییر در سیگنال خروجی آشکارساز هنگامی که هیچ جزء نمونه‌ای شناسایی نشده باشد و می‌تواند در دو نوع طبقه‌بندی شود:

۸-۴-۱- نوفه کوتاه مدت^۱ شامل تمام تغییرات تصادفی قابل مشاهده سیگنال از آشکارساز یا اجزای دیگر است که دارای تناوب یک یا چند دور در دقیقه می‌باشند.

۸-۴-۲- رانش^۲، شیب میانگین سیگنال خط پایه اندازه‌گیری شده در یک دوره زمانی پیوسته برای مثال نیم ساعت می‌باشد.

۹-۴

حد تشخیص

کمترین مقدار از یک جزء نمونه که سیگنال خروجی آشکارساز سه برابر نوفه کوتاه مدت باشد. یادآوری- این اصطلاح بصورت کمترین قابلیت شناسایی یا کمترین حد قابل شناسایی نیز در مقالات و منابع سازندگان ارجاع داده شده است. گاهی اوقات، بسته به اینکه کروماتوگراف گازی برای آنالیز کیفی یا کمی به کار رود حد تشخیص به صورت سیگنال خروجی معادل با چند برابر میزان نوفه نیز تعریف می‌شود (برای مثال ۲ یا ۱۰ برابر)

۱۰-۴

گستره خطی

گستره‌ای است که نرخ‌های شارش جرم یا غلظت‌های اجزای نمونه مورد نظر در گاز حامل که حساسیت آشکارساز درون آن ثابت باقی می‌ماند و بصورت نسبت حد بالایی به حد تشخیص بیان می‌شود.

1- Short-Term

2- Drift

۱۱-۴

گستره دینامیکی

گستره‌ای است که تغییر در نرخ‌های شارش جرمی یا غلظت‌های اجزای نمونه مورد نظر باعث یک تغییر قابل اندازه‌گیری در سیگنال خروجی آشکارساز شود. حد بالایی آن، نرخ شارش جرمی یا غلظتی است که افزایش بیشتر از آن باعث افزایش قابل مشاهده‌ای در سیگنال خروجی آشکارساز نشود و بصورت نسبت حد بالایی به حد تشخیص بیان می‌شود.

۱۲-۴

حساسیت

سیگنال خروجی آشکارساز بر واحد جرمی اجزای نمونه شویب شده می‌باشد و در یکی از گروه‌های زیر قرار می‌گیرد:

۱-۱۲-۴ آشکارساز وابسته به غلظت

بر حسب $A. mL. g^{-1}$ یا $V. mL. g^{-1}$ است و توسط معادله زیر بیان می‌شود:

$$S = \frac{P \times F}{M} \quad (1)$$

که در آن:

S حساسیت ؛

P سطح پیک انتگرال‌گیری شده ($V.s$ یا $A.s$) ؛

F نرخ شارش گاز حامل ($mL \cdot s^{-1}$) ؛

M جرم نمونه در گاز حامل (g) .

۲-۱۲-۴ آشکارساز وابسته به نرخ شارش جرم

بر حسب $A. s. g^{-1}$ یا $V. s. g^{-1}$ است و توسط معادله زیر بیان می‌شود:

$$S = \frac{P}{M} \quad (2)$$

که در آن از نمادهای معرفی شده در بند ۱-۱۲-۴ استفاده شده است.

۱۳-۴

قابلیت انتخاب

معیاری از توانایی آشکارساز در پاسخ قوی‌تر به انواع خاصی از ترکیبات نسبت به سایر ترکیبات می‌باشد.

۱۴-۴

کروماتوگرام

ثبت سیگنال خروجی آشکارساز بر حسب زمان که در بردارنده پیک‌هایی متناظر با هر یک از ترکیبات نمونه می‌باشد.

۱۵-۴

زمان بازداری

زمان سپری شده بین تزریق یک نمونه و ظهور بیشینه پیک خروجی ترکیب مورد نظر می‌باشد.

۱۶-۴

کالیبراسیون

عملیاتی است که، تحت شرایط مشخص انجام می‌شود. به طوری که درگام اول، بین مقادیر کمیت و عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری ارتباط برقرار می‌کند. این عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری توسط استانداردهای اندازه‌گیری و نشاندهی‌های متناظر، به همراه عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری مربوط فراهم می‌شود و در گام دوم، از این اطلاعات برای برقراری رابطه‌ای جهت دستیابی به نتیجه اندازه‌گیری از نشاندهی استفاده می‌شود.

۱۷-۴

تکرارپذیری

دقت اندازه‌گیری تحت مجموعه‌ای از شرایط تکرارپذیری اندازه‌گیری می‌باشد. یادآوری - شرایط اندازه‌گیری از میان یک مجموعه شرایط که در آن روش اجرایی اندازه‌گیری، کاربران، سیستم اندازه‌گیری، شرایط کاری و محل، یکسان است و اندازه‌گیری‌های تکراری روی همان نمونه یا نمونه‌های مشابه در فواصل زمانی کوتاه انجام می‌شود.

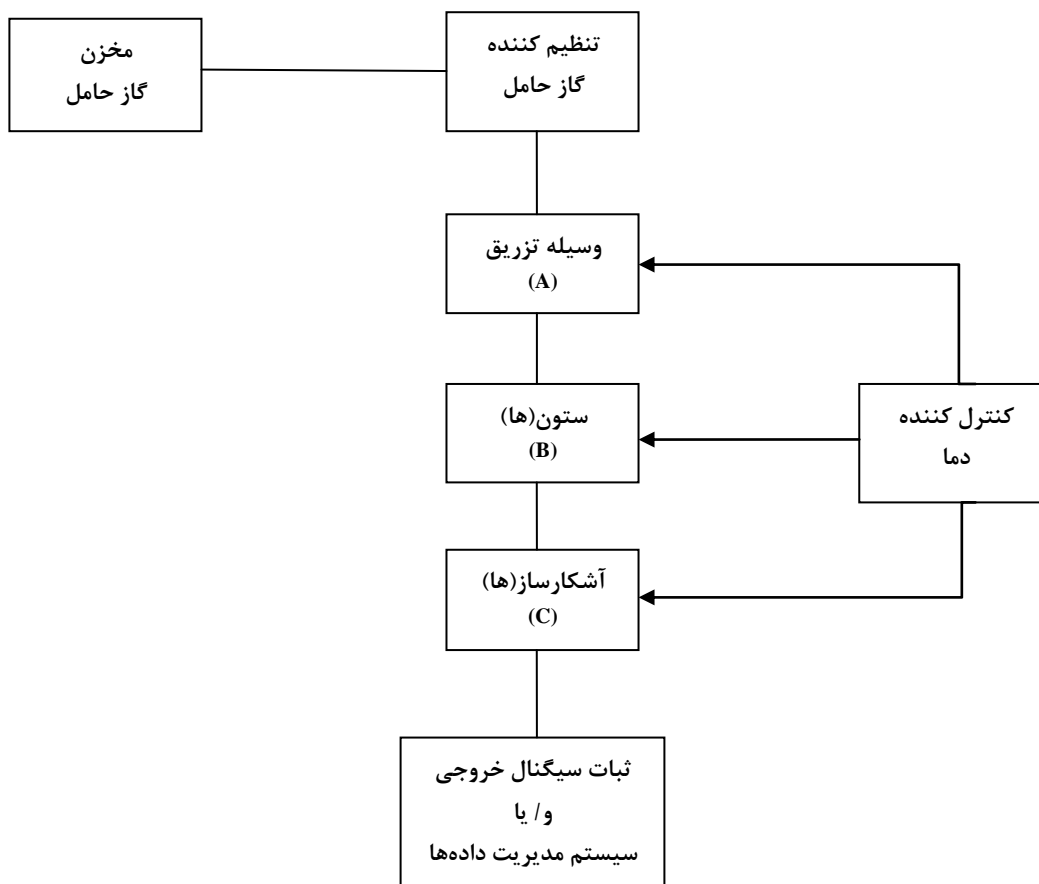
۵ توصیف دستگاه

۵-۱ کلیات

۵-۱-۱ کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل برای استفاده در محیط‌های پر خطر با ساختار و طراحی‌های مختلف در دسترس می‌باشند. به طور کلی، یک ظرف گاز حامل تحت فشار با سیستم کنترل پنوماتیکی یک نرخ شارش قابل کنترل گاز حامل از میان ستون کروماتوگرافی در دمای ثابت یا کنترل شده را در دوره آنالیز فراهم می‌کند. یک وسیله تزریق برای وارد کردن حجم مشخصی از نمونه به دستگاه که به وسیله گاز حامل از میان ستون به آشکارساز جاروب می‌شود استفاده می‌شود. آشکارساز به هر ترکیبی از نمونه که در یک زمان بازداری خاص از ستون شسته می‌شود پاسخ می‌دهد. سیگنال خروجی آشکارساز به صورت تابعی از زمان بر روی یک نمودار نمایش داده می‌شود یا در سیستم داده‌ها ذخیره می‌شود. یک کروماتوگرام (سیگنال خروجی آشکارساز بر حسب زمان) زمان بازداری متناظر با پیک هر یک از ترکیبات مورد شناسایی را فراهم می‌نماید، سطوح یا ارتفاع‌های پیک متناظر با غلظت ترکیبات نمونه می‌باشد.

