

راهنمای نمونه برداری و آنالیز آلاینده‌های شیمیایی محیط کار

(جلد ۵)

(مطابق با آخرین ویرایش کتابچه راهنمای روش‌های آنالیز NIOSH)

ترجمه و تدوین:

گروه عوامل شیمیایی و سموم

مرکز سلامت محیط و کار

وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی



جمهوری اسلامی ایران
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی



وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی
معاونت بهداشت
مرکز سلامت محیط و کار

سال ۱۴۰۴







- عنوان و نام پدیدآور : راهنمای نمونه برداری و آنالیز آلاینده های شیمیایی محیط کار (جلد ۵) : مطابق با آخرین ویرایش کتابچه راهنمای روش های ارزیابی NIOSH/ نویسنده جعفر جندقی... [و دیگران]؛ ترجمه و تدوین گروه عوامل شیمیایی و سموم مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی.
- مشخصات نشر : تهران: وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی، ۱۴۰۴.
- مشخصات ظاهری : ۱۶۷ ص.: جدول.
- شابک دوره : ۹-۷۰-۵۹۶۴-۶۲۲-۹۷۸
- شابک جلد ۵ : ۴-۷۵-۵۹۶۴-۶۲۲-۹۷۸
- وضعیت فهرست نویسی : فیپا
- نویسندگان : جعفر جندقی، فریده گل بابایی، فاطمه صادقی گلوردی، فاطمه بهبویه جوزم، نفیسه نصیرزاده، سقراط عمری شکفتیک، منیره خادم، اعلا الدین محمدی، زهرا رحیمی، اصغر قهری، عنایت صیدی، رضا عباس زاده دیزجی، آرزو شریفی، سجاد دودانگه
- یادداشت : کتابنامه.
- موضوع : آلاینده ها -- تجزیه و آزمایش
Pollutants -- Analysis
آلاینده ها
Pollutants
- شناسه افزوده : جندقی، جعفر، ۱۳۴۷-
- شناسه افزوده : ایران. وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی. مرکز سلامت محیط و کار. گروه عوامل شیمیایی و سموم
- شناسه افزوده : ایران. وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی
- شناسه افزوده : Iran. Ministry of Health and Medical Education
- رده بندی کنگره : ۱۹۳TD
- رده بندی دیویی : ۶۲۸/۵۲
- شماره کتابشناسی ملی : ۱۰۰۹۲۷۲۰
- اطلاعات رکورد کتابشناسی : فیپا

اعضای گروه ترجمه، تدوین ویرایش

نام و نام خانوادگی	سمت
دکتر جعفر جندقی	مسئول طرح
دکتر فریده گلبابایی	ناظر طرح
دکتر فاطمه صادقی گلوردی	مجری طرح
مهندس فاطمه بهبویه	مجری طرح
دکتر نفیسه نصیرزاده	مترجم و ویراستار
دکتر منیره خادم	مترجم و ویراستار
مهندس سقراط عمری شکفتیک	مترجم و ویراستار
مهندس اعلا الدین محمدی	مترجم
مهندس زهرا رحیمی	مترجم
دکتر اصغر قهری	مترجم
دکتر عنایت صیدی	مترجم
مهندس رضا عباس زاده دیزجی	مترجم
مهندس آرزو شریفی	مترجم
مهندس سجاد دودانگه	مترجم

درباره کتاب راهنمای روش‌های آنالیز NIOSH

موسسه ملی ایمنی و بهداشت شغلی^۱ (NIOSH) یک آژانس فدرال در ایالات متحده بوده؛ که مسئول انجام تحقیقات و ارائه توصیه‌هایی برای پیشگیری از آسیب‌ها و بیماری‌های ناشی از کار است. NIOSH بخشی از مرکز کنترل و پیشگیری از بیماری^۲ (CDC) در دپارتمان سلامت و خدمات انسانی ایالات متحده می‌باشد. راهنمای روش‌های ارزیابی NIOSH (NMAM)^۳ مجموعه‌ای از روش‌های نمونه‌برداری و آنالیز معتبری بوده که در سطح جهان برای ارزیابی مواجهه‌های شغلی در زمینه بهداشت صنعتی (شغلی) و یا بهداشت حرفه‌ای استفاده می‌شود. روش‌هایی که در NMAM منتشر شده‌اند، با توجه به اهداف مواجهه در محیط‌های کاری، ارزیابی و اعتبارسنجی می‌شوند. روش‌های NIOSH در درجه اول به نمونه‌برداری و ارزیابی هوای محل کار می‌پردازند، اما NMAM برای نمونه‌های بیولوژیکی، سطحی، پوستی و فله‌ای نیز راهنماهایی را پیشنهاد می‌کند. در NMAM، به‌غیر از خود روش‌ها، فصل‌هایی وجود دارد که پیش‌زمینه و راهنمایی را ارائه می‌نماید؛ که تعدادی دیگر از موضوعات را نیز پوشش می‌دهد. این فصول؛ برای افرادی که از روش‌های NIOSH استفاده می‌کنند؛ اطلاعات ارزشمندی را درباره تضمین کیفیت، راهنمای نمونه‌برداری، توسعه و ارزیابی روش، جمع‌آوری آئروسول و ... فراهم می‌کنند. همچنین فصل‌های NMAM منبع مناسبی را ارائه می‌کنند؛ که اغلب می‌توانند اطلاعات فنی موجود در جاهای دیگر متن‌ها را تقویت نمایند. این راهنماها به طور مداوم به‌روزرسانی می‌گردد، زیرا این روش‌ها یا تجدیدنظر شده و یا روش‌های جدیدتری ایجاد می‌شوند. NMAM به صورت آنلاین در صفحه وب (www.cdc.gov/niosh/nmam) NIOSH منتشر شده و در سراسر جهان به صورت آنلاین و رایگان در دسترس است. کاربران می‌توانند برای اطلاع از جدیدترین روش‌ها و فصل‌های راهنمای نمونه‌برداری و آنالیز به وبسایت فوق مراجعه نمایند.

1. The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH)
2. Centers for Disease Control and Prevention (CDC)
3. The NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM)

پیشگفتار

همگام با پیشرفت تکنولوژی و استفاده روز افزون از مواد شیمیایی در محیط کار، بروز اثرات نامطلوب ناشی از مواجهه با آنها نیز در میان شاغلین افزایش یافته است. به منظور کنترل مواجهه و کاهش اثرات نامطلوب ناشی از مواجهه با این مواد، لازم است پس از شناسایی، به ارزیابی خطرات و ریسک‌های بهداشتی ناشی از آنها پرداخته شود. بخش مهمی از فرآیند ارزیابی، اندازه‌گیری و تعیین مقدار کمی مواد شیمیایی است؛ که مطابق با روش‌های استاندارد ملی و بین‌المللی ارائه شده توسط سازمان‌های مرتبط انجام می‌گیرد. با توجه به این امر، در مجموعه حاضر روش‌های اندازه‌گیری و ارزیابی مهم‌ترین مواد شیمیایی مورد استفاده در محیط‌های کاری ارائه می‌شود؛ که می‌تواند مورد استفاده کارشناسان بهداشت حرفه‌ای فعال در زمینه‌های بازرسی، بخش خصوصی، صنایع و نیز کارشناسان آزمایشگاه‌های بهداشت حرفه‌ای قرار گیرد.

در تدوین این راهنما ضمن بهره‌گیری از آخرین دستاوردهای علمی، از تجربه کارشناسان و متخصصین حوزه ستادی مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت، اساتید برجسته دانشگاهی و همکاران فعال در حوزه بهداشت حرفه‌ای سراسر کشور استفاده شده است. تمام تلاش مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت این بود که محصولی فاخر و شایسته ارائه نماید؛ تا بتواند توسط همکاران در سراسر کشور و کاربران سایر سازمان‌ها و دستگاه‌های اجرایی و بعضاً عموم مردم قابل استفاده باشد. به هر حال این مجموعه نیز ممکن است دارای نواقص و کاستی‌هایی باشد؛ که بدینوسیله از همه متخصصین، کارشناسان و صاحب‌نظران ارجمند دعوت می‌شود با ارائه نظرات و پیشنهادات خود، ما را در ارتقاء سطح علمی و نزدیکتر کردن هر چه بیشتر محتوای این راهنما به نیازهای روز جامعه یاری نمایند؛ تا در ویراست‌های بعدی بکار گرفته شود.

به منظور دسترسی بهتر کاربران به این مجموعه، فایل الکترونیکی این راهنما بر روی تارگه‌های وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی (وبدا) و مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت قرار گرفته و تنها نسخه‌های بسیار محدودی از آنها به چاپ رسیده است. بر خود وظیفه می‌دانیم که از زحمات تمام دست‌اندرکاران کارگروه ترجمه، تدوین و انتشار این راهنما، صمیمانه تشکر و قدردانی نموده و پیشاپیش از تمامی کسانی که با ارائه پیشنهادات اصلاحی خود، ما را در بهبود کیفیت این مجموعه یاری خواهند نمود؛ صمیمانه سپاسگزاریم.

دکتر جعفر جندقی

رئیس مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت

مقدمه مترجمان

تغییر در شیوه زندگی، نیاز به محصولات جدید و استفاده از تکنولوژی‌های نو، سبب گردیده؛ که فهرست مواد شیمیایی مورد مصرف در صنعت روز به روز فزونی یابد. علیرغم پیشرفت‌های علمی بشر در مورد شناخت و آگاهی از اثرات سوء مواد شیمیایی، در بسیاری از موارد، دانش انسانی در مورد آن‌ها محدود می‌باشد. از این رو لازم است نسبت به پایش مواجهه شاغلین و ثبت آنها اقدام گردد، تا بتوان در مقاطع زمانی مختلف همزمان با پایش‌های بیولوژیکی، داده‌ها و اطلاعات جمع‌آوری شده را به کمک متخصصین اپیدمیولوژی شغلی مورد تجزیه و تحلیل قرار داد. این داده‌ها همچنین می‌توانند ما را در بازنگری صحیح حدود مجاز مواجهه شغلی در آینده یاری نمایند. به منظور دستیابی به این هدف، همسان‌سازی روش‌های سنجش در سطح کشور، یک ضرورت دانسته می‌شود؛ تا بتوان با اطمینان نسبت به تحلیل نتایج سنجش و ارتباط آن با پایش‌های بیولوژیکی و اثرات زیان‌آور مواد شیمیایی در بین شاغلین اقدام نمود.

این راهنما شامل هشت جلد می‌باشد که روش‌های نمونه‌برداری، آماده‌سازی و تجزیه نمونه‌های هوا، برای تعداد قابل توجهی از ترکیبات شیمیایی در آن‌ها ارائه شده است. در ابتدای هر جلد از کتاب، سرفصل کلی تمامی جلدها آورده شده‌است؛ تا کاربران بتوانند با مراجعه به هر جلد، روش مورد نظر خود را پیدا کرده و به آن استفاده نمایند. همچنین واژه‌نامه‌ای در انتهای تمامی جلدها تهیه شده‌است؛ که به ارائه اطلاعات درباره واژه‌ها، عبارات و اصطلاحات ارائه شده در این راهنما می‌پردازد. امید است بتوان در آینده، نسبت به تکمیل این راهنما و ارائه روش‌های معتبر در نمونه‌برداری و سنجش برای سایر ترکیبات شیمیایی و نیز بازنگری این مجموعه اقدام گردد.

جلد اول	جلد دوم
- مقدمه - هدف و دامنه - نحوه استفاده از راهنمای روش‌های نمونه‌برداری و آنالیز NIOSH - توسعه و ارزیابی روش‌ها - عدم قطعیت اندازه‌گیری و محدوده دقت روش NIOSH - ملاحظات کلی برای نمونه‌برداری از آلاینده‌های موجود در هوا - فاکتورهای موثر بر نمونه‌برداری آئروسول‌ها - نمونه‌برداری و خصوصیات بیوآئروسول‌ها	- اندازه منافذ فیلتر و جمع‌آوری نمونه آئروسول - سنجش الیاف - نمونه‌برداری از فلزات و آنالیز ترکیبات محلول فلزی - پایش دود ناشی از گازوئیل در محیط‌های کار - آنالیز نانولوله‌های کربنی و نانوالیاف موجود بر روی فیلترهای استرسولوزی مخلوط با میکروسکوپ الکترونی انتقالی - واژه نامه اختصارات، تعاریف و نمادها
جلد سوم (روش‌ها)	جلد چهارم (روش‌ها)
- ذراتی که در جای دیگر طبقه‌بندی نشده‌اند/ ذرات کل - وینیل استات - ترکیبات نیتروآروماتیک - اسید کلرواستیک - p-کلروفنول - فرمالدهید - کتون - آنیسیدین - متیل بروماید - گلوآلدهید - والرالدهید	- گازهای آلی و معدنی با طیف سنجی FTIR - ترکیبات آلی فرار از، C1-C10/ روش کانیستر - هیدروکینون - تیرام - روتنون - پیرتروم - بنزویل پروکساید - استریکنین - آرسنیک آلی - p-نیتروآنلین - ذرات دیزل (به عنوان کربن عنصری) - کربن سیاه - ترکیبات آلی قلع - بنزیدین و ۳،۳-دی متیل بنزیدین - سیالات فلزکاری (MWF)
جلد پنجم (روش‌ها)	
- کلریدهای متیل قلع - آفت‌کش‌های ارگانوفسفره - آفت‌کش‌های آلی نیتروژن - فرمالدئید روی گرد و غبار (چوب یا پارچه) - آرسین - فسفین - هیدروژن سیانید	- سولفوریل فلوراید - عناصر با استفاده از ICP (هضم با مایکروویو) - آمونیاک - سرب - مونوکسید کربن - عناصر با استفاده از ICP (هضم با مایکروویو) - عناصر با نمونه‌بردار کپسول داخلی سلولزی - آزبست و سایر الیاف با PCM

جلد ششم (روش‌ها)	جلد هفتم (روش‌ها)
- اکسید روی - کروم شش ظرفیتی - کروم شش ظرفیتی - سیلیس کریستالی قابل استنشاق، توسط دستگاه مادون قرمز - کوارتز در گرد و غبار معدن ذغال سنگ قابل تنفس، توسط IR - کروم شش ظرفیتی بوسیله یون کروماتوگرافی - سرب - کروم شش ظرفیتی توسط اسپکتروفتومتری قابل حمل میدانی - بریلیم در هوا به وسیله فلورومتری - ذرات فلوراید و اسید هیدروفلوریک - اسیدهای فرار با کروماتوگرافی یونی - اسیدهای غیر فرار (اسید سولفوریک و اسید فسفریک) - تولوئن در خون - عناصر در بافت - فلوراید در ادرار - ۵ و ۲ هگزاندیون در ادرار - استن و متیل اتیل کتون در ادرار - تری کلرید بوتیلتن در ادرار - O- کرزول در ادرار	- S- بنزیل مرکپتوریک اسید و S-فنیل مرکپتوریک اسید در ادرار - ۳- بروموپروپیونیک اسید در ادرار - تری کلرواستیک اسید در ادرار - آزبست (کریزوتایل) - متامفتامین و مواد مخدر غیرقانونی، پیش سازها - متامفتامین و داروهای غیرمجاز - بریلیم در سطح (به روش فلورومتری) - متامفتامین روی سطوح با روش کروماتوگرافی مایع/طیف سنجی جرمی

جلد هشتم (روش‌ها)

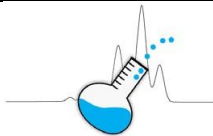
- | | |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> - آن بوتیل گلیسیدیل - ترکیبات نیتروآروماتیک - پارا-کلروبنزوتری فلورید - پروپیلن اکسید - پیریدین - ترپن‌ها - تتراهیدروفوران - ترپانتین - ئیدروکربن‌های هالوژنه - هیدروکربن‌های آروماتیک - ۱، ۱-دی‌کلرو-۱-نیتروآتان - هیدروکربن‌هایی با نقطه جوش ۳۶-۲۱۶ درجه سانتیگراد - آلومینیوم و ترکیبات آن - استیک انیدرید - آمونیاک - کروم شش ظرفیتی - سیلیس کریستالی به روش اسپکتروفوتومتری - کروم شش ظرفیتی با اسپکتروفوتومتری قابل حمل - متانول - متیلن کلراید | <ul style="list-style-type: none"> - ۱ و ۲- بروموپروپان - ۱، ۲، ۲- تترا برومواتان - ۱، ۲، ۲- تترا کلرواتان - اسید استیک - استونیتریل - اکریلونیتریل - الکل ترکیب شده - الکل‌های نوع اول - الکل نوع دوم - الکل نوع سوم - الکل نوع چهارم - آلایل کلرید - آمین‌های آروماتیک - ترکیبات اتانول آمین - بتا-کلرو پرین - دی‌کلرودی فلئورومتان - تری فلئورو برومومتان - استرها ی نوع اول - هیدروکربن‌ها - کتون‌های نوع اول - کتون‌های نوع دوم - متیل سلوسولو استات - نفتا |
|--|---|

۷	مقدمه
۸	کلریدهای متیل قلع
۱۴	آفت کش های ارگانوفسفره
۳۸	آلدیکارب
۶۲	فرمالدئید روی گرد و غبار(چوب یا پارچه)
۶۷	آرسین
۷۲	فسفین
۷۶	هیدروژن سیانید
۸۳	سولفوریل فلوراید
۸۷	عناصر با ICP (هضم ماکروویو)
۹۶	آمونیاک
۱۰۰	سرب
۱۰۶	مونوکسید کربن
۱۲۱	آزبست و سایر الیاف توسط PCM

تغییر در شیوه زندگی، نیاز به محصولات جدید و استفاده از تکنولوژی‌های نو، سبب گردیده است که فهرست مواد شیمیایی مورد مصرف در صنعت روز به روز فزونی یابد.

علیرغم پیشرفت‌های علمی در مورد اثرات سوء مواد شیمیایی، در بسیاری از موارد، دانسته‌های ما در مورد اثرات زیان آور مواد شیمیایی کم بوده و بعضاً اطلاعاتی در دست نیست. از این رو لازم است نسبت به پایش مواجهه شاغلین و ثبت آنها اقدام نمود تا بتوان در مقاطع زمانی مختلف همزمان با پایش‌های بیولوژیکی، داده‌ها و اطلاعات جمع‌آوری شده را به کمک متخصصین اپیدمیولوژی شغلی مورد تحلیل و استنتاج قرار داد. این داده‌ها همچنین ما را در برقراری حدود مجاز شغلی در آینده یاری می‌نماید.

به منظور دستیابی به این هدف، همسان‌سازی روش‌های سنجش توسط کارشناسان محترم بهداشت حرفه‌ای در سطح کشور یک ضرورت است تا بتوان با اطمینان نسبت به تحلیل نتایج سنجش و ارتباط آن با پایش‌های بیولوژیکی و اثرات زیان آور در شاغلین اقدام نمود از این رو در این راهنما، روش‌های نمونه‌برداری، آماده‌سازی و تجزیه نمونه‌های هوا برای تعداد قابل توجهی از ترکیبات شیمیایی ارائه شده است. امید است در آینده، نسبت به تکمیل این راهنما و ارائه روش‌های سنجش برای سایر ترکیبات شیمیایی و نیز بازنگری این مجموعه اقدام گردد.

		شماره روش: ۵۵۲۶ تاریخ انتشار: ۱۳۰۱-۲۰۱۶	
کلریدهای متیل قلع METHYLtin CHLORIDES			
CAS:	جدول ۱	RTECS:	جدول ۱
		فرمول شیمیایی: جدول ۱	
		وزن مولکولی: جدول ۱	
اسامی مترادف:			
تری کلرید متیل قلع: تری کلرید مونومتیل قلع، تری کلرو متیل استانان			
دی کلرید دی متیل قلع: دی کلرو دی متیل استانان، دی کلرو دی متیل قلع			
کلرید تری متیل قلع: کلرو تری متیل استانان، کلرو تری متیل قلع، کلرید تری متیل استانیل			
ویژگی ها: جدول ۱			
نوع ارزیابی: کامل			
حدود مجاز مواجهه			
OSHA: جدول ۱			
NIOSH: جدول ۱			
سنجش		نمونه برداری	
روش سنجش: گاز کروماتوگرافی، FPD (فیلتر اختصاصی قلع)		نمونه بردار: فیلتر + لوله جاذب	
آنالیت: مشتقات سدیم تتراآیل بورات از آنالیت ها		(لوله OVS-2: فیلتر فایبر گلاس ۱۳ میلی متری؛ XAD-2،	
وا جذب: ۲ میلی لیتر اسیداستیک ۰،۱۷ مول بر لیتر در استونیتریل		270/140 mg)	
کالبراسیون: آنالیت های موجود در هگزان		دبی: ۰،۲۵ لیتر بر دقیقه تا یک لیتر بر دقیقه	
گستره: ۰،۰۱ تا ۱۵ میکروگرم در هر نمونه (به عنوان قلع) [۲]		حداقل حجم نمونه: ۱۵ لیتر	
حد تشخیص (LOD): ۰،۰۱ میکروگرم [۲]		حداکثر حجم نمونه: ۷۵ لیتر	
دقت نمونه بردار ($\bar{S}_r$): ۰،۰۶۵ [۲]		روش انتقال نمونه: انتقال سرد	
حجم تزریق: ۱ میکرولیتر		ماندگاری نمونه: ۱۴ روز در دمای ۴ درجه سانتیگراد	
ستون: مویین، سیلیس ذوب شده، 30m x 0.53mm، فیلم ۱،۵		نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر ست نمونه برداری	
میکرومتری، متیل پلی سیلوکسان- (فنیل ۵ درصد)؛ داروسازی ایالات متحده (USP) G27			
گاز حامل: هلیوم، ۶ میلی لیتر بر دقیقه			
دمای بخش تزریق: خنک روی ستون			
دمای آشکارساز: ۲۵۰ درجه سانتیگراد			
دمای ستون: ۵۰ درجه سانتیگراد (۳ دقیقه)، ۱۲ درجه سانتیگراد بر دقیقه تا ۲۰۰ درجه سانتیگراد (۱ دقیقه)			

احتیاط‌های ویژه	صحت
اسید استیک غلیظ خورنده و تحریک کننده است. تترا اتیل بورات سدیم به هوا و رطوبت حساس است. این ماده شیمیایی باید در اتمسفر نیتروژن ذخیره و نگهداری شود. استونیتریل، دی اتیل اتر و هگزان همگی قابل اشتعال هستند. لباس های محافظ مناسب بپوشید و با این ترکیبات در یک هود با تهویه مناسب کار کنید.	محدوده مطالعه: جدول ۲ تورش: جدول ۲ دقت کلی (S_{rt}): جدول ۲ صحت: جدول ۲
کاربرد این روش برای پایش کلریدهای متیل قلع در هوا ایجاد شده است [۲].	
مداخله گر ها هیچ تداخلی شناسایی نشده است.	
روش های دیگر روش NIOSH ۵۵۰۴، روش دیگری برای اندازه گیری ترکیبات آلی قلع با استفاده از یک فیلتر و یک لوله جاذب برای جمع آوری است و از HPLC/AA برای آنالیز استفاده می شود [۳].	
تجهیزات	مواد شیمیایی مصرفی
۱. نمونه بردار: نمونه بردار چندکاره OSHA (لوله OVS-2)، ورودی با قطر داخلی ۱۳ میلی متر، خروجی با قطر داخلی ۶ میلی متر. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ است که توسط یک فیلتر فایبرگلاس با قطر ۱۱ میلی متر و حلقه PTFE در جای خود قرار می گیرد و با یک لایه کوتاه از فوم پلی اورتان از قسمت پشتی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 است جدا می شود. قسمت پشتی با یک لایه بلند از فوم پلی اورتان در جای خود ثابت شده است. لوله به صورت تجاری موجود است. ۲. پمپ نمونه برداری فردی: دبی ۰٫۱ تا ۱ لیتر بر دقیقه همراه با لوله اتصال قابل انعطاف و بی اثر (خنثی). ۳. کروماتوگراف گازی مجهز به درگاه تزریق سرد روی ستون، تزریق کننده خودکار، ستون موئین، آشکارساز شعله فتومتریک (FPD) با فیلتر مخصوص قلع (۶۱۰ نانومتر) و سیستم جمع آوری داده (صفحه ۵۵۲۶-۱). ۴. ترازو با قابلیت توزین ۰٫۱ ± میلی گرم. ۵. همزن مکانیکی. ۶. ویال های ۱۰ میلی لیتری، با درپوش های PTFE. ۷. قطره چکان یا پیپت های انتقال دهنده. ۸. ویال های نمونه برداری خودکار GC با درپوش های PTFE. ۹. بالن های حجمی، ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری. ۱۰. پیپت های با دقت انتقال ۱۰ میکرولیتر، ۱٫۰ و ۲٫۰ میلی لیتر ۱۱. بسته های خنک کننده (آیس پک) برای حمل و نقل	۱. اسید استیک*، ۹۹ درصد و بالاتر. ۲. استونیتریل*، مخصوص HPLC. ۳. دی اتیل اتر*، ۹۹ درصد و بالاتر. ۴. هگزان*، مخصوص HPLC. ۵. تری کلرید متیل تین، ۹۷ درصد. ۶. دی کلرید دی متیل تین، ۹۷ درصد. ۷. کلرید تری متیل تین. ۸. اسید استیک، ۰٫۱۷ مول بر لیتر در استونیتریل. یک میلی لیتر از اسید استیک یخی را با استفاده از استونیتریل به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. ۹. تترا اتیل بورات سدیم*. <u>نکته:</u> خلوص تترا اتیل بورات سدیم بسیار مهم است. باید به صورت پودر سفید ریز باشد. کلوخه شدن یا زرد شدن به این معنی است که ترکیب باید جایگزین شود. ۱۰. استات سدیم - بافر اسید استیک، $PH 4.0 \pm 0.2$. ۱۱. محلول مشتق سازی: محلولی حاوی ۱۰ گرم بر لیتر از تترا اتیل بورات در دی اتیل اتر تهیه کنید. محلول را به صورت روزانه، ترجیحاً بلافاصله قبل از استفاده و بصورت تازه تهیه کنید. ۱۲. محلول کالیبراسیون مادر: با توزین دقیق (با دقت ± 0.1 میلی گرم) حدود ۰٫۱ گرم از هر یک مواد تری کلرید متیل قلع، دی کلرید دی متیل قلع و کلرید اتیل قلع را در یک بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری بریزید. با اضافه کردن ۰٫۱۷ مول در لیتر اسید استیک در استونیتریل به حجم مورد نظر رقیق می شود. محلول پایه حاوی حدود ۱۰۰۰

	میکروگرم در میلی لیتر (به عنوان قلع) از هر جزء است. در صورت نگهداری این محلول در فریزر، برای چندین هفته قابل استفاده خواهد بود. * به احتیاط‌های ویژه مراجعه کنید.
نمونه برداری ۱. تمامی پمپ‌های نمونه برداری فردی را با حضور نمونه بردار مورد نظر کالیبره کنید. ۲. بلافاصله قبل از نمونه برداری درپوش لوله جاذب را باز کنید و با استفاده از لوله قابل انعطاف آن را به یک پمپ نمونه برداری فردی وصل کنید. ۳. نمونه برداری با دبی دقیق بین ۰٫۲۵ لیتر در دقیقه برای نمونه برداری کامل و ۱ لیتر در دقیقه برای نمونه‌های ۱۵ دقیقه‌ای (STEL)، برای حداکثر ۷۵ لیتر، انجام دهید. ۴. درپوش نمونه بردارها را ببندید. نمونه‌ها را در محفظه‌های حاوی آیس پک با دقت بسته‌بندی کنید. <u>توجه:</u> پس از دریافت در آزمایشگاه، نمونه‌ها باید در دمای ۴ درجه سانتیگراد نگهداری شوند و ظرف ۱۴ روز پس از جمع‌آوری آنالیز شوند.	
آماده‌سازی نمونه ۵. حلقه نگهدارنده را از لوله جاذب خارج کرده و دور بیندازید. فیلتر فایبرگلاس و بستر اصلی رزینی را به یک ویال نمونه ۱۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. ۶. لایه فومی جداکننده دو بخش رزینی در لوله جاذب را بردارید و دور بریزید. بستر رزین پشتیبان را به ویال نمونه ۱۰ میلی‌لیتری دوم منتقل کنید. ۷. به هر ویال، ۲ میلی‌لیتر اسید استیک ۰٫۱۷ مول در لیتر در استونیتریل اضافه کنید تا کلریدهای متیل قلع واجذب شوند. ویال‌ها را به مدت ۳۰ دقیقه روی شیکر (لرزاننده) مکانیکی قرار دهید. ۸. به هر ویال، ۲ میلی‌لیتر بافر با pH برابر با ۴ و یک میلی‌لیتر محلول جداکننده اضافه کنید. ویال‌ها را به مدت ۱۵ دقیقه روی همزن مکانیکی قرار دهید. ۹. محلول را با سه قسمت ۱ میلی‌لیتری هگزان استخراج کنید. بخش‌های هگزان را در یک بالن حجمی ۵ میلی‌لیتری ترکیب کرده و از طریق رقیق سازی با هگزان، به حجم مورد نظر برسانید.	
کالیبراسیون و کنترل کیفی ۱۰. کالیبراسیون را بصورت روزانه و با حداقل شش استاندارد کاری در محدوده مورد نظر انجام دهید. آ. ۱۰ میکرولیتر از محلول کالیبراسیون مادر را به دقت به داخل ویال حاوی ۵ میلی‌لیتر اسید استیک ۰٫۱۷ مول در لیتر در استونیتریل بریزید. همانند یک نمونه، در ادامه مراحل ۷، ۸، و ۹، آن را مشتق کنید. ب. این محلول مشتق شده استاندارد را به صورت متوالی با هگزان رقیق کنید تا محلول‌هایی در محدوده ۰٫۲ تا ۰٫۰۲ میکروگرم در میلی‌لیتر (به عنوان قلع) از هر کلرید متیل قلع تولید شود. ج. به ویال‌های اوتوسمپلر با درپوش‌های PTFE منتقل کنید. د. به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد، آنالیز کنید. ه. نمودار کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در مقابل میکروگرم قلع برای هر کلرید متیل قلع). ۱۱. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر گروه از لوله‌های OVS که برای نمونه برداری در محدوده کالیبراسیون استفاده می‌شوند، تعیین کنید (مرحله ۱۰). سه نمونه بردار به ازای هر یک از شش سطح به اضافه سه نمونه شاهد آماده کنید. آ. بخش جلویی جاذب نمونه بردار OVS را به یک ویال ۴ میلی‌لیتری منتقل کنید. ب. حجم مشخصی از محلول مادر کالیبراسیون یا محلول‌های با رقت متفاوت را مستقیماً روی بستر جلویی جاذب هر لوله OVS تزریق کنید. ج. درب ویال را ببندید و اجازه دهید بستر جاذب اسپایک شده یک شب بماند.	

د. همراه با استانداردها و نمونه های شاهد (مراحل ۱۳، ۱۴ و ۱۵)، واجذب (مراحل ۷، ۸ و ۹) و آنالیز کنید.
 ه. نمودار DE در مقابل میکروگرم را برای هر کلرید متیل قلع باز یافت شده تهیه کنید.
 ۱۲. برای اطمینان از اینکه نمودار کالیبراسیون و نمودارهای DE تحت کنترل هستند، سه بلاینداسپایک کنترل کیفیت و سه اسپایک تجزیه گر را آنالیز کنید

سنجش

۱۳. کروماتوگراف گازی را مطابق با توصیه های سازنده و شرایط ارائه شده در صفحه ۱-۵۵۲۶ تنظیم کنید.
 ۱۴. یک میکرولیتر از نمونه را به صورت دستی با استفاده از روش شستشوی حلال یا با اوتوسمپلر تزریق کنید.
 توجه: اگر محدوده پیک بالاتر از محدوده خطی استانداردهای کاری باشد، با هگزان رقیق کنید، مجدداً آنالیز کنید و ضریب ترقیق مناسب را در محاسبات اعمال کنید.
 ۱۵. مساحت پیک های کلرید متیل قلع را اندازه گیری کنید. یک نمونه کروماتوگرام در شکل ۱ نشان داده شده است.