۵-۱-۲ طرح شماتیک دستگاه در شکل (۱) نشان داده شده است. تنظیم کننده گاز حامل ممکن است کنترل کننده فشار یا شارش باشد. برای نمونه‌های مایع، وسیله تزریق (A)، یک ابزار برای تبخیر نمونه قبل از تزریق دارد. وسیله کنترل دمای ستون (B) ممکن است به صورت ثابت یا قابل تنظیم باشد، اما بعضی

دستگاه‌ها ممکن است در یک دمای محیطی پایدار بدون کنترل دما به درستی عمل کنند. تحت شرایط استفاده، یک آشکارساز (C) در دمایی حداقل برابر با دمای ستون نگه داشته خواهد شد.



شکل ۱- شمای یک کروماتوگراف گازی قابل حمل

۵-۱-۳ اصول اندازه‌گیری‌های کروماتوگراف گازی بر اساس جدایی گاز یا بخار ترکیبات نمونه در گاز حامل (فاز متحرک) به وسیله فاز ساکن ستون می‌باشد. تفکیک نمونه به پارامترهای عملیاتی ستون مثل میزان شارش گاز، دما، فشار بخار و خصوصیات جاذب فاز ساکن بستگی دارد. ترکیبات منحصر به فرد نمونه که توسط ستون از هم جدا شده‌اند، شناسایی می‌شوند و به صورت دستی یا به وسیله سیستم بررسی داده‌های رایانه‌ای تفسیر می‌شوند. در یک دستگاه که تحت شرایط مرجع کار می‌کند، شناسایی و اندازه‌گیری کمی به آگاهی از زمان‌های بازداری و اندازه‌گیری سطوح زیر پیک یا ارتفاع پیک‌های ترکیبات شیمیایی وابسته می‌باشد.

یادآوری- منابع ۲ تا ۴ در پیوست چ (کتابنامه) توصیف جزئیات دستگاه را ارائه می‌دهند.

۵-۲ اجزاء دستگاه

۵-۲-۱ سیستم کنترل پنوماتیکی برای تنظیم شارش گاز حامل دستگاه طراحی شده است.

۵-۲-۲ وسیله‌های تزریق ممکن است از انواع زیر باشند:

۵-۲-۲-۱ یک وسیله تزریق تبخیری مستقیم که امکان می‌دهد یک مقدار دقیق از یک نمونه به درون گاز حامل با استفاده از سرنگ گاز یا مایع تزریق شود.

۵-۲-۲-۲ یک حلقه نمونه‌برداری از گازها که امکان وارد کردن یک مقدار دقیق از یک نمونه گازی با شارش پیوسته به درون گاز حامل را می‌دهد.

۵-۲-۲-۳ یک وسیله تزریق پیش تغلیظ و واجذب گرمایی که اجازه می‌دهد مقدار دقیقی از نمونه بر روی جاذب از پیش انتخاب شده تغلیظ و پس از واجذب گرمایی، نمونه وارد گاز حامل شود.

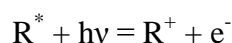
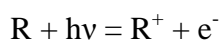
۵-۲-۳ ممکن است ستون به صورت پر شده یا موئین باشد.

۵-۲-۴ اگر یک وسیله کنترل دما برای ستون قرار داده شده باشد، ممکن است ثابت یا قابل تنظیم باشد.

۵-۲-۵ آشکارساز(ها) ممکن است از انواع زیر باشد:

۵-۲-۵-۱ یک آشکارساز یونش شعله‌ای (FID)^۱، از شعله هیدروژن - هوا برای تولید یون‌های ترکیبات نمونه استفاده می‌کند سپس این یون‌ها بر روی یک الکتروود که دارای اختلاف پتانسیل نسبت به جت هیدروژن می‌باشند، جمع‌آوری می‌شود. جریان اندازه‌گیری شده در الکتروود جمع‌آوری‌کننده^۲ متناسب با نرخ شارش جرمی ترکیبات نمونه است.

۵-۲-۵-۲ آشکارساز یونش فوتونی (PID)^۳ از یک لامپ پراثرژی (فرابنفش) و یک مخزن یونش، تشکیل شده است. یونش فوتونی یک مولکول از ترکیبات نمونه (R) معمولاً به وسیله جذب فوتون پراثرژی (hv) از لامپ هنگامی آغاز می‌شود که انرژی یک فوتون جذب شده بیشتر یا مساوی با پتانسیل یونش (R) باشد. از طرف دیگر در برخی کاربردها ممکن است یونش R از طریق یک حالت برانگیخته حد واسط (R*) به وسیله فوتون‌هایی که انرژی کمتر از پتانسیل یونش R دارند، شروع شود. این دو فرآیند به ترتیب می‌تواند به صورت زیر نمایش داده شود:



یون‌های تشکیل شده در مخزن یونش جمع‌آوری می‌شود، به طوری که جریان اندازه‌گیری شده در مخزن یونش متناسب با غلظت ترکیبات یونیزه شده نمونه است. لامپ‌های با انرژی‌های فوتونی مختلف موجود می‌باشند. برای لامپ‌های با انرژی‌های فوتونی بالا (برای مثال: ۱۱۷eV) پاسخ آشکارساز عمومی می‌شود

1- Flam ionization detector
2- Collector electrode
3- Photoionization detector

درحالی که برای لامپ‌های با انرژی‌های فوتونی پایین‌تر (برای مثال: 10.2 eV یا 10.6 eV) آشکارساز دارای قابلیت انتخاب بیشتری می‌شود.

۵-۲-۳-۵ آشکارساز یونش آرگونی (AID)^۱ از یک منبع رادیو اکتیو تریتم (^3H) برای تولید یون‌های آرگون استفاده می‌کند که با ترکیبات نمونه شویش شده از ستون برهم کنش می‌کنند. این آشکارساز به گاز حامل آرگون نیاز دارد. اتم‌های آرگون به وسیله منابع آشکارساز یونیزه می‌شوند و بعضی از آن‌ها به حالت (A^*) برانگیخته می‌شوند. انرژی برانگیختگی آرگون تقریباً 11.6 eV است، در حالی که پتانسیل یونش اکثر ترکیبات آلی کمتر از 11.6 eV است. بنابراین مولکول‌های ترکیبات نمونه که از ستون به آشکارساز می‌رسند، می‌توانند به وسیله جریان پیوسته از اتم‌های آرگون برانگیخته تولید شده به وسیله منبع رادیو اکتیو یونیزه شوند. این برهم کنش می‌تواند به صورت زیر نمایش داده شود:



یون‌های تشکیل شده در مخزن یونش جمع‌آوری شده و یک جریان ثابت تولید می‌کنند. تغییر جریان متناسب با غلظت ترکیبات یونیزه شده نمونه به وسیله اتم‌های آرگون برانگیخته می‌باشد.

۵-۲-۴-۵ آشکارساز رباینده الکترونی (ECD)^۲ با یک منبع رادیو اکتیو که معمولاً (^{63}Ni) یا تریتم (^3H) است، باعث یونیزه شدن گاز حامل و ایجاد جریانی از الکترون‌ها می‌شود. هنگامی که ترکیبات شویش شده (ترکیبات جاذب الکترون) وارد آشکارساز می‌شوند، جریان الکترونی ثابت تولید شده توسط منبع تابشی، متناسب با غلظت ترکیبات شویش شده نمونه کاهش می‌یابد. آشکارساز می‌تواند به صورت جریان مستقیم یا پالسی عمل کند.