محاسبات

۱۶. جرم هر کلرید متیل قلع شناسایی شده در بخش جلویی (W_f) و بخش عقبی (W_b) جاذب نمونه اصلی را برحسب میکروگرم (تصحیح شده برای DE) تعیین کنید.
 توجه: اگر $W_f > W_b/10$ بود، نشت آلاینده و احتمال از دست رفتن نمونه را گزارش کنید.
 ۱۷. غلظت C، ($\mu\text{g/L}$ or mg/m^3) کلرید متیل قلع در حجم هوای نمونه برداری شده، V (L) را محاسبه کنید:

$$C = \frac{W_f + W_b - B_f - B_b}{V}$$

ارزیابی روش

این روش که برای جمع آوری نمونه های هوا و آنالیز کلریدهای متیل قلع ایجاد شده است، از روش شناسی موجود برای اندازه گیری ترکیبات آلی قلع موجود در هوا اقتباس شده است [۳،۴]. مرجع ۲ اعتبار این روش برای نمونه برداری و کمی سازی کلرید تری متیل قلع، دی کلرید دی-متیل قلع و تری کلرید متیل قلع در هوا را شرح می دهد. روش تایید شده با قابلیت پایش هوا در طول تولید کلرید متیل قلع و استخراج تثبیت کننده مورد نیاز بود. جدول ۲ فهرست نتایج آزمایش های اعتبارسنجی را نشان می دهد که از دستورالعمل های تعیین شده توسط NIOSH پیروی می کند [۵]. با این حال، از سطوح غلظت و تکرار کمتر از مقدار توصیه شده استفاده شد. این روش معیارهای NIOSH در خصوص صحت، تورش و پایداری نمونه را برآورده کرد. شرایط نمونه برداری توصیه شده ۲۵۰ میلی لیتر در دقیقه برای حداکثر ۵،۵ ساعت برای نمونه برداری میانگین وزنی - زمانی (TWA) و ۱۰۰۰ میلی لیتر در دقیقه برای حداکثر ۲۰ دقیقه برای نمونه برداری حد مجاز شغلی کوتاه مدت (STEL) است.

منابع

- [1] Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR) [2005]. Chemical and physical information. In: Toxicological profile for tin and tin compounds. Atlanta, GA: U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service [www.atsdr.cdc.gov/toxprofiles/tp55-c4.pdf].
- [2] Yoder RE [2000]. Validation of a method for the collection and quantification of methyltin chlorides in the air. Philadelphia, PA: Atofina Chemicals. Unpublished.
- [3] NIOSH [1994]. Organotin compounds (as): Method 5504 (supplement issued 3/15/2003). In: Schlecht PC, O'Connor PF, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- [4] Shangwei H [1997]. Development of a method for the sampling and analysis of dimethyltin dichloride and trimethyltin chloride. New Orleans, LA: Tulane University, Department of Environmental Sciences, School of Public Health and Tropical Medicine. Unpublished.

[5] NIOSH [1995]. Guidelines for air sampling and analytical method development and evaluation. By Kennedy ER, Fischbach TJ, Song R, Eller PM, Shulman SA. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 95-117 [www.cdc.gov/niosh/docs/95-117/pdfs/95-117.pdf].

نویسنده روش:

R.E. Yoder, C. Boraiko, Atofina Chemicals; P.F. O'Connor, NIOSH/DART.

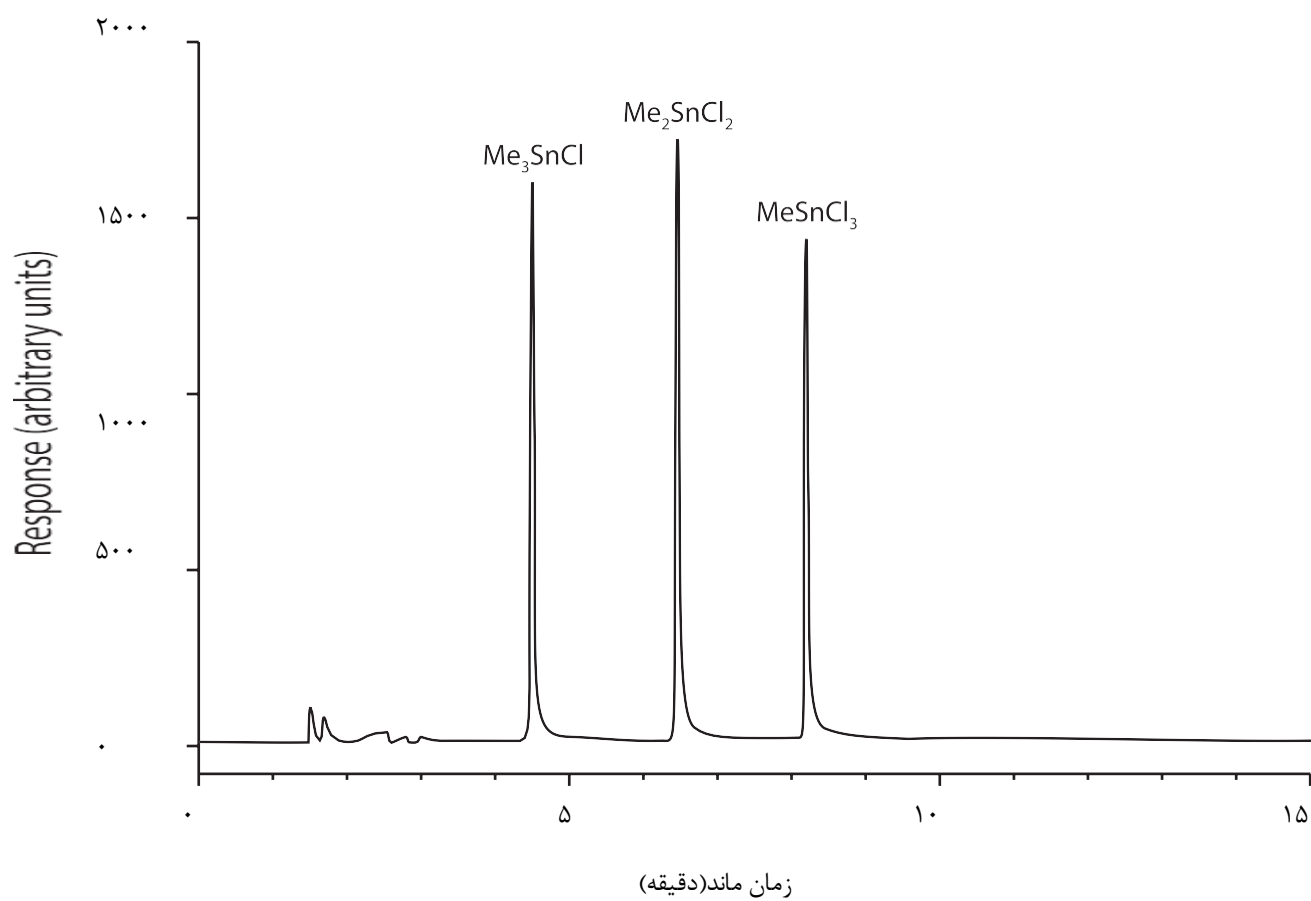
سلب مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

جدول ۱. اطلاعات عمومی [۱]

نام ماده شیمیایی	فرمول	MW	CAS No.	RTECS No.	خصوصیات	OSHA PEL* (mg/m ³)	NIOSH REL* (mg/m ³)
تری کلرید متیل قلع	CH ₃ Cl ₃ Sn	۲۴۰٫۰۸	۹۹۳-۱۶-۸	WH۸۵۸۵۵۰۰	کریستالهای بیرنگ؛ MP 43 °C; BP 171 °C	۰٫۱	۰٫۱
دی کلرید دی متیل قلع	(CH ₃) ₂ Cl ₂ Sn	۲۱۹٫۶۷	۷۵۳-۷۳-۱	WH۷۲۴۵۰۰۰	کریستالهای بیرنگ؛ MP 90 °C (107°C); BP 185 °C to 190 °C	۰٫۱	۰٫۱
کلرید تری - متیل قلع	(CH ₃) ₃ ClSn	۱۹۹٫۲۶	۱۰۶۶-۴۵-۱	WH۶۸۵۰۰۰۰	کریستالهای بیرنگ؛ MP 37.5 °C; BP 154 °C to 156 °C	۰٫۱	۰٫۱

جدول ۲. روش ارزیابی [۲]

ترکیب	محدوده مورد مطالعه (میکروگرم قلع در هر نمونه)	تورش (%)	دقت ($\bar{S}_r$) (%)	صحت (%)
کلرید تری متیل قلع	۰٫۲۹ تا ۰٫۴۶	۰٫۳	۵٫۲	± ۱۱
دی کلرید دی متیل قلع	۰٫۱۷ تا ۰٫۴۲	-۲٫۵	۵٫۸	± ۱۲
تری کلرید متیل قلع	۰٫۰۷ تا ۱۰٫۴۸	-۵٫۲	۷٫۶	± ۱۶



شکل ۱. کروماتوگرام نمونه

	آفت کش های ارگانوفسفره ORGANOPHOSPHORUS PESTICIDES	شماره روش: ۵۶۰۰ تاریخ انتشار: ۰۲-۰۳-۲۰۱۶
CAS: جدول ۱ RTECS: جدول ۱	فرمول شیمیایی: جدول ۱ وزن مولکولی: جدول ۱	
اسامی مترادف: جدول ۴ ویژگی ها: جدول ۳ نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز مواجهه OSHA: جدول ۲ NIOSH: جدول ۲		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگراف مجهز به آشکارساز FPD آنالیت: آفت کش های ارگانوفسفره، جدول ۱ واحد جذب: ۲ میلی لیتر محلول تولوئن ۹۰ درصد/استون ۱۰ درصد کالیبراسیون: محلول های استاندارد ترکیبات آلی فسفردار (ارگانوفسفره) در تولوئن گستره: جدول ۸ حد تشخیص (LOD): جدول ۹ دقت نمونه بردار ($\bar{S}_r$): جدول ۵ حجم تزریق: ۱ تا ۲ میکرولیتر ستون: ستون موئین سیلیس ذوب شده؛ جدول ۶ گاز حامل: هلیوم در فشار ۱۵ Psi (۱۰۴ کیلو پاسکال) دما: - تزریق: ۲۴۰ درجه سانتیگراد - آشکارساز: ۱۸۰ تا ۲۱۵ درجه سانتیگراد (از توصیه های سازنده پیروی کنید)	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر + لوله جاذب جامد (لوله OVS-2: فیلتر کوارتز ۱۳ میلی متری؛ XAD-2، 270mg/140mg) دبی: ۰٫۲ تا یک لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۱۲ لیتر حداکثر حجم نمونه: ۴۸۰ لیتر؛ ۶۰ لیتر (مالاتیون، رونل) روش انتقال نمونه: معمولی ماندگاری نمونه: حداقل ۱۰ روز در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد حداقل ۲۹ روز در دمای ۰ درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر ست نمونه برداری	
احتیاط های ویژه ترکیبات ارگانوفسفره بسیار سمی هستند. برای اجتناب از استنشاق یا تماس پوستی، هنگام کار با مواد خالص باید از دستکش و لباس مناسب استفاده کرد [۱۳، ۱۴، ۱۵، ۱۶، ۱۷]. تولوئن قابل اشتعال و سمی است. استون بسیار قابل اشتعال است. تمام نمونه ها را در یک هود با تهویه مناسب آماده کنید.	صحت محدوده مطالعه: جدول ۵ تورش: جدول ۵ دقت کلی ($\bar{S}_{rt}$): جدول ۵ صحت: جدول ۵	
کاربرد		

محدوده‌های کاری در جدول ۵ فهرست شده‌اند. آن‌ها محدوده‌ای از ۰٫۱ تا ۲ برابر PELهای OSHA را پوشش می‌دهند. این روش همچنین برای اندازه‌گیری‌های STEL با استفاده از نمونه‌های ۱۲ لیتری قابل استفاده است. این روش ممکن است برای تعیین سایر ترکیبات ارگانوفسفره پس از ارزیابی راندمان بازیابی، ظرفیت نمونه، پایداری نمونه و دقت و صحت قابل استفاده باشد.

مداخله‌گرها

چندین ارگانوفسفره ممکن است با آنالیت موردنظر یا استاندارد داخلی همزمان شسته شوند و باعث ایجاد خطاهای یکپارچگی شوند. ارگانوفسفره‌های موردبحث عبارتند از سایر آفت‌کش‌ها (نگاه کنید به جدول ۷) و موارد زیر: تری بوتیل فسفات (نوعی نرم‌کننده)، تریس (۲-بوتوکسی‌اتیل) فسفات (یک نرم‌کننده مورد استفاده در برخی درپوش‌های لاستیکی)، تری کرسیل فسفات (افزودنی روغنی به مواد نفتی، سیال هیدرولیک، نرم‌کننده، ضدشعله و حلال) و تری فنیل فسفات (نرم‌کننده و ضدشعله در پلاستیک‌ها، لاک‌ها و کاغذهای سقفی).

روش‌های دیگر

این روش ممکن است به‌عنوان جایگزینی برای روش‌های قبلی آفت‌کش‌های ارگانوفسفره مورد استفاده قرار گیرد. برای فهرست جزئی به جدول ۱۱ مراجعه کنید. نمونه‌بردار پیشنهادی در اینجا از نظر مفهومی مشابه دستگاه هیل و آرنولد [۱۱] است، اما راحتی بیشتر و مقاومت جریان کمتری را ارائه می‌دهد.

تجهیزات

۱. **نمونه‌بردار:** لوله نمونه‌برداری پر شده از رزین؛ لوله شیشه‌ای با قطر خارجی ۱۳ میلی‌متر و قطر داخلی ۱۱ میلی‌متر و طول ۵۰ میلی‌متر با انتهای خروجی کشیده‌شده به طول ۲۵ میلی‌متر و قطر خارجی ۶ میلی‌متر. قسمت بزرگ‌شده لوله دو بخش جلویی و عقبی دارد. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی‌گرم جاذب XAD-2 با تخلخل ۶۰/۲۰ است که توسط یک فیلتر الیاف کوارتز با قطر خارجی ۹ تا ۱۰ میلی‌متر و حلقه نگهدارنده پلی‌تترافلوئورو اتیلن (PTFE) در محلش نگه داشته شده است. قسمت جلویی از قسمت پشتی که حاوی جاذب ۱۴۰ میلی‌گرمی XAD-2 است، با یک لایه کوتاه از فوم پلی‌اورتان جدا می‌شود. قسمت پشتی توسط یک لایه بلند از فوم پلی‌اورتان در جای خود ثابت می‌شود. لوله به صورت تجاری موجود است. شکل ۲ را ببینید.

توجه: برخی از نمونه‌بردارهای تجاری موجود در بازار حاوی فیلترهای فایبرگلاس هستند. این‌ها در روش‌های OSHA مشخص شده‌اند (جدول ۱۱ را ببینید). با این حال، این لوله‌ها برای آنالیت‌های قطبی - تر (آمیدها، فسفورامیدها و سولفوکسیدها) به خوبی عمل نکرده‌اند (جدول ۱۰ را ببینید). و جذب کم یا نامنظم مالاتیون ممکن است ناشی از فیلترهای فایبرگلاس باشد.

۲. **پمپ نمونه‌برداری فردی** با دبی ۰٫۲ تا ۱ لیتر در دقیقه؛ با لوله‌های اتصال قابل‌انعطاف، ترجیحاً لوله‌های سیلیکونی، پلی‌اتیلن یا PTFE.

۳. **ویال،** ۴ میلی‌لیتری با درپوش PTFE؛ ویال‌های اوتوسمپلر ۲ میلی‌لیتری GC با درپوش‌های پیچی با روکش PTFE.

۴. **کروماتوگراف گازی،** آشکارساز فتومتریک شعله به همراه فیلتر با باندگذر ۵۲۵ نانومتر برای حالت فسفری، یکپارچه‌ساز و ستون (جدول ۶).

مواد شیمیایی مصرفی

۱. **آنالیت‌های ارگانوفسفره** مندرج در جدول ۱؛ و **تری فنیل فسفات**، درجه استاندارد آنالیز*

۲. **تولون**، درجه آنالیز آفت‌کش*

۳. **استون**، با خلوص مطابق با استانداردهای انجمن شیمی آمریکا (ACS) یا بهتر*

۴. **محلول باز یافت‌کننده.** ۵۰ میلی‌لیتر استون را به یک بالن حجمی ۵۰۰ میلی‌لیتری اضافه کنید. با استفاده از تولون تا حجم موردنظر رقیق کنید. (بیشتر از ۳۰ روز در دمای ۰-۴ درجه سانتیگراد نگهداری نشود).

توجه: برای استاندارد داخلی انتخابی، ۱ میلی‌لیتر از محلول ۵ میلی‌گرم بر میلی‌لیتر تری فنیل فسفات در تولون را به ۵۰۰ میلی‌لیتر محلول واجذب اضافه کنید.

۵. **محلول‌های مادر ارگانوفسفره،** ۱۰ میلی‌گرم در میلی‌لیتر. محلول‌های استاندارد مادر جداگانه هر آفت‌کش مدنظر را در تولون/استون ۱۰/۹۰ (v/v) آماده کنید. تمام آفت‌کش‌های جدول ۱ تا حداقل به میزان ۱۰ میلی‌گرم بر میلی‌لیتر قابل حل بودند.

۶. **محلول‌های اسپایک** برای کالیبراسیون (مرحله ۹) و اعتبارسنجی راندمان بستر نمونه‌برداری (مرحله ۱۰، ۱۱)

توجه: محلول‌های اسپایک ممکن است حاوی بیش از یک آنالیت باشند.

آ. محلول اسپایک SS-1: حجم محلول موجود در جدول ۱۲ را با استفاده از تولون یا تولون/استون ۱۰/۹۰ (v/v) به ۱۰ میلی‌لیتر رقیق کنید.

توجه: محلول‌های اسپایک ممکن است حاوی بیش از یک آنالیت باشند.

۵. سرنگ‌های ۵ میلی‌لیتری و ۵۰، ۱۰۰ و ۱۰ میلی‌لیتری برای ساخت محلول‌های استاندارد و تزریق GC ۶. بالون‌های حجمی ۵۰۰، ۱۰ و ۲ میلی‌لیتری. ۷. گیره ۸. ویال پیچی GC ۹. حمام تمیز کننده اولتراسونیک کوچک.	ب. محلول اسپایک SS-0.1: یک میلی‌لیتر از محلول SS-1 را با تولوئن تا ۱۰ میلی‌لیتر رقیق کنید. ۷. گازهای تصفیه شده (خالص): هلیوم، هیدروژن، هوای خشک، نیتروژن و اکسیژن (در صورت نیاز بوسیله آشکارساز) * احتیاط‌های ویژه را ببینید.
نمونه برداری ۱. تمامی پمپ‌های نمونه برداری فردی را با حضور نمونه بردار موردنظر کالیبره کنید. ۲. نمونه بردار را با لوله‌های قابل انعطاف به پمپ نمونه برداری فردی وصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی، درحالی که انتهای بزرگ آن به سمت پایین است، در ناحیه تنفسی کارگر قرار گیرد، به گونه‌ای که مانع عملکرد فرد نشود [۱۲]. ۳. نمونه برداری را با دبی مشخص بین ۰.۲ تا ۱ لیتر در دقیقه برای حجم نمونه ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر، انجام دهید. ۴. هر دو انتهای نمونه گیر را با درپوش‌های پلاستیکی پوشانید و برای حمل و نقل، به شکل ایمن بسته‌بندی کنید.	
آماده سازی نمونه ۵. درپوش انتهای بزرگ لوله را باز کنید و حلقه نگهدارنده PTFE را بردارید؛ فیلتر و بخش جلویی XAD-2 را به یک ویال ۴ میلی‌لیتری انتقال دهید. لایه فوم پلی اورتان کوتاه را همراه با بخش پشتیبان XAD-2 به ویال ۴ میلی‌لیتری دوم منتقل کنید. ۶. با استفاده از سرنگ ۵ میلی‌لیتری یا پیپت ۲ میلی‌لیتری، به هر ویال ۲ میلی‌لیتر حلال واجذب، همراه با استاندارد داخلی اضافه کنید. درپوش ویال‌ها را ببندید. ۷. اجازه دهید ۳۰ دقیقه بماند، ویال‌ها را تقریباً ۱،۲ اینچ در وان اولتراسونیک به مدت ۳۰ دقیقه غوطه‌ور کنید. به نوبت، ویال‌ها را به مدت ۱ ساعت در شیکر/لرزاننده قرار دهید. ۸. ۱ تا ۱،۵ میلی‌لیتر از هر ویال ۴ میلی‌لیتری را به یک ویال تمیز ۲ میلی‌لیتری GC منتقل کنید. درپوش و برچسب را فراموش نکنید.	
کالیبراسیون و کنترل کیفی ۹. کالیبراسیون را به صورت روزانه و با حداقل شش استاندارد کاری که گستره آنالیز روش را برای آنالیت‌های موردنظر پوشش می‌دهد، انجام دهید. درخصوص نحوه آماده‌سازی محلول‌های اسپایک به روشهای پیشنهادی در جدول ۱۲ مراجعه فرمایید. آ. مقادیر مشخص از محلول اسپایک کالیبراسیون (SS-1 یا SS-0.1 طبق الگوی جدول ۱۲) را به محلول واجذب در بالون‌های حجمی ۲ میلی - لیتری اضافه کنید و تا خط نشانه رقیق کنید. <u>توجه:</u> اگر یک استاندارد داخلی در محلول واجذب گنجانده شده باشد، بایستی دقیقاً ۲ میلی‌لیتر محلول واجذب را در یک بالون حجمی در زیر جریان ملایم نیتروژن تغلیظ نمود تا بتواند حجم تعیین شده از محلول‌های اسپایک را در خود جای دهد. پس از افزودن محلول‌های اسپایک به محلول واجذب با غلظت ملایم، با تولوئن یا تولوئن/استون ۹۰/۱۰ تا خط نشانه ۲ میلی‌لیتری رقیق کنید. ب. یک نمونه شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب غیراسپایک اضافه کنید. ج. همراه با نمونه‌های میدانی، نمونه‌های شاهد میدانی و نمونه‌های کنترل آزمایشگاهی، آنالیز کنید (مرحله ۱۲ و ۱۳). د. نمودار کالیبراسیون (مساحت پیک در مقابل میکروگرم آنالیت)، یا در صورت استفاده از استاندارد داخلی (IS) (مساحت پیک آنالیت/مساحت پیک استاندارد داخلی در مقابل میکروگرم آنالیت) را ترسیم کنید. ۱۰. نمونه‌های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را با هر ست نمونه، در دو نسخه آماده کنید.	

آ. درپوش را از انتهای بزرگ لوله نمونه برداری بردارید، ۳۰ میکرولیتر از محلول اسپایک شده SS-1 (به جدول ۱۳ مراجعه کنید) را روی فیلتر فیبر کوارتز اضافه کنید. درپوش را ببندید و بگذارید حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحاً نمونه‌ها بایستی به محض رسیدن آماده شوند و تا زمان آنالیز با نمونه‌های میدانی ذخیره شوند.

ب. یک نمونه بردار اسپایک نشده را به عنوان شاهد واسطه نمونه بردار (شاهد روش) اضافه کنید.

ج. همراه با نمونه‌های میدانی، نمونه‌های شاهد میدانی و استانداردهای کالیبراسیون مایع آنالیز کنید (مرحله ۱۲ تا ۱۶).

۱۱. در صورت بکارگیری این روش برای سایر ترکیبات ارگانوفسفره، تست حداقل راندمان بازیابی (DE) ممکن است به شرح ذیل انجام شود:

آ. REL ناپوش یا PEL اوشا را بر حسب میلی گرم بر مترمکعب تعیین کنید.

ب. محلول اسپایک SS-1 را آماده کنید (به جدول ۱۲ مراجعه کنید). یا از فرمول‌های زیر که مخصوص محاسبه وزن آنالیت هستند استفاده کنید تا به حجم ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰ برسید.

برای $REL > 1 \text{ mg/m}^3$ (با این فرض که حجم مجموعه ۱۲ لیتر باشد) اجازه دهید $W = REL \times 4 \text{ m}^3$

برای $REL \leq 1 \text{ mg/m}^3$ (با این فرض که حجم مجموعه ۱۲۰ لیتر باشد) اجازه دهید $W = REL \times 40 \text{ m}^3$

W برابر است با جرم (میلی گرم) آنالیت برای حل شدن در ۱۰ میلی لیتر حلال بازیافت.

اجازه دهید $[SS-1] = W/10 \text{ mL}$ که در آن $[SS-1]$ = غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب mg/ml.

ج. محلول اسپایک SS-0.1 را با رقیق کردن ۱ میلی لیتر SS-1 به ۱۰ میلی لیتر در یک بالون حجمی آماده کنید.

اجازه دهید $[SS-0.1] = [SS-1] \times 0.1$ که در این حالت $[SS-0.1]$ برابر است با غلظت محلول اسپایک شده SS-0.1.

د. سه لوله در هر یک از پنج سطح بعلاوه سه بستر شاهد آماده کنید. غلظت در هر سطح را می توان با استفاده از فرمول‌های موجود در آخرین مدخل جدول ۱۲ محاسبه کرد.

i. درپوش پلاستیکی را از انتهای بزرگ نمونه بردار بردارید، حجم مناسبی از محلول اسپایک را بر روی فیلتر فیبر کوارتز طبق جدول ۱۳ اضافه کنید.

ii. درپوش را بگذارید و اجازه دهید نمونه بردار یک شب بماند.

ه. لوله‌ها را برای آنالیز آماده کنید (مرحله ۵ تا ۸).

ی. با استانداردهای مایع آنالیز را انجام دهید (مرحله ۱۲ و ۱۳).

ک. نموداری از راندمان بازیابی (DE) در مقابل میکرو گرم آنالیت تهیه کنید.

گ. معیارهای قابل قبول واجذب برای ۶ تکرار، میانگین بازیابی بیش از ۷۵ درصد با انحراف استاندارد $\pm 9\%$ درصد است.

سنجش

۱۲. کروماتوگراف گازی را مطابق با توصیه‌های سازنده و شرایط ذکر شده در جدول ۶ و در صفحه ۱-۵۶۰۰ تنظیم کنید. مقدار مناسبی از نمونه را به صورت دستی با استفاده از روش شستشوی حلال یا با اوتوسمپلر تزریق کنید. جدول ۷ را برای زمان نگهداری آنالیت‌های انتخاب شده ببینید.

توجه: اگر مساحت پیک بیشتر از محدوده خطی استانداردهای کاری است، با محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید. ضریب ترقیق مناسب را در محاسبات اعمال کنید.

۱۳. مساحت پیک آنالیت و همچنین مساحت استاندارد داخلی را اندازه گیری کنید.

محاسبات

۱۴. جرم آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و پستی (W_b) جاذب نمونه و در بخش جلویی (B_f) و پستی (B_b) جاذب شاهد واسطه نمونه بردار را بر حسب میکرو گرم (تصحیح شده برای DE) تعیین کنید.

توجه: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ باشد نشت آلاینده و احتمال از دست رفتن نمونه را گزارش کنید.

۱۵. غلظت، C، آنالیت (میلی گرم بر متر مکعب) در حجم هوای نمونه برداری شده، V(L) را محاسبه کنید:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}$$

تاییدیه

۱۶. هر زمان که یک آنالیت تشخیص داده شود که هویت آن نامشخص باشد، ممکن است با آنالیز بر روی یک ستون دوم با قطبیت متفاوت، بتوان تاییدیه به دست آورد. اگر آنالیز اولیه با استفاده از یک ستون غیرقطبی یا با قطبیت ضعیف (DB-1 یا DB-5) انجام شده باشد، تأیید باید با آنالیز مجدد روی یک ستون قطبی (DB-1701 یا DB-210) انجام شود. برای تعیین زمان‌های ماند تقریبی برای هر نوع ستون به جدول ۷ مراجعه کنید. آنالیت‌های کمتری در DB-210 نسبت به DB-1701 بطور همزمان شسته می‌شوند. زمان‌های ماند نسبی برای شناسایی آنالیت‌های ناشناخته راحت‌تر است. اگر از تری فنیل فسفات به عنوان ترکیب مرجع زمان ماند استفاده نشود، ممکن است ترکیب مرتبط دیگری مانند تری‌بوتیل فسفات، رونل یا پاراتیون جایگزین شود.

ارزیابی روش

این روش در محدوده‌های مشخص شده در جدول ۵ در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد با استفاده از نمونه‌های هوای ۲۴۰ لیتری مورد ارزیابی قرار گرفت. لوله‌های نمونه‌بردار در رطوبت نسبی ۱۵ و ۸۰ درصد و در دمای ۱۰ درجه سانتیگراد و ۳۰ درجه سانتیگراد آزمایش شدند. در این آزمایش‌ها، اتمسفر آزمایشی تولید نشد. در عوض، آنالیت‌ها در سطح فیلترهای نمونه‌بردار تقویت شدند. این کار با کشیدن هوای مطبوع با سرعت ۱ لیتر در دقیقه به مدت ۴ ساعت انجام شد. هیچ تفاوتی در عملکرد نمونه‌بردار در هیچ یک از این ترکیب‌های دما/رطوبت مشاهده نشد. ارزیابی دقت و پایداری نمونه‌بردار در دمای ۳۰ درجه سانتیگراد و رطوبت نسبی ۱۵ درصد انجام شد. دقت نمونه پری و اندازه گیری کلی، تورش، صحت و میانگین درصد بازیابی پس از ذخیره‌سازی طولانی مدت در جدول ۵ ارائه شده است. پس از ۱۲ ساعت نمونه‌برداری با دبی ۱ لیتر در دقیقه با نمونه‌بردار تقویت شده که معادل ۴ برابر REL نایوش بود، هیچ پیشرفتی مشاهده نشد. مالاتیون و رونل در $1/40 \times$ REL مورد بررسی قرار گرفتند، سولپروفس در $1/20 \times$ REL آزمایش شد (به جدول ۵، یادداشت ۴ مراجعه کنید). همه معیارها [۹] رعایت شد.

منابع

- [1] NIOSH [1987]. Registry of toxic effects of chemical substances. Sweet DV, ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 87-114.
- [2] Budavari, S. ed. [1989]. Merck Index. 11 th ed. Rahway, NJ: Merck and Company.
- [3] Sine C, ed. [1991]. Farm chemicals handbook. Willoughby, OH: Meister Publishing Co.
- [4] OSHA [1987]. Methods: PV2015, PV2027, PV2037, PV2045, PV2071, PV2087, PV2099, PV2105, PV2112, and PV2134. In: OSHA Sampling and analytical methods. Salt Lake City, UT: U.S. Department of Labor, Occupational Safety and Health Administration.
- [5] NIOSH [1992]. Recommendations for occupational safety and health. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 92-100.
- [6] NIOSH [2016]. NIOSH Pocket guide to chemical hazards. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 2010-168c, <http://www.cdc.gov/niosh/npg/>.
- [7] NIOSH [1977]. Methods: P & CAM 158, 295, 336; S208, S209, S210, S280, S285, S295, S296, S299, and S370. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-157-C.
- [8] NIOSH [1984]. Methods 2503, 2504, 5012, and 5514. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH manual of ed. U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 84-100. analytical methods. 3rd
- [9] Kennedy ER, Abell MT, Reynolds J, Wickman D [1993]. A sampling and analytical method for the simultaneous determination of multiple organophosphorus pesticides in air. Am Ind Hyg Assoc J

55(12):1172-1177.

[10] J & W Scientific [1991]. J & W Scientific catalog of high resolution chromatography products. Folsom, CA: J & W Scientific.

[11] Hill RH Jr., Arnold JE [1979]. A personal air sampler for pesticides. Arch Environ Contam Toxicol 8:621-628.

[12] OSHA [1986]. Method 62. In: OSHA Sampling and analytical methods. Salt Lake City, UT: U.S. Department of Labor, Occupational Safety and Health Administration.

[13] NIOSH [1976]. NIOSH criteria for a recommended standard: occupational exposure to malathion. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 76-205.

[14] NIOSH [1976]. NIOSH criteria for a recommended standard: occupational exposure to parathion. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 76-190.

[15] NIOSH [1976]. NIOSH criteria for a recommended standard: occupational exposure to methyl parathion. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77106.

[16] NIOSH [1978]. NIOSH criteria for a recommended standard: occupational exposure during the manufacture and formulation of pesticides. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 78-174.