۵-۲-۶ سیستم پردازش داده دستگاه معمولاً شامل یک یا تعدادی از اجزاء زیر می‌باشد: نمایشگر مستقیم، ثبات و رایانه.

۶ الزامات اندازه‌شناختی

۶-۱ گاز حامل

۶-۱-۱ فشار یا نرخ شارش گاز حامل باید در یک مقدار نامی قابل تنظیم بوده و درگستره $\pm 2\%$ آن می‌تواند نوسان داشته باشد.

۶-۱-۲ خلوص گاز حامل از نظر مقدار هیدروکربن‌ها باید توسط سازنده مشخص شده باشد. یادآوری - سطح هیدروکربن‌های موجود معمولاً کمتر از $1/10 \mu\text{L/L}$ می‌باشد.

1- Argon ionization detector

2- Electron capture detector

۲-۶ وسیله تزریق

۱-۲-۶ وسیله تزریق باید حجمی در گستره $10 \mu\text{L}$ تا 5 mL برای نمونه‌های گازی یا حجمی در گستره $0.1 \mu\text{L}$ تا $5 \mu\text{L}$ برای نمونه‌های مایع داشته باشد، درحالی که یک وسیله تزریق واجذب گرمایی پیش تغلیظ باید حجمی در گستره 10 mL تا 5000 mL برای نمونه‌های گازی فراهم نماید.

یادآوری- دما و زمان واجذب مورد نیاز برای وسیله تزریق واجذب گرمایی پیش تغلیظ وابسته به نوع ترکیبات نمونه است که باید تغلیظ شوند و نوع مواد استفاده شده در واحد پیش تغلیظ می‌باشند.

۲-۲-۶ در طول زمان آزمون تکرارپذیری حجم تزریق شده توسط هر یک از وسایل تزریق طبق بند ۱-۲-۶، انحراف معیار نسبی ارتفاع پیک یا منطقه پیک باید مطابق با الزامات بند ۲-۵-۶ باشند.

یادآوری- انتظار می‌رود استفاده از حلقه نمونه‌برداری گاز یا وسیله تزریق خودکار کارایی به مراتب بهتری نسبت به وسیله تزریق دستی داشته باشد.

۳-۶ کنترل دمای ستون

۱-۳-۶ برای دستگاه‌هایی با یک وسیله کنترل دمای ثابت، دمای ستون باید در طول زمان آنالیز در گستره $\pm 2^\circ\text{C}$ دمای ثابت حفظ شود.

یادآوری- برای مثال انحلال سدیم آزید^۱ در 40°C یا حمام یخ 0°C می‌تواند نقطه‌های دمایی ثابت مناسبی برای کنترل دمای ستون فراهم کند.

۲-۳-۶ برای دستگاه‌هایی با وسیله کنترل دمای قابل تنظیم، دمای ستون باید در یک دمای ثابت با تغییرات $\pm 2^\circ\text{C}$ درجه نسبت به گستره دمای کاری که بیشتر از 10°C بالای دمای محیط تا بیشینه دمایی که توسط وسیله کنترل فراهم می‌شود قرار ندارد، حفظ شود.

۳-۳-۶ برای دستگاه‌های بدون وسیله کنترل دمای ثابت یا قابل تنظیم، باید ابزاری برای اندازه‌گیری و ثبت تغییر در دمای پیرامون ستون، در گستره $\pm 2^\circ\text{C}$ فراهم شود.

۴-۶ آشکارسازها باید مطابق با حداقل الزامات مربوط به حد تشخیص و گستره خطی تحت شرایط مرجع بعد از تزریق غلظت مورد نیاز از ترکیب آزمون در هوای خشک یا نیتروژن به درون ستون باشند. یک روش آزمون در پیوست ب برای گازها و مایعات در یک حلال مناسب آورده شده است.

یادآوری- حد تشخیص به صورت بیشینه مقدار مجاز برای این کمیت با بیشینه خطاهای مجاز $\pm 5\%$ در نظر گرفته شود (به پیوست ب مراجعه کنید) گستره خطی به صورت گستره کاری دستگاه با حدود تعریف شده در نظر گرفته شود اگر چه سازنده ممکن است یک گستره دینامیکی با حدود تعریف شده را مشخص نماید.

۱-۴-۶ آشکارساز یونش شعله‌ای

نوع: وابسته به شارش جرمی

انتخابی و قابل استفاده برای دامنه وسیعی از ترکیبات حاوی کربن و هیدروژن (به پیوست الف مراجعه کنید) ترکیب آزمون: تولوئن

شرایط آزمون: نوع ستون مورد استفاده، گاز حامل و نرخ شارش، نرخ شارش گاز کمکی (در صورت نیاز)، و دمای مشخص شده توسط سازنده

1- Sodium azide

حد تشخیص: 2×10^{-9} g تزریق شده با $\pm 5\%$

گستره خطی: 10^4

۶-۴-۲ آشکارساز یونش فوتونی

نوع: وابسته به غلظت

انتخابی و قابل استفاده برای ترکیبات آلی و معدنی (به پیوست الف مراجعه کنید)

انرژی لامپ: 10.2eV ، 10.6eV یا 11.7eV

ترکیب آزمون: تولوئن

شرایط آزمون: نوع ستون مورد استفاده، گاز حامل و نرخ شارش، نرخ شارش گاز کمکی (در صورت نیاز)، و

دمای مشخص شده توسط سازنده

حد تشخیص: 2×10^{-12} g تزریق شده با $\pm 5\%$

گستره خطی: 10^5

۶-۴-۳ آشکارساز یونش آرگونی

نوع: وابسته به غلظت

انتخابی و قابل استفاده برای ترکیبات آلی و معدنی (به پیوست الف مراجعه کنید)

ترکیب آزمون: تولوئن

شرایط آزمون: نوع ستون مورد استفاده، گاز حامل و نرخ شارش، نرخ شارش گاز کمکی (در صورت نیاز)، و

دمای مشخص شده توسط سازنده

حد تشخیص: 1×10^{-10} g تزریق شده با $\pm 5\%$

گستره خطی: 10^3

۶-۴-۴ آشکارساز راباینده الکترونی

نوع: وابسته به غلظت

انتخابی و قابل استفاده برای ترکیبات هالوژنه و ترکیبات وابسته به آن (به پیوست الف مراجعه کنید)

ترکیب آزمون: سولفور هگزافلوراید (SF_6)

شرایط آزمون: نوع ستون مورد استفاده، گاز حامل و نرخ شارش، نرخ شارش گاز کمکی (در صورت نیاز)، و

دمای مشخص شده توسط سازنده

حد تشخیص: 3×10^{-13} g تزریق شده با $\pm 5\%$

گستره خطی: ۲۵

یادآوری- این آشکارساز می تواند تا گستره دینامیکی آن: 10^2 ، بکار برده شود.

۶-۵ آزمون دستگاه تحت شرایط مرجع

۶-۵-۱ در طی تصویب و تصدیق اولیه و بعدی، تکرار پذیری سیگنال خروجی از دستگاه در یک آزمایشگاه

با استفاده از استانداردهای مرجع و تحت شرایط مرجع به شرح زیر باید آزمون شود:

۶-۵-۱-۱ دمای محیط: 15°C تا 25°C و پایداری $\pm 2^\circ\text{C}$

۶-۵-۱-۲ رطوبت نسبی: 40% تا 80%

- ۳-۱-۵-۶ نوع ستون: مشخص شده توسط سازنده
- ۴-۱-۵-۶ گاز حامل و نرخ شارش : مشخص شده توسط سازنده
- ۵-۱-۵-۶ دمای ستون : مشخص شده توسط سازنده
- ۶-۱-۵-۶ غلظت نمونه مرجع : تزریق یک استاندارد مرجع مناسب که سیگنال خروجی در حدود ۳۰۰ برابر حد تشخیص میدهد.
- ۷-۱-۵-۶ استانداردهای مرجع و آشکارسازهای مربوط :
- گازها: تولوئن برای FID , PID و AID و SF₆ برای ECD با استاندارد مرجع در هوای خشک یا نیتروژن مایعات: تولوئن برای FID , PID و AID و ۱۰۱ و ۱۰۱-تری کلرومتان برای ECD با استاندارد مرجع در یک حلال مناسب
- ۲-۵-۶ در شرایط مرجع و برای ۱۰ بار تزریق استاندارد مرجع در یک دوره زمانی کوتاه، دستگاه باید قادر به دستیابی به الزامات کارایی زیر باشد:
- ۱-۲-۵-۶ انحراف معیار نسبی ارتفاع پیک یا سطح پیک از سیگنال خروجی کمتر از ۱۰٪ باشد.
- ۲-۲-۵-۶ انحراف معیار نسبی زمان بازداری کمتر از ۲۰٪ باشد.
- یادآوری- این مقادیر انحراف معیار نسبی برای ارتفاع پیک یا سطح پیک و زمان بازداری، به عنوان بیشینه خطاهای مجاز در نظر گرفته می‌شوند.
- ۶-۶ عوامل موثر
- ۱-۶-۶ در طی تصویب، کل دستگاه مطابق شرایط تعیین شده در بند ۱-۵-۶ برای عوامل موثر زیر باید آزمون شود:
- ۱-۱-۶-۶ ارتعاش (سینوسی)
- ۲-۱-۶-۶ شوک مکانیکی
- ۳-۱-۶-۶ میدان‌های الکترو مغناطیسی
- ۴-۱-۶-۶ تخلیه الکتروستاتیکی
- ۵-۱-۶-۶ نشانگر ولتاژ پایین برای باتری
- ۶-۱-۶-۶ تغییر در ولتاژ یا بسامد مولد برق اصلی یا قابل حمل
- ۷-۱-۶-۶ گستره دما
- ۸-۱-۶-۶ گرمای مرطوب
- ۲-۶-۶ نتایج آزمون‌های تعیین شده در بند ۱-۶-۶ باید الزامات بند ۲-۵-۶ را برآورده کند.

۷ الزامات فنی

۱-۷ کلیات

- ۱-۱-۷ دستگاه باید کامل باشد به این معنی که تمام اجزای دستگاه در یک واحد باشند یا باید در یک مجموعه به هم پیوسته مونتاژ شده قرار گرفته باشند. جرم دستگاه نباید بیشتر از ۳۰ kg باشد.
- ۲-۱-۷ دستگاه باید قادر به کار در گستره دمای کاری از ۵ °C تا ۳۵ °C باشد.

۲-۷ گازهای حامل

۱-۲-۷ در صورت نیاز، برای حذف آلودگی‌های ناخواسته مانند رطوبت و ذرات در مسیر مخزن گاز بهتر است سامانه پنوماتیکی پیش از ستون قرار داده شود.

۲-۲-۷ ترکیب گاز حامل و آشکارساز مناسب باید به شرح زیر انتخاب شود:

۱-۲-۲-۷ آشکارساز یونش شعله‌ای - هلیوم، نیتروژن یا هوا (به یادآوری زیر مراجعه کنید)

۲-۲-۲-۷ آشکارساز یونش فوتونی - هلیوم، نیتروژن یا هوا (به یادآوری زیر مراجعه کنید)

۳-۲-۲-۷ آشکارساز یونش آرگونی - آرگون

۴-۲-۲-۷ آشکارساز رباینده الکترونی - نیتروژن، هلیوم، آرگون یا آرگون/متان.

یادآوری - در دماهای بالاتر از دمای محیط، ممکن است هوا به برخی از فازهای ساکن آسیب وارد کند. توصیه‌های سازنده برای ترکیب گاز حامل و آشکارساز تحت این شرایط باید مد نظر قرار گیرند.

۳-۲-۷ دستگاه باید یک منبع گاز حامل مجهز داشته باشد که بتواند حداقل به مدت چهار ساعت کار کند.

۳-۷ ورودی تزریق

دستگاه باید یک ورودی تزریق داشته باشد که سازگاری بین وسیله تزریق و نوع ستون مورد استفاده ایجاد نماید.

۴-۷ ستونها

۱-۴-۷ ستونها باید لوله‌ای شکل باشند و از فلز، شیشه، پلی تترافلوئورواتیلن یا سیلیکای ذوب شده ساخته شوند، که می‌توانند موئین یا پر شده باشند. دستگاه باید قابلیت استفاده از ستون مورد نیاز روش آنالیز را داشته باشد. باید در صورت نیاز تعویض و نصب ستون جدید در دستگاه در محل آزمون برای کاربر ممکن باشد.

۲-۴-۷ فاز ساکن ستون می‌تواند مایع یا جامد باشد و باید برای بهینه کردن جداسازی ترکیبات نمونه مورد نظر انتخاب شود.

۳-۴-۷ فن معکوس^۱ می‌تواند به طور قابل ملاحظه‌ای کارایی دستگاه را برای برخی از کاربردها بهبود ببخشد و شامل حذف سریع اجزای نمونه ناخواسته با وزن ملکولی بالا از ستون می‌شود. این روش می‌تواند با استفاده از ابزاری برای معکوس کردن جهت شارش گاز حامل از ستون انجام شود. هم‌چنین می‌تواند یک پیش ستون استفاده شود.

یادآوری - پیوست پ نمونه‌هایی از انواع ستون مناسب برای استفاده بیان می‌کند.

۵-۷ ارزیابی‌های روزمره^۲

دستگاه باید دارای ابزاری برای ورود استانداردهای مرجع ترکیبات مورد نظر به صورت روزمره باشد تا یک ارزیابی کیفی (زمان بازداری) و کمی (ارتفاع یا سطح پیک) در حین اندازه‌گیری‌ها در محل^۳ یا آزمایشگاه به دست آید.

1-Backflush technique
2-Routine
3- On-site

یادآوری - استانداردهای مرجع تایید شده یا استانداردهای مرجع دیگر که در مراجع ۵ تا ۷ در پیوست چ ذکر شده اند، ممکن است برای این منظور قابل کاربرد باشند.

۶-۷ منبع متناوب و باطری

دستگاه باید توسط یک باطری قادر به کارکرد مداوم به مدت حداقل چهار ساعت باشد و ابزاری برای نشان دادن ولتاژ پایین باطری داشته باشد. همچنین در صورت دسترسی می‌تواند ابزاری برای استفاده از منبع متناوب داشته باشد.

۷-۷ کروماتوگرام

سیستم‌های داده باید قادر به ثبت صحیح و در دسترس (کروماتوگرام) سیگنال خروجی آشکارساز بصورت تابعی از زمان باشد. همچنین سیستم‌های داده‌ای باید مد نظر قرار گیرد که بتواند داده‌ها را به گونه‌ای پردازش کنند که یک آنالیز کیفی و کمی کامل در محل آزمون بدست آید.

۸-۷ نشانه‌گذاری‌ها

نشانه‌گذاری‌های زیر باید بر روی دستگاه به طور واضح قابل رویت باشند:

۷-۸-۱ نام سازنده

۷-۸-۲ سریال و مدل دستگاه

۷-۸-۳ الزامات منبع تغذیه در صورت کاربرد

۸ دستورالعمل‌های کاربردی

۸-۱ سازندگان کروماتوگراف‌های گازی قابل حمل باید برای هر دستگاه یک راهنما فراهم نمایند که عملیات و نگهداری روزمره آن را توصیف کند.

۸-۲ قبل از استفاده از دستگاه، تمام عوامل محیطی باید بررسی شوند. سازندگان باید مشخصات گستره دمایی و رطوبتی که دستگاه می‌تواند به درستی در آن کار کند را مشخص نمایند.

۸-۳ هر گونه احتیاط یا هشدار لازم برای کاربران دستگاه باید بطور صریح در راهنمای کاری سازنده نشان داده شود و باید به وضوح بر روی دستگاه مطابق الزامات ایمنی ملی نمایش داده شود.

۹ کنترل‌های اندازه‌شناختی

۹-۱ ارزیابی نوع

۹-۱-۱ سازندگان، باید راهنمای کاربرد دستگاه و داده‌ها و دیگر اطلاعات آزمون‌های کارایی و کالیبراسیون‌ها را که در تعیین و طراحی دستگاه دخالت دارند و الزامات این استاندارد را برآورده می‌سازند به نهاد ملی مسئول ارائه نمایند.