[17] Federal Working Group on Pest Management [1974]. Occupational exposure to pesticides: report to the federal working group on pest management from the task group on occupational exposure to pesticides. Washington, D.C.: Federal Working Group on Pest Management. Available as from www.ntis.gov as accession no. PB244259

نویسنده روش:

John Reynolds and Donald Wickman, DataChem, Salt Lake City

سلب مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

جدول ۱. فرمول‌ها و شماره‌های ثبت

RTECS ⁽²⁾	CAS No. ^(2,3,4)	فرمول تجربی	MW ⁽¹⁾ (دالتون)	ترکیب (به ترتیب الفبای انگلیسی)
TE1925000	۸۶-۵۰-۰	C ₁₀ H ₁₂ N ₃ O ₃ PS ₂	۳۱۷,۳۲	آزینفوس متیل
TF6300000	۲۹۲۱-۸۸-۲	C ₉ H ₁₁ Cl ₃ NO ₃ PS	۳۵۰,۵۸	کلرپیرفوس
TF3325000	۳۳-۴۱-۵	C ₁₂ H ₂₁ N ₂ O ₃ PS	۳۰۴,۳۴	دiazینون
TC3850000	۱۴۱-۶۶-۲	C ₈ H ₁₆ NO ₅ P	۲۳۷,۱۹	دی‌کروتوفوس
TD9275000	۲۹۸-۴-۴	C ₈ H ₁₉ O ₂ PS	۲۷۴,۳۹	دی سولفوتون
TE4550000	۵۶۳-۱۲-۲	C ₉ H ₂₂ O ₄ P ₂ S ₄	۳۸۴,۴۶	اتیون
TE4025000	۱۳۱۹۴-۴۸-۴	C ₈ H ₁₉ O ₂ PS ₂	۲۴۲,۳۳	اتوپروپ
TB3675000	۲۲۲۲۴-۹۲-۶	C ₁₃ H ₂₂ NO ₃ PS	۳۰۳,۳۶	فنایمیفوس
TA5950000	۹۴۴-۲۲-۹	C ₁₀ H ₁₅ OPS ₂	۲۴۶,۳۲	فونوفوس
WM8400000	۱۲۱-۷۵-۵	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂	۳۳۰,۳۵	مالاتیون
TB4970000	۱۰۲۶۵-۹۲-۶	C ₂ H ₈ O ₂ PS	۱۴۱,۱۲	متمایدوفوس
TG0175000	۲۹۸-۰۰-۰	C ₈ H ₁₀ NO ₅ PS	۲۶۳,۲۰	متیل پاراتیون
GQ5250000	۷۷۸۶-۳۴-۷	C ₇ H ₁₃ O ₆ P	۲۲۴,۱۵	میوینفوس
TC437500	۶۹۲۳-۲۲-۴	C ₇ H ₁₄ NO ₅ P	۲۲۳,۱۷	مونوکروتوفوس
TF4550000	۵۶-۳۸-۲	C ₁₀ H ₁₄ NO ₅ PS	۲۹۱,۲۶	پاراتیون
TD9450000	۲۹۸-۰۲-۲	C ₇ H ₁₇ O ₂ PS ₃	۲۶۰,۳۶	فورات
TG0525000	۲۹۹-۸۴-۳	C ₈ H ₈ Cl ₃ O ₃ PS	۳۲۱,۵۴	رونل
TE4165000	۳۵۴۰۰-۴۳-۲	C ₁₂ H ₁₉ O ₂ PS ₃	۳۲۲,۴۳	سولفروس
TD7740000	۱۳۰۷۱-۷۹-۹	C ₉ H ₂₁ O ₂ PS ₃	۲۸۸,۴۲	تربوفوس

(۱) وزن‌های مولکولی از روی فرمول تجربی و با استفاده از وزن‌های اتمی عناصر IUPAC 1979 محاسبه می‌شوند.

(۲) RTECS همان ثبت اثرات سمی مواد شیمیایی ناپوش است [۱]

(۳) شاخص مرک [۲]

(۴) کتابچه راهنمای مواد شیمیایی مزرعه [۳]

جدول ۲. میزان سمیت و حداکثر میزان مواجهه

NIOSH REL ⁽⁴⁾ (ppm)	NIOSH REL ⁽⁴⁾ (mg/m ³)	OSHA PEL ⁽³⁾ (mg/m ³)	LD50, mg/kg ⁽¹⁾	ترکیب (به ترتیب الفبای انگلیسی)
۰,۰۱۵	۰,۲	۰,۲	۱۱f	آزینفوس متیل
۰,۰۱۴	۰,۲	۰,۲	۱۴۵	کلرپیرفوس
۰,۰۰۸	۰,۱	۰,۱	۲۵۰m, ۲۸۵f	دiazینون
۰,۰۲۶	۰,۲۵	۰,۲۵	۱۶f, ۲۱m	دی‌کروتوفوس
۰,۰۰۹	۰,۱	۰,۱	۲,۳f; ۶,۸m	دی سولفوتون
۰,۰۲۵	۰,۴	۰,۴	۲۷f, ۶۵m	اتیون
			۶۱,۵(2)	اتوپروپ
۰,۰۰۸	۰,۱	۰,۱	۱۹,۴	فنامیفوس
۰,۰۱۰	۰,۱	۰,۱	۳-۱۷(2)	فونوفوس
۰,۷۴۰	۱۵	۱۵	۱۰۰۰	مالاتیون
			۲۵m, ۲۷f	متامیدوفوس
۰,۰۱۹	۰,۲	۰,۲	۱۴m, ۲۴f	متیل پاراتیون
۰,۰۱	۰,۱	۰,۱ پوست	۳,۷f; ۶,۱m	میونفوس
۰,۰۲۷	۰,۲۵	۰,۲۵	۱۷m, ۲۰f	مونو‌کروتوفوس
۰,۰۰۴	۰,۱ پوست	۰,۱	۳,۶f; ۱۳m	پاراتیون
۰,۰۰۵	۰,۱ پوست	۰,۰۵	۱,۱f; ۲,۳m	فورات
۰,۷۶۰	۱۰	۱۵	۱۲۵۰m, ۲۶۳۰f	رونل
۰,۰۷۶	۱	۱	۲۲۷	سولفروس
			۱,۶-۱,۷m, -۱,۵۷ ۱,۳f	تربوفوس

(۱) موش دهانی؛ از شاخص مرک، مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد، f = زن، m = مرد. [۲]

(۲) کتابچه راهنمای مواد شیمیایی مزرعه [۳]

(۳) قانون نهایی OSHA، 1989 (غیر قابل اجرا، ۱۹۹۲)؛ فقط مالاتیون و پاراتیون دارای PELهای قبلی بودند

(۴) توصیه های NIOSH برای ایمنی و بهداشت شغلی [۵]

جدول ۳. ویژگی های فیزیکی^(۱)

ترکیب (به ترتیب الفبای انگلیسی)	چگ الی مایع (g/m L)	mp (°C)	bp (°C @ 1atm)	بخار فشار (پاسکال)	بخار فشار (mmHg)	حلالیت در آب (۲،۳)، درصد (g/100mL) وزنی در ۲۰ درجه سانتیگراد)
آزینفوس متیل	۱،۴۴	۷۳-۷۴	تجزیه می شود	۰،۰۲۴	8x10 ⁻⁹	٪۰،۰۰۳
کلرپیریفوس	۱،۴۰	۴۱-۴۲	۱۶۰ (تجزیه می شود)	۰،۰۰۲۷	2x10 ⁻⁵	٪۰،۰۰۰۲
دیازینون	۱،۱۱۶- ۱،۱۱۸	مایع	>۱۲۰ (تجزیه می شود)	۰،۰۱۹	1.4x10 ⁻⁴	٪۰،۰۰۴
دیکروتوفوس	۱،۲۱۶	مایع	۴۰۰	۰،۰۱۳	0.0001	قابل حل
دی سولفوتون	۱،۱۴۴	روغن	نقطه °C ۱۸۰ اشتعال	۰،۰۲۶۷	0.0002	٪۰،۰۰۰۳ (۲۲،۷ °C)
اتیون	۱،۲۲۰	۱۲- تا ۱۳-	>۱۵۰ (تجزیه می شود)	۰،۰۰۰۲	1.5x10 ⁻⁶	۰،۰۰۰۱٪
اتوپروپ	۱،۰۹۴	روغن	۸۶-۹۱	۰،۰۴۷	3.5x10 ⁻⁴	٪۰،۰۷۵
فنامیفوس	۱،۰۱۵	۴۹	تجزیه می شود	۰،۰۰۰۱۲	5x10 ⁻⁵	٪۰،۰۰۳
فونوفوس	۱،۱۶	۳۰	۱۳۰	۰،۰۰۳ (۲۵ °C)	-	٪۰،۰۰۱
مالاتیون	۱،۲۳	۲،۹	۶۰ (۴) (تجزیه می شود)	۰،۰۰۵	4x10 ⁻⁵	٪۰،۰۰۲
متامیدوفوس	۱،۳۱	۴۴	-	۰،۰۰۲	3x10 ⁻⁴	-
متیل پاراتیون	۱،۳۵۸	۳۷-۳۸	<۱۲۰ (تجزیه می شود)	۰،۰۰۰۲	7.5x10 ⁻⁶	٪۰،۰۰۰۶ (۲۵ °C)
میوینفوس	۱،۲۵(۵)	۲۰،۶(۵)	۳۰۰(۵) (تجزیه می شود)	۰،۴	3x10 ⁻³	قابل حل
مونوکروتوفوس	۱،۳	۵۳-۵۴(۶)	۱۲۵	۰،۰۰۰۳	7x10 ⁻⁶	قابل حل
پاراتیون	۱،۲۶	۶	۳۷۵	۰،۰۰۵	3.78x10 ⁻⁵	٪۰،۰۰۱
فورات	۱،۱۵۶	مایع	۱۱۸-۱۲۰	۰،۱۱	8.4x10 ⁻⁴	٪۰،۰۰۵
رونل	۱،۴۹(۷)	۴۱	تجزیه می شود	۰،۱	8x10 ⁻⁴	٪۰،۰۰۰۴ (۲۵ °C)
سولفروس	۱،۲۰	۱،۲۰	۲۱۰	<۰،۰۰۰۱	<10 ⁻⁶	کم
تریوفوس	۱،۱۰۵	۱،۱۰۵	نقطه اشتعال °C ۸۸	۰،۰۳۴۶	2.6x10 ⁻⁴	۰،۰۰۰۵

- (۱) از شاخص مرک، مگر اینکه طور دیگری ذکر شده باشد [۲].
- (۲) کتابچه راهنمای مواد شیمیایی مزرعه [۳].
- (۳) راهنمای جیبی نایوش [۶].
- (۴) ویرایش چهارم روش ۵۰۱۲ نایوش (EPN، مالاتیون، پاراتیون) [۸].
- (۵) ویرایش چهارم روش ۲۵۰۳ نایوش برای میوینفوس [۸].
- (۶) ۵۴-۵۵ درجه سانتی گراد برای مواد خالص، ۲۵-۳۰ درجه سانتی گراد برای ترکیبات تجاری.
- (۷) ویرایش دوم روش نایوش برای رونل S299 [۷].

جدول ۴. مترادف ها

ترکیب (به ترتیب الفبای انگلیسی)	اسامی دیگر ^(۲)	نام CAS ^(۳،۴)
آزینفوس متیل	گوتیون*	O,O-dimethyl S-[(4-oxo-1,2,3-benzotriazin-3(4H)-yl)methyl] phosphorodithioate
کلرپیرفوس	دوربان*	O,O-diethyl 0-(3,5,6-trichloro-2-pyridinyl) ester
دیازینون	اسپکتراساید*	O,O-diethyl 0-[6-methyl-2-(1-methylethyl)-4-pyrimidinyl] phosphorodithioate
دیکروتوفوس	بیدرین*	2-dimethyl-cis-2-dimethylcarbamoyl-1-methylvinyl phosphate
دی سولفوتون	دی سیستون*	O,O-diethyl S-[2-(ethylthio)ethyl] phosphorodithioate
اتیون		S,S'-methylene, O,O,O,O'-tetraethyl ester, O,O,O'-O'-Tetra ethyl S,S'-methylene di-phosphorodithioate ⁽⁴⁾
اتوپروپ	پروفوس*	Phosphorodithioic acid, 0-ethyl S,S-dipropyl ester
فنامیفوس	نماکور*، فونامیفوس ^(۱)	Ethyl-3-methyl-4-(methylthio) phenyl (1-methylethyl) phosphoramidate
فونوفوس	دیفونات*	O-ethyl, S phenyl ethyl phosphorodithioate
مالاتیون	سیتیون*	S-[1,2 bis(ethoxycarbonyl)ethyl] O,O-dimethyl-phosphorodithioate; Diethyl(dimethoxyphosphinothioylthio) succinate
متامیدوفوس	مانیتور*	Phosphoramidothioic acid, O,S-dimethyl ester
متیل پاراتیون	متیل پاراتیون ^(۱)	Phosphorothioic acid, O,O-dimethyl 0-[4-nitrophenyl] ester
میوینفوس	فسدرین*	Methyl-3(dimethoxyphosphinyloxy)but-2-enoate 2-methoxy carbonyl-1-methylvinyl dimethyl phosphate
مونوکروتوفوس	آزودرین* مونوکرون	Dimethyl [1-methyl-3-(methylamino)-3-oxo-1-propenyl] ester ⁽⁴⁾
پاراتیون	اتیل پاراتیون ^(۱)	O,O-diethyl 0-(4-nitrophenyl) phosphorodithioate
فورات	تیمت*	Phosphorodithioic acid, O,O-diethyl S-[(ethylthio) methyl] phosphorodithioate
رونل	فنکلرفوس ^(۱)	O,O-dimethyl O-(2,4,5-trichlorophenyl) ester
سولفروس	بالستر*	O-ethyl 0-[4-(methylthio) phenyl] S-propyl phosphorodithioate ⁽⁴⁾
تریوفوس	کانتر*	O,O-diethyl S-[[1,1-dimethylethyl] thio] methyl ester ⁽⁴⁾

(۱) نام رایج همانطور که در کتابچه راهنمای مواد شیمیایی مزرعه [۳] آمده است.

(۲) * نام تجاری (علامت تجاری یا نام ثبت شده) همانطور که در کتابچه راهنمای مواد شیمیایی مزرعه [۳] آمده است.

(۳) منبع، شاخص مرک [۲].

(۴) [1] NIOSH RTECS یا نام جایگزین CAS در شاخص مرک [2].

جدول ۵. روش ارزیابی^(۱)

ترکیب (به ترتیب الفبای انگلیسی)	محدوده مورد مطالعه (۲) (mg/m ³)	محدوده مورد مطالعه (۲) (میلی گرم/نمونه)	صحت	میانگین بیاس	دقت کل S_{RT}	دقت اندازه گیری S_r	درصد بازیابی در ۳۰ روز در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد (0 °C)
آزینفوس متیل	۰,۰۲-۰,۴	۰,۰۰۴۸-۰,۰۹۶	$\pm 0,178$	-۰,۰۳۸	۰,۰۷۰	۰,۰۳۰	۹۷ (۱۰۵)
کلرپیریفوس	۰,۰۲-۰,۴	۰,۰۰۴۸-۰,۰۹۶	$\pm 0,163$	-۰,۰۲۷	۰,۰۶۸	۰,۰۱۸	۹۲ (۹۰)
دiazینون	۰,۰۱-۰,۲	۰,۰۰۲۴-۰,۰۴۸	$\pm 0,162$	-۰,۰۳۲	۰,۰۶۸	۰,۰۲۰	۹۴ (۹۳)
دی‌کروتوفوس	۰,۰۲۵-۰,۵	۰,۰۰۶-۰,۱۲۰	$\pm 0,169$	-۰,۰۳۷	۰,۰۶۶	۰,۰۲۵	۸۹ (۹۲)
دی سولفوتون	۰,۰۱-۰,۲	۰,۰۰۲۴-۰,۰۴۸	$\pm 0,196$	-۰,۰۶۴	۰,۰۶۶	۰,۰۲۴	۸۷ (۸۹)
اتیون	۰,۰۴-۰,۸	۰,۰۰۹۶-۰,۱۹۲	$\pm 0,165$	-۰,۰۲۹	۰,۰۶۸	۰,۰۱۸	۹۶ (۹۵)
اتوپروپ	۰,۰۱-۰,۲	۰,۰۰۲۴-۰,۰۴۸	$\pm 0,157$	-۰,۰۲۵	۰,۰۶۶	۰,۰۲۴	۹۷ (۹۳)
فنامیفوس	۰,۰۱-۰,۲	۰,۰۰۲۴-۰,۰۴۸	$\pm 0,155$	-۰,۰۲۹	۰,۰۶۳	۰,۰۲۲	۹۴ (۹۶)
فونوفوس	۰,۰۱-۰,۲	۰,۰۰۲۴-۰,۰۴۸	$\pm 0,168$	-۰,۰۳۶	۰,۰۶۶	۰,۰۲۳	۹۵ (۹۲)
مالاتیون	۰,۰۲۵-۰,۵	۰,۰۰۶-۰,۱۲۰	$\pm 0,172$	-۰,۰۳۸	۰,۰۶۷	۰,۰۱۹	۹۳ (۹۳)
متامیدوفوس	۰,۰۲-۰,۴	۰,۰۰۴۸-۰,۰۹۶	$\pm 0,156$	-۰,۰۱۸	۰,۰۶۹	۰,۰۲۶	۸۸ (۹۵)
متیل پاراتیون	۰,۰۲-۰,۴	۰,۰۰۴۸-۰,۰۹۶	$\pm 0,160$	-۰,۰۳۴	۰,۰۶۳	۰,۰۱۸	۹۵ (۹۵)
میوینفوس	۰,۰۱-۰,۲	۰,۰۰۲۴-۰,۰۴۸	$\pm 0,170$	-۰,۰۴۲	۰,۰۶۷	۰,۰۲۸	۸۹ (۹۱)
مونوکروتوفوس	۰,۰۲۵-۰,۵	۰,۰۰۶-۰,۱۲	$\pm 0,185$	-۰,۰۴۳	۰,۰۷۱	۰,۰۲۶	۸۸ (۹۲)
پاراتیون	۰,۰۰۵-۰,۱	۰,۰۰۱۲-۰,۰۲۴	$\pm 0,163$	-۰,۰۱۲	۰,۰۷۱	۰,۰۱۹	۹۲ (۹۲)
فورات	۰,۰۰۵-۰,۱	۰,۰۰۱۱۲-۰,۰۲۴	$\pm 0,202$	-۰,۰۷۰	۰,۰۶۶	۰,۰۲۵	۹۱ (۹۱)
رونل	۰,۰۲۵-۰,۵	۰,۰۰۶-۰,۱۲۰	$\pm 0,172$	-۰,۰۴۰	۰,۰۶۶	۰,۰۱۸	۹۵ (۹۴)
سولفروس	۰,۰۱-۰,۲	۰,۰۰۲۴-۰,۰۴۸	$\pm 0,181$	-۰,۰۴۷	۰,۰۶۷	۰,۰۱۷	۹۴ (۹۴)