۹-۱-۲ راهنمای دستگاه از نظر تکمیل بودن و شفافیت دستورالعمل‌های کاری باید بررسی شود. دستگاه باید در ارتباط با بررسی مشخصات برای تعیین اینکه سازنده الزامات بندهای ۶-۱ تا ۶-۸ را برآورده کرده است بازرسی چشمی شود.

۳-۱-۹ نهاد ملی مسئول باید آزمون‌های کارایی زیر را انجام دهد یا ممکن است داده‌های آزمون سازنده را که کارایی قابل قبول برای موارد زیر را تأیید کند، بپذیرد:

۱-۳-۱-۹ حد تشخیص برای آشکارساز(های) مورد استفاده (طبق بند ۴-۶ و پیوست ب)

۲-۳-۱-۹ گستره خطی برای آشکارساز(های) مورد استفاده (طبق بند ۴-۶ و پیوست ب)

۳-۳-۱-۹ شرایط مرجع محیطی (طبق بند ۵-۶ و پیوست ب-۱)

۴-۳-۱-۹ نشانگر ولتاژ پائین باتری (طبق بند ۵-۶ و پیوست ت-۲)

۵-۳-۱-۹ نوسان در ولتاژ مولد اصلی یا قابل حمل (طبق بند ۵-۶ و پیوست ت-۳) و بسامد (در صورت کاربرد)

۶-۳-۱-۹ ضربه مکانیکی (طبق بند ۵-۶ و پیوست ت-۴)

۷-۳-۱-۹ ارتعاش (سینوسی) (طبق بند ۵-۶ و پیوست ت-۵)

۸-۳-۱-۹ تخلیه الکتروستاتیک (طبق بند ۵-۶ و پیوست ت-۶)

۹-۳-۱-۹ میدان‌های الکترومغناطیسی (طبق بند ۵-۶ و پیوست ت-۷)

۱۰-۳-۱-۹ گستره دمای کاری (طبق بند ۵-۶ و پیوست ت-۸)

۱۱-۳-۱-۹ گرمای مرطوب (طبق بند ۵-۶ و پیوست ت-۹)

یادآوری ۱- ارجاع الزامات و توصیف مختصری از این آزمون‌ها در پرانتز نشان داده شده‌اند.

یادآوری ۲- پیوست اطلاعاتی ت، توصیفی از این آزمون‌ها در ارتباط با عوامل موثر را ارائه می‌کند. این آزمون‌ها بر اساس الزامات استاندارد بین المللی OIML D 11 می‌باشند. استانداردهای IEC مناسب ارجاعی در استاندارد بین المللی OIML D 11 باید برای جزئیات و راه‌کارهای بیشتر آزمون مورد استفاده قرار گیرند.

۴-۱-۹ گزارش آزمون‌های انجام شده بر روی دستگاه در طی ارزیابی نوع باید حداقل دارای اطلاعات الگوی پیوست ت باشد. یک فرم خاص می‌توان مطابق با ترجیحات ملی تهیه کرد. سازندگان باید توضیحات خاص را در مورد خطای ایجاد شده در آزمون ارائه نمایند.

۲-۹ تصدیق اولیه

۱-۲-۹ مستندات ارائه شده توسط سازنده باید برای اطمینان از برآورده ساختن الزامات بند ۱-۹ مورد بررسی قرار گیرند.

۲-۲-۹ آزمون تحت شرایط مرجع ذکر شده در بند ۵-۶ باید انجام شود.

۳-۲-۹ هر گونه آزمون‌های دستگاهی دیگر که در بند ۲-۱-۹ ذکر نشده و در کاربرد خاص الزامی است، باید انجام شود.

۴-۲-۹ دوره اعتبار این ارزیابی باید توسط نهاد ملی مسئول تعیین شود.

۵-۲-۹ یک دستگاه باید تحت تصدیق بعدیمعادل با تصدیق اولیه، بعد از تعمیر یا تعویض قسمتی از اجزا یا واحدهای کنترل الکتریکی و سیستم قرائت کننده قرار گیرد. این الزامات شامل تعویض ستون نمی‌باشد.

۳-۹ آزمون‌های روزمره توسط کاربر

۳-۹-۱ نهاد ملی مسئول باید اطلاعاتی در مورد روش‌های مورد استفاده در دستگاه‌های اندازه‌گیری آلاینده-های خاص فراهم نماید. برخی از روش‌های اندازه‌گیری می‌توانند برای استفاده به عنوان کنترل کیفیت ارزیابی کارایی دستگاه مناسب باشند.

۳-۹-۲ کاربر دستگاه باید آزمونی را با نمونه مرجع قبل و بعد از اندازه‌گیری‌های میدانی و نیز بعد از تعویض منبع گاز حامل، محل تزریق(ها)، ستون(ها) یا آشکارساز(ها) انجام دهد. نتایج این آزمون‌های دستگاه باید در گستره تعیین شده توسط نهاد ملی مسئول باشد.

۳-۹-۳ علاوه بر الزامات بند ۳-۹-۲، دمای محیط پیرامون ستون این دستگاه‌ها که دارای وسیله کنترل دمایی نمی‌باشند باید ثبت شود و یک استاندارد گاز مرجع باید قبل از هر تناوب کاری برای تأیید شرایط اندازه‌گیری مرجع تزریق شود. دمای محیط نیز باید قبل و بعد از هر آنالیز ثبت شود. اگر دمای محیط در یک دوره کاری بیشتر از $\pm 3^{\circ}\text{C}$ تغییر کند، استاندارد گاز مرجع باید دوباره تزریق شود و شرایط اندازه‌گیری مرجع جدید دوباره ایجاد شود. این روش اجرایی باید برای تغییرات دمایی بیشتر از $\pm 3^{\circ}\text{C}$ پس از ایجاد شرایط مرجع جدید دوباره تکرار شود.

یادآوری- رعایت این الزام ضروری است زیرا زمان بازداری ترکیب نمونه مورد نظر برای شناسایی وابسته به دمای ستون می‌باشد.

۳-۹-۴ علاوه بر الزامات بند ۳-۹-۲، کاربر باید آزمون‌های کارایی و کالیبراسیون کل دستگاه را قبل و در ارتباط با یک کاربرد میدانی خاص انجام دهد (به پیوست ج مراجعه کنید)

۳-۹-۵ سوابق هر دستگاه به ترتیب تاریخ نگهداری شود و باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۳-۹-۵-۱ نتایج تمامی آزمون‌های روزمره

۳-۹-۵-۲ نتایج کالیبراسیون

۳-۹-۵-۳ شناسایی تعویض اجزای اصلی

۳-۹-۵-۴ مقدار نگهداری و تعمیر

پیوست الف

(اطلاعاتی)

مثال‌هایی از انواع ترکیبات قابل شناسایی

آشکارساز(های) پیشنهادی	انواع ترکیب
FID, PID, AID	الکل‌ها، آلدهیدها و کتون‌ها
PID, ECD	مواد منفجره بر پایه نیترو
FID, PID, AID	سوخت‌ها و مشتقات سوختی
PID, AID, ECD	آفت کش‌ها و مواد ضد عفونی کننده
FID, PID, AID, ECD	کلرو فلئورو کربن‌ها
PID, ECD	بی فنیل‌های چند کلردار
FID, PID, AID, ECD	هیدروکربن‌های کلردار
FID, PID, AID	ترکیبات اتری دارای گروه هالوژن
ECD	آفت کش‌های آلی کلردار
FID, PID, AID	آمین‌ها
FID, PID, AID	سولفیدهای آلی
PID, AID	CS ₂ و COS, H ₂ S
FID, PID, AID	حلال‌های آروماتیک و آلیفاتیک

پیوست ب (الزامی)

آزمون تعیین حد تشخیص و گستره خطی آشکارسازها

ب-۱ این آزمون، روش اجرایی را برای تعیین اینکه آیا آشکارساز دستگاه الزامات حد تشخیص و گستره خطی مشخص شده در بند ۴-۶ را برآورده می سازد یا خیر فراهم می کند.

ب-۲ آزمون باید در شرایط مرجع مشخص شده در بند ۶-۵-۱ و با نمونه مرجع ترکیب آزمون تعیین شده برای هر آشکارساز خاص انجام شود. روش زیر برای نمونه‌های مایع و گاز مرجع به کار می‌رود که نمونه‌های هوا با هوای خشک یا نیتروژن و نمونه‌های مایع با یک حلال مناسب رقیق می شوند. علاوه بر این، حجم تزریق نمونه‌های مرجع باید ۱ mL برای گازها و ۱ μL برای مایعات باشد.