تریوفوس	۰,۰۱-۰,۰۲	۰,۰۰۲۴-۰,۰۴۸	±۰,۱۸۸	-۰,۰۵۴	۰,۰۶۷	۰,۰۲۲	۹۲ (۹۱)
---------	-----------	--------------	--------	--------	-------	-------	---------

(۱) گزارش داده های پشتیبان [۹]

(۲) محدوده های مورد مطالعه ۱۰/۱ تا ۲ برابر NIOSH REL (به جز موارد ذکر شده) با استفاده از دبی ۱ لیتر در دقیقه بود. بیش از ۴ ساعت زمان نمونه برداری.

(۳) NIOSH REL یا OSHA PEL موجود نیست. از ۰,۱ میلی گرم بر متر مکعب استفاده شده است.

(۴) مالاتیون و رونل در ۴۰۰/۱ تا ۲۰/۱ NIOSH REL، Sulprofos در ۲۰۰/۱ تا ۱۰/۱ NIOSH REL مورد مطالعه قرار گرفتند.

(۵) NIOSH REL یا OSHA PEL موجود نیست. از ۰,۲ میلی گرم بر متر مکعب استفاده شده است.

(۶) داده های داخل پراتنز بیانگر درصد بازیابی در ۳۰ روز در دمای ۰ درجه سانتیگراد است.

جدول ۶. ستون ها و شرایط کروماتوگرافی گازی توصیه شده^(۱)

DB-210(2)	DB-1701(2)	DB-5(2)	DB-1(2)	
در حد متوسط	در حد متوسط	ضعیف	غیر قطبی	قطبیت فاز ثابت
۳۰	۳۰	۳۰	۳۰	طول (متر)
۰,۳۲	۰,۳۲	۰,۳۲	۰,۳۲	قطر داخلی. (میلی متر)
۰,۲۵	۱,۰	۱,۰	۰,۲۵	ضخامت فیلم (میلی متر)(۴)
۱	۱	۱	۱	حجم تزریق (μL)(۵)
SPL	DIR	DIR	SPL	حالت تزریق (۶)
۱۰۰	۱۲۵	۱۲۵	۱۰۰	دمای اولیه فر (درجه سانتی گراد)
۲۵۰	۲۷۵	۲۷۵	۲۷۵	دمای نهایی فر (درجه سانتی گراد) (۶)
۲۴۰/۲۶۰	۲۸۰	۳۲۵	۳۲۵	حداکثر دمای توصیه شده فر (درجه سانتی گراد) (۷)
۳,۰	۴,۰	۴,۰	۳,۰	برنامه دمای فر (درجه سانتیگراد بر دقیقه)
۱۵	۱۵	۱۵	۱۵	فشار گاز حامل اصلی (psi)

(۱) شرایط واقعی ممکن است بسته به ستون و اهداف تحلیلی متفاوت باشد.

(۲) ستون مویرگی سیلیس ذوب شده عریض

(۳) DB-1، 100٪ متیل سیلیکون؛ DB-5، 5٪ فنیل، متیل سیلیکون؛ DB-1701، 14٪ سیانوپروپیل فنیل، متیل سیلیکون؛ DB-210.

50٪ تری فلوروپروپیل، متیل سیلیکون. DB-1 غیر قطبی است، DB-5 قطبی ضعیف است، و DB-1701 و DB-210 فازهای

قطبی نسبتاً قوی هستند. فازهای معادل قابل قبول می باشد. سایر انواع فاز نیز ممکن است به خوبی کار کنند.

(۴) ضخامت فیلم(لایه): لایه های نازک تر جداسازی سریع تری را در دماهای پایین تر ایجاد می کنند و پایداری آنالیت را افزایش می دهند.

(۵) تزریق (حجم): از پورتهای تزریق خطی با قطر داخلی ۲ میلی متر برای تزریق های ۰,۵ میلی لیتری و از پورت های تزریق خطی با قطر

داخلی ۴ میلی متر برای تزریق های ۱ تا ۲ میلی لیتری در ستونهای مویرگی با قطر داخلی ۰,۳۲ میلی متر استفاده کنید.

(۶) تزریق (حالت): SPL = حالت بدون شکاف، دمای اولیه فر ۵ تا ۱۰ درجه سانتی گراد کمتر از نقطه جوش حلال بازبایی. DIR = حالت

مستقیم، دمای اولیه کوره بزرگتر از نقطه جوش حلال باز یافت. OC = روی ستون، نمونه بجای تزریق در پورت خطی در لومن ستون

تزریق می شود. در حالت های تزریق بدون شکاف و مستقیم، زمان اسپلش آف (جدا سازی) باید ۶۰ ثانیه برای تزریق های ۱ تا ۲

میکرولیتری با پورت های تزریق خطی با قطر داخلی ۴ میلی متر و ۲۰ تا ۳۰ ثانیه برای تزریق های ۰,۵ میکرولیتری با پورت های تزریق

خطی با قطر داخلی ۲ میلی متر باشد.

(۷) کاتالوگ علمی J & W در خصوص محصولات کروماتوگرافی با وضوح بالا، ص. ۲۱. [۱۰]

جدول ۷. زمان نگهداری تقریبی (RT) ترکیبات آلی فسفره منتخب بر روی ستون های موبیرگی^(۱،۲)

DB-210 RT (دقیقه)	DB-1701 RT (دقیقه)	DB-5 RT (دقیقه)	DB-1 Elution T, °C(4)	DB-1 RRT(3)	DB-1 RT (دقیقه)	ترکیب (براساس در DB-1) RT
۷,۸۸	۷,۱۸(B)	۵,۴۷	۱۱۱	۰,۱۲۸	۳,۷۱	TEPP
۴,۹۳	۷,۱۴(B)	۶,۳۴	۱۱۳	۰,۱۰۷	۴,۳۷	تری اتیل فسفروتیوات
۱۲,۰۳	۱۳,۶۱	۷,۶۴	۱۱۵	۰,۱۲۵	۵,۱۲	متامیدوفوس
۱۰,۵۴	۱۰,۶۷	۸,۲۴	۱۱۷	۰,۱۴۲	۵,۸۱	دیکلرووس
۱۹,۲۰	۱۶,۶۹	۱۲,۹۲	۱۳۱	۰,۲۵۶	۱۰,۴۵	میوینفوس
۲۰,۱۰	۲۱,۵۲	۱۹,۰۹	۱۵۱	۰,۴۲۰	۱۷,۱۵	اتوپروپ
۲۱,۴۶(H)	۲۳,۱۷(C)	(۶)	۱۵۳	۰,۴۳۱	۱۷,۶۱	نالد
۳۱,۴۳	۲۵,۸۴(E)	۱۹,۹۴	۱۵۴	۰,۴۴۰	۱۸,۰۰	دیکروتوفوس
۳۱,۶۰	۲۸,۱۱	۲۰,۱۲	۱۵۵	۰,۴۴۷	۱۸,۲۷	مونوکروتوفوس
۲۱,۱۱	۲۳,۰۹(C)	(۶)	۱۵۷	۰,۴۶۶	۱۹,۰۶	سولفوتپ
۱۸,۹۲	۲۳,۱۰(C)	۲۰,۹۴	۱۵۸	۰,۴۶۹	۱۹,۱۸	فورات
۲۹,۳۳(I)	(۶)	۲۱,۸۴	۱۵۸	۰,۴۷۶	۱۹,۴۴	دایمتوات
۲۴,۹۷	۲۵,۰۶(D)	۲۱,۷۰	۱۶۰	۰,۴۹۳	۲۰,۱۵	دمتون-اس
۲۳,۴۶	۲۵,۰۶(F)	۲۳,۰۴	۱۶۴	۰,۵۲۱	۲۱,۳۰	دیوکساتیون
۲۲,۲۰	۲۵,۸۷(E)	۲۳,۵۷	۱۶۶	۰,۵۳۹	۲۲,۰۴	فونوفوس
۲۱,۵۲(H)	۲۵,۰۲(D)	۲۳,۸۰	۱۶۸	۰,۵۴۴	۲۲,۲۲	تربوفوس
۲۲,۷۸	۲۶,۴۳(F)	۲۴,۱۹	۱۶۹	۰,۵۶۵	۲۳,۰۹	دی سولفوتون
۲۰,۹۹	۲۵,۰۰(D)	۲۳,۷۵	۱۷۰	۰,۵۷۲	۲۳,۳۷	دیازینون
۳۳,۲۱	۳۱,۳۷	۲۶,۴۸	۱۷۶	۰,۶۲۱	۲۵,۳۷	متیل پاراتیون
(۶)	(۶)	(۶)	۱۷۹	۰,۶۳(۵)	۲۶(۵)	اکسیدمتون متیل
۲۶,۲۷	۲۹,۳۰	۲۷,۳۹	۱۸۱	۰,۶۵۷	۲۶,۸۶	رونل
۲۶,۷۷	۲۹,۷۲	۲۷,۹۰	۱۸۴	۰,۶۸۸	۲۸,۱۳	پیریمیفوس متیل
۳۳,۰۸(J)	۳۱,۷۸(G)	۲۸,۳۳	۱۸۶	۰,۶۹۸	۲۸,۵۳	مالاتیون
۳۵,۲۹(I)	۳۱,۷۸(G)	۲۸,۹۳	۱۸۶	۰,۷۰۳	۲۸,۷۴	فنتیون
۲۵,۶۰	۳۳,۲۸	۲۹,۱۰(A)	۱۸۷	۰,۷۰۹	۲۸,۹۸	پاراتیون
۲۷,۷۲	۳۰,۷۹	۲۹,۱۰(A)	۱۸۷	۰,۷۱۲	۲۹,۱۱	کلرپیریفوس
۳۵,۳۴	۳۴,۰۰	۲۹,۵۴	۱۸۹	۰,۷۲۵	۲۹,۶۴	کروفومات
۳۳,۰۲(J)	۳۳,۸۱	۳۱,۱۷	۱۹۶	۰,۷۸۰	۳۱,۹۱	ایزوفنفوس
۳۷,۰۱	۳۵,۹۶	۳۲,۶۰	۲۰۰	۰,۸۱۴	۳۳,۲۶	تتراکلروینفوس
۳۸,۹۵	۳۷,۱۴	۳۳,۰۳	۲۰۲	۰,۸۳۴	۳۴,۰۹	فنامیفوس
۲۳,۸۹	۳۰,۵۷	(۶)	۲۰۶	۰,۸۶۱	۳۵,۱۹	مرفوس
۴۶,۹۸	۴۲,۴۱	۳۵,۷۸	۲۱۰	۰,۸۹۶	۳۶,۶۱	فنسولفوتیون
۳۷,۹۶	۳۹,۳۰	۳۶,۳۰	۲۱۴	۰,۹۲۷	۳۷,۸۸	اتیون
۳۷,۱۱	۳۹,۵۴	۳۶,۹۶	۲۱۶	۰,۹۴۲	۳۸,۴۹	سولپروفوس
(۶)	(۶)	۳۹,۰۶	۲۲۳	۱,۰۰۰	۴۰,۸۸	تری فنیل فسفات
۴۷,۱۳	۴۷,۸۳	۴۱,۰۶	۲۲۸	۱,۰۴۳	۴۲,۶۴	EPN

آزینفوس متیل	۴۴,۱۶	۱,۰۸۰	۲۳۲	۴۳,۶۷	(۷)	۴۹,۲۴
لپتوفوس	۴۵,۱۲	۱,۱۰۴	۲۳۵	۴۳,۹۱	۴۷,۳۸	۴۱,۶۸
آزینفوس اتیل	۴۶,۵۵	۱,۱۳۹	۲۴۰	۴۶,۵۰	۴۷,۴۳	۵۰,۴۰
کومافوس	۴۹,۳۱	۱,۲۰۶	۲۴۸	۵۰,۱۰	۶۷,۸۶	۶۰,۸۸

(۱) زمان‌های ماندگاری واقعی (RT) با ستون‌ها و شرایط کروماتوگرافی متفاوت است. برای یادداشت کردن عملکرد کروماتوگرافی به جدول ۱۰ مراجعه کنید. اطلاعات از گزارش داده‌های پشتیبان گرفته شده است [۹].

(۲) شرایط ستون مویرگی در جدول ۶ ارائه شده است. مجموعه پیک‌های هم‌شستشو یا تقریباً هم‌شستشو با حروف ((A), (B), (C), (D), (E), (F), (G), (H), (I) و (J) مشخص می‌شوند.

(۳) زمان نگهداری نسبی، نسبت به تری فنیل فسفات محاسبه شده است.

(۴) دمای شستشو (درجه سانتی‌گراد) برای ستون DB-1 (جدول ۶ را برای شرایط ستون ببینید).

(۵) قله عریض و دنباله دار.

(۶) اطلاعاتی وجود ندارد.

(۷) شستشو نداد.