ب-۳ روش اجرایی

ب-۳-۱ نمونه مرجع اولیه^۱ دارای غلظتی معادل با ایجاد حد تشخیص و گستره خطی که در بند ۴-۶ برای آشکارساز مورد آزمون تعیین شده است تهیه شود.

ب-۳-۲ سه تا پنج نمونه رقیق شده با غلظت میانی، معادل با غلظت تقریبی نصف غلظت نمونه مرجع اولیه تهیه نمایند و نمونه‌های دیگر دارای غلظت‌هایی با فاصله‌های برابر در دو طرف بالا و پایین مقدار غلظت میانی باشند.

ب-۳-۳ یک وسیله تزریق (سرنگ یا لوپ)، ستون و دمای مناسب برای آشکارساز مورد آزمون انتخاب شود. ب-۳-۴ حداقل ۵ بار تزریق از نمونه شاهد (نیتروژن یا هوای خشک برای گاز و حلال به کار رفته برای مایع) انجام شود و زمان‌های بازداری و سطح‌ها یا ارتفاع‌های هر یک از پیک‌های ظاهر شده ثبت شود.

ب-۳-۵ حداقل ۵ بار تزریق از حجم مناسب غلظت‌های انتخاب شده از نمونه مرجع انجام شود و سطح یا ارتفاع پاسخ آشکارساز ثبت شود.

ب-۳-۶ سطح پیک یا ارتفاع پیک میانگین از داده‌های بدست آمده در بند ب-۳-۵ را با احتساب هر پیک یا پیک‌های هم شویس شده با نمونه مرجع مطابق با بند ب-۳-۴ تعیین کنید. مقدار تزریق شده باید بر حسب گرم ترکیب آزمون در هر اندازه‌گیری بیان شود.

یادآوری- در صورت لزوم برای نمونه‌های هوا مقادیر غلظت تزریق شده بر حسب دما و فشار استاندارد تصحیح شود.

ب-۴ حد تشخیص

از نتایج بند ب-۳-۶، مقدار میانگین سطح پیک یا ارتفاع پیک نسبت به مقدار تزریق شده بر حسب گرم رسم کنید. شیب منحنی که داده‌ها را با یک حداقل مربعات یک منحنی خطی برازش می‌کند، رسم کنید. نتایج حداقل مربعات خطی برازش داده‌ها، باید ضریب همبستگی ۰٫۹۸ یا بالاتر داشته باشد.

یادآوری- ضریب همبستگی (r^2) را می‌توان از شیب (S) و انحراف معیار غلظت (σ_x) و سیگنال خروجی آشکارساز (σ_y) به صورت زیر به دست آورد:

$$r^2 = \left[S \cdot \frac{\sigma_x}{\sigma_y} \right]^2$$

1- Stock reference sample

که در آن:

$$s = \frac{\sum x_i^2 \sum y_i - \sum x_i \sum (x_i y_i)}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$
$$\sigma_x = \left[\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1} \right]^{1/2}$$
$$\sigma_y = \left[\frac{\sum (y_i - \bar{y})^2}{n - 1} \right]^{1/2}$$

\bar{x} و \bar{y} مقادیر میانگین؛

n تعداد داده‌ها می‌باشد.

ب-۴-۲ خطی موازی با محور عرضی رسم شود که سه برابر مقدار نوفه تعیین شده مطابق بند ب-۳-۴ باشد. حد تشخیص، محل تقاطع خط موازی با شیب است و باید الزامات بند ۴-۶ را برآورده سازد.
ب-۴-۳ حساسیت دستگاه، شیب منحنی به دست آمده در بند ب-۴-۱ می‌باشد، حساسیت می‌تواند با استفاده از معادله مناسب در بند ۴-۱۲ نیز تعیین شود.

ب-۵ گستره خطی

ب-۵-۱ حداقل ۵ بار تزریق حجم مناسبی از نمونه مرجع اولیه آماده شده مطابق بند ب-۳-۱ انجام شود.
ب-۵-۲ مقدار میانگین نتایج را بر روی منحنی به دست آمده در بند ب-۴-۱ رسم کنید.
ب-۵-۳ مقدار به دست آمده در بند ب-۵-۲ را با مقدار حاصل شده از منحنی بند ب-۴-۱ برای غلظت (یا مقدار بر حسب گرم) در انتهای گستره خطی مقایسه کنید. مقدار بند ب-۵-۲ نباید کمتر از ۵٪ مقدار تعریف شده در گستره خطی مطابق با الزامات بند ۴-۵ برای آشکارساز مورد آزمون باشد.

پیوست پ
(اطلاعاتی)

مثال هایی از انواع ستون های مناسب

جدول پ ۱ - انواع ستون های مناسب

موئینه			پرشده	
قطر داخلی کم	قطر داخلی زیاد	لوله ای باز با قطر زیاد		
سیلیکای ذوب شده SS، نیکل	سیلیکای ذوب شده SS، نیکل	بروسیلیکات شیشه	شیشه، SS ^a ptfe ^b	جنس
۱-۶۰	۱-۶۰	۱۰-۸۰	۰٫۱-۶	طول (m)
۰٫۱۰-۰٫۲۵	۰٫۳۲-۰٫۷۵	۰٫۹-۱٫۵	۲-۴	قطر داخلی (mm)
۲-۵۰	۵۰۰-۶۰۰۰	۱۰ ^۴ -۱۰ ^۶	۱۰ ^۴ -۱۰ ^۶	ظرفیت نمونه (ng)
۲۵۰۰-۱۰۰۰۰ ^d	۱۲۰۰-۲۲۰۰	۵۰۰-۱۰۰۰	۶۰۰-۲۰۰۰	کارایی ^c (plates / m)

a - فولاد زنگ نزن (SS)
b - پلی تترافلورو اتیلن (ptfe)
c - کارایی ستون با تعداد بشقابک های فرضی، اندازه گیری می شود و به پهن شدگی پیک اولیه زمانی که از میان ستون می گذرد، وابسته است. کارایی ستون به طور کمی توسط ارتفاع معادل با یک بشقابک فرضی (HETP) توصیف می شود و طول ستون مورد نیاز را برای ایجاد تعادل ماده حل شونده بین فازهای مایع ساکن و متحرک بیان می کند.
d - این گستره برای یک ستون با قطر ۰٫۱ mm است.

پیوست ت

(الزامی)

توصیف آزمون‌های کارایی همراه با عوامل موثر آن

ت-۱ شرایط محیطی مرجع

آزمون‌های تعیین شده در بند ۵-۶ باید انجام و الزامات تعیین شده در بند ۶-۵-۲ باید حاصل شوند.

ت-۲ نشانگر ولتاژ پایین باطری

منبع توان دستگاه باید با منبع ولتاژ مستقیم (DC) قابل تغییر جایگزین شود. در ابتدا، باید ولتاژ این منبع در حد ولتاژ مستقیم اعلام شده توسط سازنده تنظیم شده و سپس تا فعال شدن نشانگر ولتاژ پایین کاهش یابد. سپس باید تا غیر فعال شدن نشانگر ولتاژ پایین، افزایش یابد. در این ولتاژ ثانویه، باید آزمون تعیین شده در بند ۵-۶ انجام شده و الزامات بند ۶-۵-۲ برآورده شود.

ت-۳ تغییر در بسامد و ولتاژ مولد اصلی یا مولد قابل حمل

در صورت امکان، باید تاثیرپذیری دستگاه به تغییرات فرکانس و ولتاژ نامی در هنگام استفاده از منبع ولتاژ متناوب، آزمون گردد. مقادیر مجاز نامی توان دستگاه که توسط سازنده تعیین شده است، باید به صورت زیر تغییر داده شود:

ولتاژ اصلی یا مولد به مقدار $\pm 10\%$ و -15% و بسامد اصلی یا مولد به مقدار $\pm 2\%$ تغییر یابد. در طی زمان تغییر تعیین شده برای هر مقدار نامی ولتاژ، مقدار اسمی برای دستگاه به طور منظم حفظ می‌شود، آزمون‌های تعیین شده در بند ۵-۶ باید انجام و الزامات تعیین شده در بند ۶-۵-۲ باید برآورده شود.

ت-۴ شوک مکانیکی

دستگاه باید بر روی سطح سخت در حالت عادی استفاده قرار گیرد. سپس یک پایه پایینی آن، باید حداقل تا ارتفاع ۵۰ mm بالا آورده شود و یکدفعه به روی سطح رها شود. بعد از این شوک، باید آزمون‌های مطابق با بند ۵-۶ انجام شده و الزامات بیان شده در بند ۶-۵-۲ برآورده شود.

ت-۵ ارتعاش (سینوسی)

دستگاه باید بر روی سطح سخت به نحوی قرار گیرد که نیروی جاذبه در همان جهتی که به طور معمول استفاده می‌شود، عمل کند. سپس دستگاه تحت شرایط ارتعاشات سینوسی زیر در راستای سه محور اصلی عمود بر هم قرار گیرد: گستره فرکانسی از ۱۰ Hz تا ۵۰ Hz، بیشینه مقدار شتاب 2 m/s^2 و ۲۰ چرخه روبشی در هر محور مستقل. بعد از این ارتعاشات، باید آزمون‌های تعیین شده در بند ۵-۶ انجام شده و الزامات بیان شده در بند ۶-۵-۲ برآورده شود.

ت-۶ تخلیه الکتروستاتیک

تاثیر پذیری دستگاه به تخلیه‌های الکتروستاتیک منبع ولتاژ مستقیم مناسب ۸ kV که به یک خازن ۱۵۰ pF متصل شده، باید آزمون شود. دستگاه باید به زمین متصل شده باشد یا بر روی یک سطح در تماس با زمین قرار گیرد. با استفاده از یک الکتروود با مقاومت کمینه 150Ω تخلیه‌های الکتروستاتیکی به سطوحی که معمولاً در دسترس کاربر می‌باشند، اعمال می‌شود. الکتروود باید در تماس نزدیک با دستگاه قرار گرفته تا تنها

یک تخلیه صورت گیرد سپس به سرعت پیش از تخلیه مجدد الکتروود از دستگاه دور شود. باید حداقل ده تخلیه اعمال شود و فاصله زمانی بین هر تخلیه حداقل ده ثانیه باشد. بعد از انجام مراحل فوق، باید آزمون‌های تعیین شده در بند ۵-۶ انجام شده و الزامات تعیین شده در بند ۲-۵-۶ برآورده شود.

ت-۷ میدان‌های الکترومغناطیسی

باید تاثیرپذیری دستگاه برای تداخل میدان‌های الکترومغناطیسی در محدوده ۰٫۱ تا ۱۰۰۰ مگاهرتز آزمون شود. قدرت میدان می‌تواند بصورت زیر تولید شود:

الف- با استفاده از «خط نواری» برای فرکانسهای بین ۰٫۱ MHz تا ۱۵۰ MHz و «آنتن‌های دوقطبی» یا «آنتن‌هایی با واقطبش دایره‌ای» برای فرکانس‌های بین ۱۵۰ MHz تا ۱۰۰۰ MHz یا

ب) با استفاده از سطوح مشخص و دقیق میدان‌های الکترومغناطیسی اندازه‌گیری شده. در هنگام اعمال این میدان‌های الکترومغناطیسی در شدت میدان ۱۰ V/m، باید دستگاه تحت آزمون‌های تعیین شده در بند ۵-۶ قرار گرفته و الزامات تعیین شده در بند ۲-۵-۶ برآورده شود.

ت-۸ گستره دمایی

دستگاه باید در یک مخزن با شرایط محیطی قرار گیرد و تا دمای 35°C و رطوبت نسبی $20\% \pm 60\%$ گرم شده تا به تعادل دمایی برسد. در دمای 35°C ، آزمون‌هایی باید برای تعیین انحراف معیار نسبی ارتفاع یا سطح پیک و زمان بازداری انجام شود. دستگاه باید تا رسیدن به تعادل دمایی در دمای 5°C سرد شود. سرعت خنک کردن نباید از 1°C در هر دقیقه بیشتر باشد و باید رطوبت نسبی نهایی $20\% \pm 60\%$ باشد. پس از این که دما در 5°C پایدار شد، باید همان آزمون‌های انجام شده در دمای 35°C ، انجام شود. آزمون‌ها باید مطابق بند ۵-۶ انجام شوند و الزامات بند ۲-۵-۶ را برآورده سازند.

ت-۹ گرمای مرطوب

دستگاه باید در یک مخزن با شرایط محیطی قرار گیرد و تا دمای 35°C و رطوبت نسبی 93% گرم شود تا زمانی که در این دما بدون میعان به تعادل دمایی برسد. تحت این شرایط، باید آزمون‌های تعیین شده در بند ۵-۶ انجام شده و الزامات بند ۲-۵-۶ را برآورده سازند.

پیوست ث
(اطلاعاتی)
الگوی گزارش آزمون

یادآوری - به کارگیری این پیوست در استاندارد ملی اطلاعاتی است ، در صورتی که در سیستم گواهی OIML الزامی می باشد.

گزارش آزمون سیستم گواهی OIML شامل اطلاعات و آگاهی های زیر می باشد:

- ث ۱- نام و نشانی آزمایشگاه (های) آزمون
ث ۲- ارجاع به این استاندارد ملی (شماره این استاندارد ملی)
ث ۳- شماره منحصر به فردی که در گزارش آزمون درج می شود. (شامل نام های تجاری و عمومی ، مدل و شرح مختصری از نقشه ها ، نمودارها و زیرنویس ها)
ث ۴- نام (ها) و نشانی (ها) سازنده و یا سازندگان تجهیزات جانبی
ث ۵- شناسنامه دستگاه آزمون شده
ث ۶- تاریخ شروع آزمون
ث ۷- محل انجام آزمون در صورتی که در نشانی هایی غیر از بند ث-۱ انجام شود.
ث ۸- خلاصه نتایج آزمون انجام شده مطابق بندهای ۹-۱-۲ و ۹-۱-۳ تحت شرایطی که در این استاندارد تعیین شده است.

ث ۸-۱ داشتن راهنمای کاربری شفاف و آموزش های کامل

بله نه توضیحات:

ث ۸-۲ جرم دستگاه : کیلوگرم

ث ۸-۳ نشانه گذاری ها

قبول مردود توضیحات:

ث ۸-۴ منبع گاز حامل مجهز که برای حداقل چهار ساعت کار کند:

قبول مردود توضیحات:

ث ۸-۵ آشکارساز (ها)ی آزمون شده ، شرایط آزمون و نتایج:

ث ۸-۵-۱ نوع:

ث ۸-۵-۲ گاز حامل:

ث ۸-۵-۳ نوع ستون:

ث ۸-۵-۴ دمای ستون:

ث ۸-۵-۵ نمونه (ها)ی مرجع و غلظت (ها)

ث ۸-۵-۶ دمای محیط:

ث ۸-۵-۷ رطوبت نسبی:

ث ۸-۵-۸ انحراف معیار نسبی

ث ۸-۵-۱-۱ ارتفاع پیک یا سطح پیک:

ث ۸-۵-۸-۲ زمان بازداری:

ث ۸-۵-۹ حد تشخیص:

ث ۸-۵-۱۰ گستره خطی:

توضیحات:

یادآوری- این اطلاعات برای هر آشکارساز آزمون شده تهیه شود.

ث-۸-۶ نشانگر ولتاژ پائین باتری:

قبول مردود

ث-۸-۷ استفاده از منبع اصلی: بله خیر

استفاده از منبع قابل حمل: بله خیر

تغییرات ولتاژ:

قبول مردود توضیحات:

تغییرات ولتاژ و بسامد منبع اصلی:

قبول مردود توضیحات:

تغییرات ولتاژ و بسامد منبع قابل حمل:

قبول مردود

ث-۸-۸ شوک مکانیکی:

قبول مردود توضیحات:

ث-۸-۹ ارتعاش:

قبول مردود توضیحات:

ث-۸-۱۰ تخلیه الکترواستاتیکی:

قبول مردود توضیحات:

ث-۸-۱۱ میدان‌های الکترومغناطیسی:

قبول مردود توضیحات:

ث-۸-۱۲ گستره دمای کاری:

قبول مردود توضیحات:

ث-۸-۱۳ گرمای مرطوب

قبول مردود توضیحات:

یادآوری- آشکارساز(ها) و گاز(های) حامل استفاده شده برای هر آزمون مطابق بندهای ث-۸-۶ تا ث-۸-۱۳ تعیین شود.