جدول ۸. محدوده کاری قابل اجرا

ترکیب	محدوده کاری جوی (1)(mg/m3)	محدوده کاری جوی (2)(ppm)	محدوده کاری نمونه (میکروگرم/نمونه) (۳)	محدوده کاری ابزار (ng روی ستون) (۴)
آزینفوس متیل	۰,۰۲-۰,۶	۰,۰۰۱۵ - ۰,۰۴۶	۲,۴ تا ۷۲	۱,۲-۳۶
کلرپیرفوس	۰,۰۲-۰,۶	۰,۰۰۱۴ - ۰,۰۴۲	۲,۴ تا ۷۲	۱,۲-۳۶
دیازینون	۰,۰۱-۰,۳	۰,۰۰۰۸ - ۰,۰۲۴	۱,۲ تا ۳۶	۰,۶-۱۸
دی‌کروتوفوس	۰,۰۲۵-۰,۷۵	۰,۰۰۲۶ - ۰,۰۷۷	۳,۰ تا ۹۰	۱,۵-۴۵
دی سولفوتون	۰,۰۱-۰,۳	۰,۰۰۰۹ - ۰,۰۲۷	۱,۲ تا ۳۶	۰,۶-۱۸
اتیون	۰,۰۴-۱,۲	۰,۰۰۲۵ - ۰,۰۷۶	۴,۸ تا ۱۴۴	۲,۴-۷۲
اتوپروپ	۰,۰۱-۰,۳	۰,۰۰۱۰ - ۰,۰۳۰	۱,۲ تا ۳۶	۰,۶-۱۸
فنامیفوس	۰,۰۱-۰,۳	۰,۰۰۰۸ - ۰,۰۲۴	۱,۲ تا ۳۶	۰,۶-۱۸
فونوفوس	۰,۰۱-۰,۳	۰,۰۰۱۰ - ۰,۰۳۰	۱,۲ تا ۳۶	۰,۶-۱۸
مالاتیون	۱,۰-۳۰	۰,۰۷۴ - ۲,۲	۱۲ تا ۳۶۰ (۵)	۶-۱۸۰ (۵)
متامیدوفوس	۰,۰۲-۰,۶	۰,۰۰۳۵ - ۰,۱۰	۲,۴ تا ۷۲	۱,۲-۳۶
متیل پاراتیون	۰,۰۲-۰,۶	۰,۰۰۱۹ - ۰,۰۵۶	۲,۴ تا ۷۲	۱,۲-۳۶
میونفوس	۰,۰۱-۰,۳	۰,۰۰۱۱ - ۰,۰۳۳	۱,۲ تا ۳۶	۰,۶-۱۸
مونوکروتوفوس	۰,۰۲۵-۰,۷۵	۰,۰۰۲۷ - ۰,۰۸۲	۳,۰ تا ۹۰	۱,۵-۴۵
پاراتیون	۰,۰۰۵-۰,۱۵	۰,۰۰۰۴ - ۰,۰۱۳	۰,۶ تا ۱۸	۰,۳-۹
فورات	۰,۰۰۵-۰,۱۵	۰,۰۰۰۵ - ۰,۰۱۴	۰,۶ تا ۱۸	۰,۳-۹
رونل	۱,۰-۳۰	۰,۰۷۶ - ۲,۳	۱۲ تا ۳۶۰ (۵)	۶-۱۸۰ (۵)

سولفروس	۰,۱-۳,۰	۰,۰۰۷۶ - ۰,۲۳	۰,۱۲ تا ۳۶۰	۶-۱۸۰
تربوفوس	۰,۰۱-۰,۳	۰,۰۰۰۸ - ۰,۰۲۶	۱,۲ تا ۳۶	۰,۶-۱۸

(۱) برای پوشش محدوده ۱۰/۱ تا ۳ برابر NIOSH REL.

(۲) برای دمای ۲۵ درجه سانتی گراد و ۷۶۰ میلی متر جیوه (NTP) محاسبه شده است.

(۳) برای حجم جمع آوری ۱۲۰ لیتر (۲ ساعت با دبی ۱ لیتر بر دقیقه، ۴ ساعت با دبی ۰,۵ لیتر بر دقیقه، یا ۱۰ ساعت با دبی ۰,۲ لیتر بر دقیقه) محاسبه شده است.

(۴) بازیابی نمونه در ۲,۰ میلی لیتر حلال و تزریق ۱ میکرولیتر به کروماتوگرافی گازی.

(۵) برای حجم جمع آوری ۱۲ لیتر (۱۲ دقیقه با دبی ۱ لیتر در دقیقه، ۲۴ دقیقه با دبی ۰,۵ لیتر در دقیقه، یا ۱ ساعت با دبی ۰,۲ لیتر در دقیقه) محاسبه شده است.

جدول ۹. محدودیت های تشخیص و حاشیه (حد) حساسیت

ترکیب	LOD تخمینی ابزار (ng بر روی ستون)	LOD تخمینی نمونه (μg/نمونه) (۱)	LOD تخمینی اتمسفر (mg/m ³) (۱)	حد حساسیت (REL/LOD) (۲)
آزینفوس متیل	۰,۰۶	۰,۱۲	۰,۰۰۱۲	۱۶۷
کلرپیریفوس	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	۵۰۰
دiazینون	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	۲۵۰
دی کرو توفوس	۰,۱	۰,۲	۰,۰۰۲	۱۲۵
دی سولفوتون	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	۲۵۰
اتیون	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	۱۰۰۰
اتوپروپ	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	(۳)
فنامیفوس	۰,۰۷	۰,۱۴	۰,۰۰۱۴	۷۱
فونوفوس	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	۲۵۰
مالاتیون	۰,۰۵	۰,۱	۰,۰۰۱	۱۰۰۰۰
متامیدوفوس	۰,۳	۰,۶	۰,۰۰۵	(۳)
متیل پاراتیون	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	۵۰۰
میونفوس	۰,۰۶	۰,۱۲	۰,۰۰۱۲	۸۳
مونوکروتوفوس	۰,۲	۰,۴	۰,۰۰۴	۶۳

پاراتیون	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	۱۲۵
فورات	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	۱۲۵
رونل	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	۲۵۰۰۰
سولفروس	۰,۰۳	۰,۰۶	۰,۰۰۰۵	۲۰۰۰
تربوفوس	۰,۰۲	۰,۰۴	۰,۰۰۰۴	(۳)

(۱) برای حجم جمع آوری ۱۲۰ لیتر (۲ ساعت با دبی ۱ لیتر بر دقیقه، ۴ ساعت با دبی ۰,۵ لیتر بر دقیقه، یا ۱۰ ساعت با دبی ۰,۲ لیتر بر دقیقه) محاسبه شده است.

(۲) REL بر حسب میلی گرم بر متر مکعب (جدول ۲) $\div$ LOD اتمسفر (جدول ۹).

(۳) بدون REL

جدول ۱۰. نکاتی در مورد خصوصیات تجزیه ترکیبات آلی فسفره^(۱,۲)

ترکیب (به ترتیب الفبای انگلیسی)	A- شیمیایی و فیزیکی	B- دفع و انحلال	C- کروماتوگرافی گازی
آزینفوس متیل (گاتیون*)	-	-	۳,۵,۶
آزینفوس اتیل (گاتیون اتیل)	-	-	۵
کلرپیریفوس (درسبان*)	-	-	-
کومافوس (کو-رال*)	-	-	۵
کروفومات (روئلن*)	۱	۱,۴	۱
دمتون (سیستوکس*)	۲,۶	۵	۳
دیازینون (طیف کش*)	-	-	-
دیکلرووس (DDVP، واپونا*)	۷	-	۴
دیکروتوفوس (بیدرین*)	-	-	-
دایمتوات (سایگون*)	۱	۱,۴	۱
دیوکساتیون (دلناو*)	-	-	-
دی سولفوتون (دی-سیستون*)	۲	-	۲
EPN (سانتوکس*)	-	-	۵
اتیون	-	-	-
اتوپروپ (پروفوس*)	-	-	-
فنامیفوس (نماکور*)	۱	۱,۴	۱
فن سولفوتیون (داسانیت*)	۳	۴	-
فنتیون (بایتکس*)	-	۵	-
فونوفوس (دیفونات*)	-	-	-
ایزوفنوس (اوفتانول*)	۱	۱	۱
لپتوفوس (فوسول*)	-	۵	۵

-	۱,۳,۴	-	مالاتیون (سیتیون*)
۲		۴	مرفوس (فولکس*)
۱,۴	۱,۲,۴	۱	متامیدوفوس (مانیتور*)
-	۵	-	متیل پاراتیون (پاراتیون متیل)
۳,۴	۱,۵	۶,۷	میوینفوس (فوسدرین*)
۱	-	۱	مونوکروتوفوس (آزودرین*)
۲	-	۵	نالد (دیبروم*)
۱,۲	-	۳	اکسیدمتون متیل (متاسیستوکس-R)
-	-	-	پاراتیون (اتیل پاراتیون)
۲	-	۲,۷	فورات (تیمت*)
۴	-	-	پیریمیفوس متیل (اکتلیک*)
-	-	-	رونل (فنکلر فوس)
-	-	-	سولفوتپ (TEDP)
-	-	-	سولپروفوس (بولستار*)
۴	۵	۷	TEPP
۲	-	۲	تربو فوس (کانتر*)
-	-	-	تتراکلروینفوس (گاردونا*)
۷	-	-	تریوتیل فسفات
۷	-	-	تری فنیل فسفات

* = نام تجاری، نام ثبت شده یا علامت تجاری (کتابچه راهنمای مواد شیمیایی مزرعه [۳]).

(۱) مشاهدات انجام شده در طول انتخاب و اعتبارسنجی آنالیت های انتخاب شده. [۹]

(۲) به یادداشت های صفحات بعد مراجعه کنید.

جدول ۱۰ ادامه دارد. نکاتی در مورد ویژگی های تحلیلی

A. شیمیایی و فیزیکی

۱. آمید یا فسفورامید، کمی اسیدی، از نظر شیمیایی بسیار قطبی.
۲. آلکیل تیواتر، به راحتی به سولفون و سولفوکسید اکسید می شود.
۳. سولفوکسیدها به راحتی به سولفون اکسید می شوند. همچنین از نظر شیمیایی بسیار قطبی است.
۴. فسفیت، به راحتی در هوا اکسید می شود و به فسفات تبدیل می شود (Merphos به DEF).
۵. دی برومید و پسینیال، به راحتی برم زدایی می شود (Naled to Dichlorvos).
۶. معمولاً دو یا چند ایزومر وجود دارد (مانند Demeton-O و Demeton-S؛ cis و trans-mevinphos).
۷. نسبتاً فرار، اگر بستر یا ویال ها حتی برای مدت کوتاهی بدون درپوش باقی بمانند، می توانند از بین بروند.

کلیات: ترکیبات آلی فسفره به راحتی در شرایط قلیایی خفیف ($\text{pH} \geq 8$) از بین می روند. مقادیر ناچیزی از ترکیبات روی سطوح شیشه ای قلیایی ممکن است از دست برود. در صورت استفاده از مواد شوینده قلیایی، ظروف شیشه ای باید پس از شستشو خنثی شوند.

B. دفع و انحلال

۱. حلالیت محلول های غلیظ در تولوئن با افزودن متانول ۱٪ متانول یا استون ۱۰٪ افزایش می یابد. حلالیت در هگزان حتی برای محلول های رقیق بسیار نامطلوب است.
۲. با تغییر تولوئن از ۱۰۰٪ به ۱۰/۹۰ تولوئن/استون، بازجذب از فیلترهای فایبرگلاس از ۶۲٪ به ۹۸٪ بهبود یافت، بازیابی از فیلترهای الیاف کوارتز از ۳۰٪ به ۱۰۱٪ بهبود یافت.
۳. با تغییر فیلترهای الیاف شیشه ای به فیلترهای الیاف کوارتز، بازجذب در تولوئن از ۱۶٪ به ۸۸٪ و دفع در ۱۰/۹۰ تولوئن/استون از ۷۰٪ به ۹۹٪ بهبود یافت.
۴. این ترکیبات از نظر شیمیایی قطبی تر از سایر ترکیبات ارگانو فسفره ذکر شده هستند. بازیافت از XAD-2 یا فیلترهای فایبرگلاس یا کوارتز در هگزان ناقص یا وجود نداشت. بازیابی در تولوئن به جز آنچه در ۲ و ۳ در بالا ذکر شد، کافی بود. استفاده از تولوئن حاوی ۱۰ درصد استون باعث بهبود بازیابی همه آنالیت ها تا سطوح رضایت بخش شد.
۵. ویژگی های بازیابی این ترکیبات مورد ارزیابی قرار نگرفت.

کلیات:

۱. وجود هیدروژن اسیدی یا اکسیژن با پیوند دوگانه در هر نقطه از ساختار مولکولی، حلالیت در حلال های غیر قطبی را به شدت کاهش می دهد و دشواری بازیابی از سطوح قطبی و جاذب ها را افزایش می دهد.
۲. اگرچه فیلترهای فایبرگلاس و جاذب تولوئن برای اکثر ترکیبات در آزمایشات اولیه کافی بودند، این روش برای ترکیبات قطبی تر با استفاده از فیلترهای الیاف کوارتز و جاذب تولوئن/استون ۱۰/۹۰ کاربرد وسیع تری داشت.
۳. هنگامی که تزریق در تولوئن یا تولوئن/استون ۱۰/۹۰ انجام شد، پاسخ آشکارساز فتومتریک شعله قویتری برای ترکیبات آلی فسفره مشاهده شد. حلال هایی با نقطه جوش پایین تر (مانند متیلن کلرید، کلروفرم، متیل-تی بوتیل اتر و اتیل استات) دارای قدرت دفع مناسب تا خوب بودند، اما پاسخ های کروماتوگرافی گازی رضایت بخشی کمتری را برای آنالیت ها نشان دادند.

C. کروماتوگرافی گازی

۱. کروماتوگرافی ضعیف ممکن است ناشی از ستون ها یا پورت های تزریق کثیف یا غیرفعال شده باشد. پلاگ های پشم کوارتز تمیز که در آستر پورت تزریق شده اند از پشم شیشه سیلانیزه شده در کاهش افت در درگاه تزریق موثرتر هستند.
۲. اگر تخریب یا اکسیداسیون آنالیت ها قبل از تزریق، در درگاه تزریق، یا در حین جداسازی کروماتوگرافی روی ستون اتفاق بیفتد، ممکن است پیک های متعدد، جابجا شده، نامنظم یا با دنباله شدید در کروماتوگرام مشاهده شود.
۳. پیک های متعددی ممکن است به دلیل وجود ایزومرها مشاهده شود.

۴. در زمان شستشوی کوتاه، اگر دمای فر خیلی بالا باشد، ترکیب ممکن است همراه با حلال شسته شود.
۵. در زمان شستشوی طولانی، اگر زمان اجرا خیلی کوتاه باشد، ستون یا پورت تزریق خیلی خنک باشد، همچنین در حالت تزریق بدون شکاف یا تزریق مستقیم، اگر شیر اسپلیت ونت خیلی زود باز شود، ممکن است ترکیب از بین برود.
۶. آزینفوس متیل از DB-1701 شسته نشد، اگرچه آزینفوس اتیل شستشو داه شد.
۷. استانداردهای داخلی بالقوه: در صورت انتظار چندین آنالیت، تری فنیل فسفات مطلوب تر است، زیرا فرار کمتری دارد و در ناحیه ای از کروماتوگرام که آنالیت های رقیب کمتری دارد، شسته می شود.

جدول ۱۱. سایر روش های آنالیز ترکیبات ارگانو فسفره در هوا

مستند	شماره روش	ترکیب / ترکیبات ارگانو فسفره
AEC&T (۱)		کلرپیریفوس، دمتون - O، دمتون - S، دیازینون، دایمتوات، مالاتیون، پاراکسون و پاراتیون
NMAM، ویرایش دوم (۲)	P&CAM ۱۵۸ P&CAM ۲۹۵ P&CAM ۳۳۶ S ۲۰۸ S ۲۰۹ S ۲۱۰ S ۲۸۰ S ۲۸۵ S ۲۹۵ S ۲۹۶ S ۲۹۹ S ۳۷۰	پاراتیون دیکلرووس TEPP (DDVP) تری بوتیل فسفات تری اورتوکرسیل فسفات تری فنیل فسفات دمتون EPN پاراتیون میوینفوس رونل مالاتیون
NMAM، ویرایش چهارم. (۳)	۲۵۰۳ ۲۵۰۴ ۵۰۱۲ ۵۵۱۴	میوینفوس TEPP EPN، مالاتیون و پاراتیون دمتون
OSHA A.M.M. (۴)	۶۲	کلرپیریفوس، دیازینون، پاراتیون، DDVP و مالاتیون

آزینفوس متیل مونوکروتوفوس کومافوس کرومات فونوفوس پیریمیفوس متیل دیکروتوفوس سولپروفوس دی سولفوتن متیل پاراتیون	PV2087 PV2045 PV2134 PV2015 PV2027 PV2071 PV2099 PV2037 PV2105 PV2112	روش‌های تایید شده نسبی OSHA (۵)
---	--	------------------------------------

(۱) هیل و آرنولد . in Arch. Environ. Contam. & Toxicol [۱۱]

(۲) راهنمای روشهای تحلیلی NIOSH، ویرایش دوم، جلد‌های ۱-۷ . [۷]

(۳) راهنمای روش های تحلیلی NIOSH، ویرایش چهارم. [۸]

(۴) کتابچه راهنمای روشهای تحلیلی OSHA [۱۲]

(۵) روش‌های تایید شده نسبی OSHA (رجوع به نام ماده مورد نظر).