ث-۹ اظهار نظر مختصری از تجزیه و تحلیل نتایج که آیا دستگاه‌های آزمون شده الزامات این استاندارد را برآورده می‌سازند؟

ث-۱۰ امضاء شخص(اشخاص) مسئول ، تاریخ امضاء و شماره گزارش منحصر بفرد نتیجه آزمون

پیوست ج

(الزامی)

آزمون کارایی جامع برای دستگاه

ج-۱ این روش اجرایی آزمون، آنالیز یک نمونه دارای یک ترکیب یا مخلوطی از ترکیباتی که حضور آن‌ها در مراکز جایگاه‌های دفع پسماند خطرناک، محتمل می‌باشد یا آنالیز مخلوط نمونه آزمونی که قبلاً تعیین مقدار شده‌اند برای ارزیابی کارایی جامع دستگاه را توصیف می‌کند.

ج-۲ هدف از این آزمون، اطمینان حاصل کردن از این است که سیستم کروماتوگرافی گازی، قادر به دستیابی حدود تشخیص قابل قبول برای ترکیبات نمونه مورد نظر و نیز تکرارپذیری قابل قبول زمان‌های بازداری و سطح یا ارتفاع پیک سیگنال خروجی در گستره کاری تعیین شده برای دستگاه می‌باشد. کالیبراسیون دستگاه باید با استفاده از این روش‌های اجرائی انجام شود اما ممکن است نیاز به اندازه‌گیری غلظت‌های دیگری از ترکیبات آزمون خاص مورد نظر در گستره کاری دستگاه باشد.

ج-۳ ترکیبات آزمون می‌تواند از جدول زیر برای آشکارسازهای مشخص شده انتخاب شوند.

جدول ج ۲ - ترکیبات آزمون برای آشکارسازهای مختلف

نوع آشکارساز					ترکیب
ECD	PID 11.7 eV	PID 10.6 eV یا 10.2 eV	AID	FID	
				X	متان
X	X		X	X	دی کلرومتان
X	X		X	X	۱ و ۲- دی کلرو اتان
	X	X	X	X	بنزن
X	X		X	X	۱، ۱، ۱- تری کلرواتان
X	X	X	X	X	تری کلرو اتن
	X	X	X	X	تولوئن
	X	X	X	X	پارا- زایلن
X	X		X		کربن تتراکلرید
	X	X	X	X	۲- بوتانون
	X	X	X	X	ان- هگزان
	X	X	X	X	ان- پنتان
	X		X	X	متانول
	X	X	X	X	کلرواتن
	X	X	X	X	ان- دکان
X					g- هگزاکلروسیکلو هگزان
X		X			بای فنیل‌های چند کلره
X					سولفور هگزا فلوراید

ج- ۴ نمونه‌های گازی

ج-۴-۱ ترکیب یا مخلوطی از ترکیبات فهرست پیوست ج-۳ یا ترکیبات آزمون دیگری که سازگار با آشکارساز مورد استفاده باشند انتخاب شود. نمونه آزمون گازی از ترکیب یا مخلوط انتخاب شده دارای غلظت‌هایی از $0/1 \mu\text{L/L}$ تا $10 \mu\text{L/L}$ در هوای خشک یا نیتروژن تهیه شود.

ج-۴-۲ وسیله تزریق، ستون و دمای مناسب را انتخاب کنید.

ج-۴-۳ برای دستگاه دارای ستون بدون وسیله کنترل دمای ثابت یا قابل تنظیم، دمای محیط ثبت شود.

ج-۴-۴ با حداقل سه تزریق از نمونه گاز شاهد (هوای خشک یا نیتروژن) مقدار نوفه تعیین شود.

ج-۴-۵ حداقل سه غلظت مختلف از نمونه آزمون گازی انتخاب شده در بند ج-۴-۱ تهیه شود.

ج-۴-۶ به دستگاه تحت شرایط مرجع، حداقل سه تزریق 1 mL از هر نمونه آزمون گازی تهیه شده مطابق با بند ج-۴-۵ انجام شود و زمان‌های بازداری و سطح یا ارتفاع پیک‌های اجزای نمونه انتخاب شده مطابق با بند ج-۴-۱ ثبت شود.

ج-۴-۷ انحراف معیار نسبی زمان‌های بازداری باید کمتر از 2% باشد و انحراف معیار نسبی سطح یا ارتفاع پیک برای همان دستگاه باید کمتر از 10% باشد.

ج-۴-۸ حد تشخیص، گستره خطی و حساسیت آشکارساز برای هر ترکیب در نمونه آزمون می‌تواند در گستره تعیین شده از داده‌های بدست آمده در بند ج-۴-۶ و روش تعیین شده در پیوست ب بدست آید.

ج- ۵ نمونه‌های مایع

ج-۵-۱ ترکیب یا مخلوطی از ترکیبات فهرست پیوست ج-۳ یا ترکیبات آزمون دیگری که سازگار با آشکارساز مورد استفاده باشند انتخاب شود. یک محلول اولیه از ترکیب انتخاب شده دارای غلظت‌هایی از $0/1 \text{ mg/L}$ تا 10 mg/L در حلال مناسب تهیه شود.

یادآوری: برای اجتناب از تداخل، حلال انتخاب شده باید سازگار با آشکارساز باشد.

ج-۵-۲ وسیله تزریق، ستون و دمای مناسب را انتخاب شود.

یادآوری: یک نمونه مایع نیازمند یک وسیله تزریق گرم شده است.

ج-۵-۳ برای دستگاه دارای ستون بدون وسیله کنترل دمای ثابت یا قابل تنظیم، دمای محیط ثبت شود.

ج-۵-۴ با حداقل سه تزریق از نمونه مایع شاهد (حلال) مقدار نوفه تعیین شود.

ج-۵-۵ سه غلظت مختلف از محلول اولیه تعیین شده در بند ج-۵-۱ توسط رقیق‌سازی تهیه شود.

ج-۵-۶ با دستگاه تحت شرایط مرجع تعیین شده در بند ج-۵-۶، حداقل سه تزریق $1 \mu\text{L}$ از هر نمونه آزمون مایع تهیه شده مطابق با بند ج-۵-۵ انجام شود و زمان‌های بازداری و سطح یا ارتفاع پیک‌ها را ثبت شود.

ج-۵-۷ باید انحراف معیار زمان‌های بازداری کمتر از 2% باشد و انحراف معیار سطح یا ارتفاع پیک برای همان دستگاه کمتر از 10% باشد.

ج-۵-۸ حد تشخیص، گستره خطی و حساسیت آشکارساز برای هر جزء در نمونه آزمون می‌تواند در گستره تعیین شده از داده‌های به دست آمده در بند ج-۵-۶ و روش تعیین شده در پیوست ب به دست آید.

پیوست چ
(اطلاعاتی)

کتابنامه

- 3-2** American Chemical Society, Principles of Environmental Analysis, Anal. Chem. 55,2210-2218 (1983)
- 3-3** Lee, M.L., Yang, F.J., and Bartle, K.d., Open Tubular Column Gas Chromatography: Theory and Practice, John Wiley and Sons, New York, (1984) ISBN 0-471-88024-8
- 3-4** Onuska, F.I. and Karasek, F.W., Open Tubular Column Gas Chromatography in Environmental Sciences, Plenum Press, New York, (1984) ISBN 0-306-41589-5
- 3-5** Grob, R.(Ed), Modern Practice of Gas Chromatography,, John Wiley and Sons, New York, (1985) ISBN 0-471-87157-5
- 3-6** International Organization for Standardization. ISO Directory of Certified Reference Materials, Geneva, Switzerland
- 3-7** Quality Research Assurance Division, Environmental Monitoring Systems Laboratory, (Cincinnati, OH) Office of Research and Development, United States Environmental Protection Agency, Analytical Reference Standards and Supplementary data : Pesticides and Industrial Chemicals, EPA-60C/4-84-082, October 1984 NTIS # PB85-143766/REB
- 3-8** United States National Institute of Standards and Technology, NBS Standard reference Material Catalogue, NBS Special Publication 260, Gaithersburg, MD 20899, U.S.A.