جدول ۱۲. غلظت‌های اسپایک برای ترکیبات ارگانو فسفره

ترکیب	مجموع اسپایک (۱) در 1/30 x REL	مجموع میکروگرم اسپایک (۱) در 1/10 x REL	مجموع میکروگرم اسپایک (۱) در 1/3 x REL	مجموع میکروگرم اسپایک (۱) در 1 x REL	مجموع میکروگرم اسپایک (۱) در سه برابر REL	حجم (mL) محلول ذخیره ۱۰ میلی گرم در میلی لیتر مورد نیاز برای تهیه ۱۰ میلی لیتر SS-1
آزینفوس متیل	۰,۸	۲,۴	۸	۲۴	۷۲	۰,۸
کلرپیرفوس	۰,۸	۲,۴	۸	۲۴	۷۲	۰,۸
دیازینون	۰,۴	۱,۲	۴	۱۲	۳۶	۰,۴
دیکروتوفوس	۱,۰	۳	۱۰	۳۰	۹۰	۱,۰
دی سولفوتون	۰,۴	۱,۲	۴	۱۲	۳۶	۰,۴
اتیون	۱,۶	۴,۸	۱۶	۴۸	۱۴۴	۱,۶
اتوپروپ	۰,۴	۱,۲	۴	۱۲	۳۶	۰,۴
فنامیفوس	۰,۴	۱,۲	۴	۱۲	۳۶	۰,۴
فونوفوس	۰,۴	۱,۲	۴	۱۲	۳۶	۰,۴
مالاتیون	۴	۱۲	۴۰	۱۲۰	۳۶۰	۴,۰
متامیدوفوس	۰,۸	۲,۴	۸	۲۴	۷۲	۰,۸
متیل پاراتیون	۰,۸	۲,۴	۸	۲۴	۷۲	۰,۸
میوینفوس	۰,۴	۱,۲	۴	۱۲	۳۶	۰,۴
مونوکروتوفوس	۱,۰	۳	۱۰	۳۰	۹۰	۱,۰
پاراتیون	۰,۲	۰,۶	۲	۶	۱۸	۰,۲

فورات	۰,۲	۰,۶	۲	۶	۱۸	۰,۲
رونل	۴	۱۲	۴۰	۱۲۰	۳۶۰	۴,۰
سولفروس	۴	۱۲	۴۰	۱۲۰	۳۶۰	۴,۰
تربوفوس	۰,۴	۱,۲	۴	۱۲	۳۶	۰,۴
عمومی (برای ۱۲۰ لیتر) (۲,۳)	x/۳۰	x/۱۰	x/۳	x	۳x	۴y

(۱) میکروگرم کل در هر نمونه، برای محیط های اسپایک شده، یا در هر ۲ میلی لیتر محلول بازیافت برای استانداردهای کالیبراسیون مایع.

(۲) که در آن x، میکروگرم/نمونه = REL. میکروگرم/لیتر x 120 لیتر/نمونه؛ و $mg/mL = REL \cdot y$ $mg/m^3 \times 4$

(۳) برای تمام $REL > 1 mg/m^3$ ، از $REL \times 1/10$ در محاسبات استفاده کنید (فرض می کنیم که حجم جمع آوری در این موارد به جای ۱۲۰ لیتر ۱۲ لیتر باشد).

جدول ۱۳. اسپایک نمودن بسترها

سطوح اسپیکینگ (۱) (کسری از REL)	محلول اسپیکینگ	اندازه سرنگ ترجیحی	حجم اسپیکینگ (۲)
۱۰ μL	۵۰ μL	SS-۰,۱	$1/3 \times REL$
۳۰ μL	۵۰ μL	SS-۰,۱	$1/10 \times REL$
۱۰ μL	۵۰ μL	SS-۱	$1/3 \times REL$
۳۰ μL	۵۰ μL	SS-۱	$1 \times REL$
۹۰ μL	۱۰۰ μL	SS-۱	$3 \times REL$

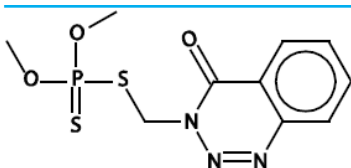
(۱) برای حجم ۱۲۰ لیتری. محدوده مربوط به مقادیر درون ستون «محدوده کاری»، جدول ۸.

(۲) برای آماده سازی استاندارد کالیبراسیون مایع، حجم مشخص شده را به محلول بازیافت ۲ میلی لیتری در بالون ژوژه ۲ میلی

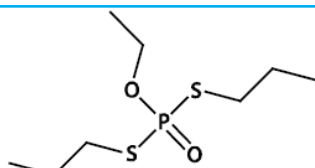
لیتری اضافه کنید. برای نمونه های کنترل آزمایشگاهی که در REL اسپایک شده اند، حجم مشخص شده در ستون «Spiking»

Volume را در قسمت جلویی نمونه گیر اعمال کنید؛ در دو نسخه انجام دهید. برای تعیین راندمان دفع، حجم مشخص شده را

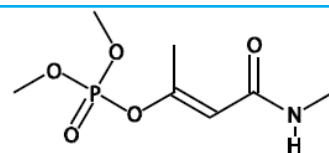
در بخش جلویی نمونه گیر اعمال کنید. هر یک از پنج سطح را در سه تکرار انجام دهید.



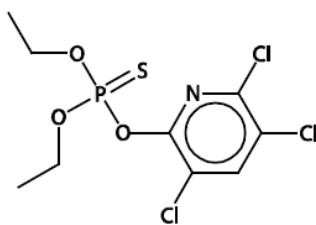
Azinphos methyl



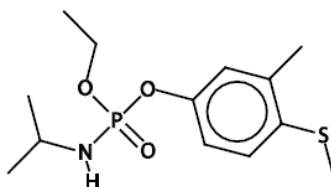
Ethoprop



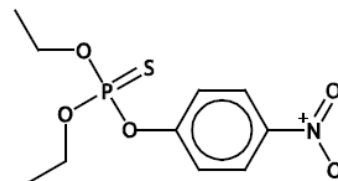
Monocrotophos



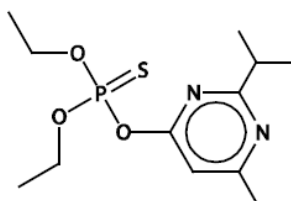
Chlorpyrifos



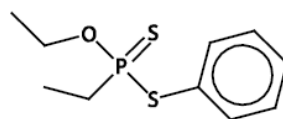
Fenamiphos



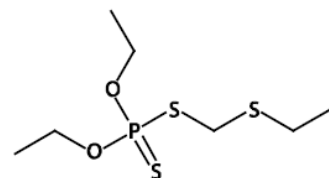
Parathion



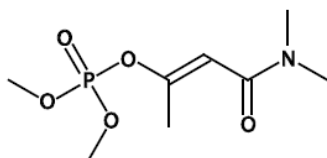
Diazinon



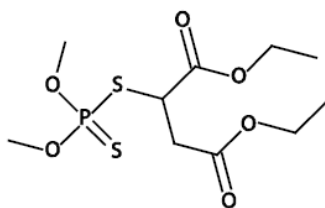
Fonofos



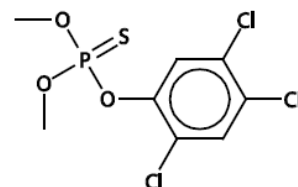
Phorate



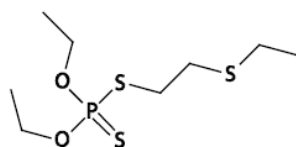
Dicrotophos



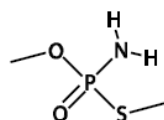
Malathion



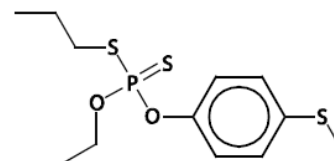
Ronnel



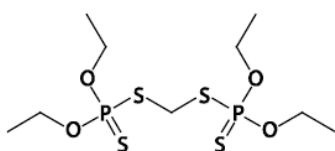
Disulfoton



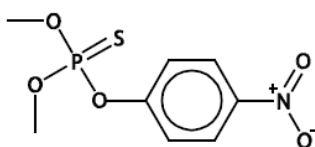
Methamidophos



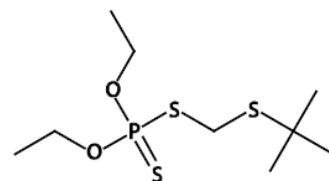
Sulprofos



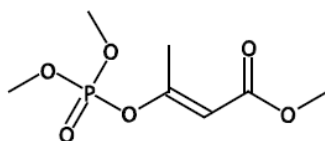
Ethion



Methyl parathion

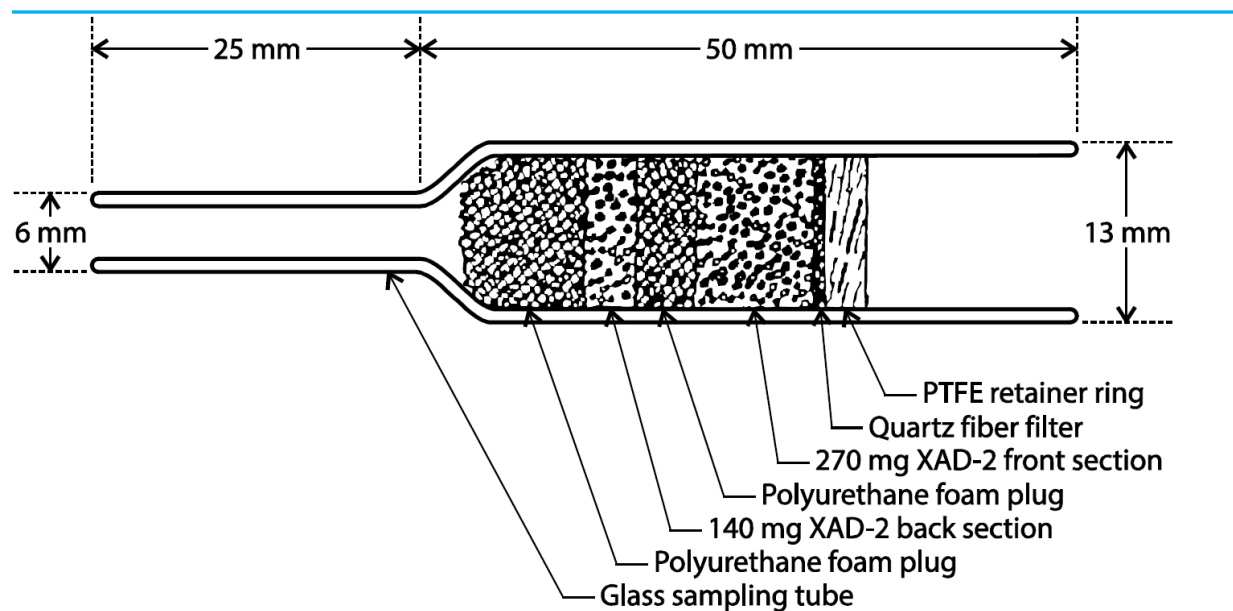


Terbufos

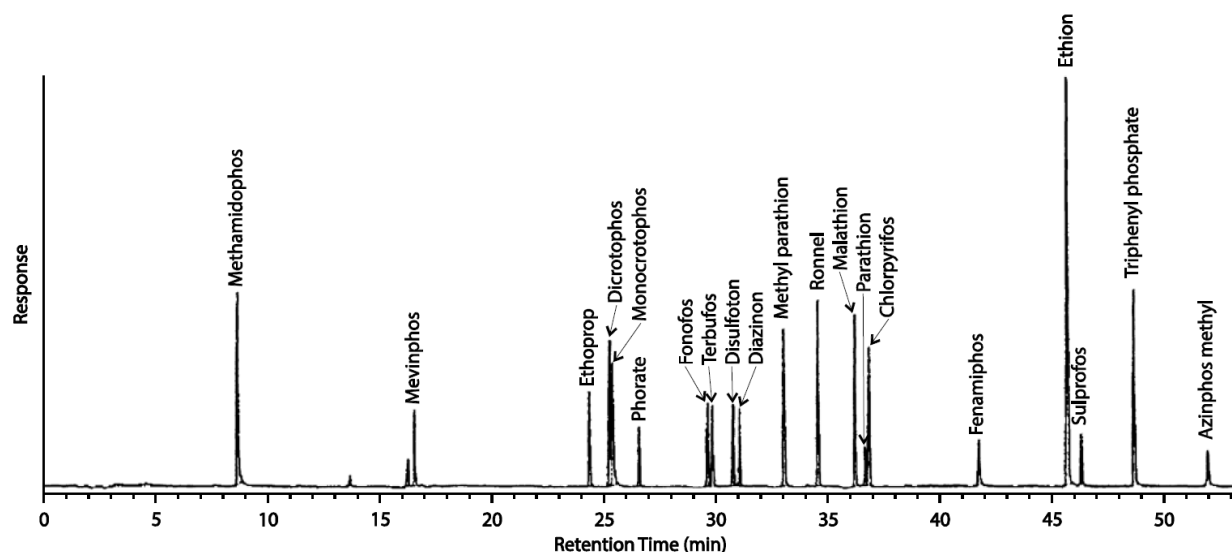


Mevinphos

شکل ۱: ساختار ترکیبات آلی فسفره



شکل ۲: نمونه بردار OVS-2



شکل ۳: کروماتوگرام معمولی ترکیبات آلی فسفر

ستون: موئین، سیلیس ذوب شده؛ به طول ۳۰ متر، قطر داخلی ۰,۳۲ میلی متر، قطر فیلم ۰,۲۵ میکرومتر

برنامه ریزی دمایی: ۸۰ تا ۲۷۵ درجه سانتیگراد، ۳,۰ درجه سانتی گراد در دقیقه

غلظت آنالیت ها: REL X ۰,۶ ناپوش، بجز سولفروس (REL X ۰,۰۶)، و مالاتیون و رونل (هر دو X ۰,۰۰۶)

۱,۸ میکروگرم بر میلی لیتر پاراتیون و فورات

۳,۶ میکروگرم بر میلی لیتر همه دیگر ترکیبات

۷,۲ میکروگرم بر میلی لیتر آزینفوس متیل، کلرپیریفوس، متامیدوفوس و متیل پاراتیون

۹,۰ میکروگرم بر میلی لیتر دیکروتوفوس و مونوکروتوفوس

۱۴,۰ میکروگرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات

۱۴,۴ میکروگرم بر میلی لیتر اتیون

		شماره روش: ۵۶۰۱ تاریخ انتشار: ۲۵-۰۲-۲۰۱۶	
آفت‌کش‌های آلی نیتروژن ORGANONITROGEN PESTICIDES			
CAS: جدول ۱ RTECS: جدول ۱		فرمول شیمیایی: شکل ۱ وزن مولکولی: جدول ۱	
اسامی مترادف: آلدیکارب، بنومیل، کاپتان، کارباریل، کاربن دازیم، کربوفوران، کلروپروپان، دیورون، فورمتانت، متیوکارب، متومیل، اگزامیل، پروفام، پروپکسور، تیوبن کارب ویژگی‌ها: جدول ۱ نوع ارزیابی: کامل			
حدود مجاز مواجهه OSHA: جدول ۱ NIOSH: جدول ۱			
سنجش روش سنجش: HPLC – آشکارساز UV آنالیت: آفت‌کش‌های ارگانونیتروژن (به جدول ۱ مراجعه کنید) استخراج: ۲ میلی‌لیتر محلول استخراج (بافر آبی تری‌اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار با درصد حجمی ۰/۲ درصد در استونیتریل (PH ۶,۹ تا ۷,۱)) حجم تزریق: ۵ میکرولیتر فاز متحرک A: ۲ درصد ۱-پروپانول در محلول آبی ۰,۰۲ مولار تری اتیل آمین فسفات (PH ۶,۹ تا ۷,۱) فاز متحرک B: ۲ درصد ۱-پروپانول در استونیتریل برنامه: فاز متحرک B, ۳ تا ۹۵ درصد در ۳۰ دقیقه، در ۹۵ درصد ۵ دقیقه نگه دارید ستون استخراج: C18, ۳۰ سانتی متر طول و ۳,۹ میلی‌متر قطر داخلی؛ دمای محیط (به جدول ۳ مراجعه کنید) آشکارساز: آشکارساز UV در محدوده ۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر کالیبراسیون: توسط محلول‌های استاندارد آنالیت در مایع جداسازی گستره: به جدول ۲ مراجعه شود حد تشخیص (LOD): به جدول ۲ مراجعه شود دقت روش ($\bar{S}_r$): به جدول ۲ مراجعه شود		نمونه‌برداری نمونه‌بردار: لوله حاوی جاذب جامد/فیلتر (لوله OVS-2: فیلتر الیاف کوارتزی ۱۳ میلی‌متری، با ۲۷۰ میلی‌گرم جاذب XAD-2 در قسمت جلویی و ۱۴۰ میلی‌گرم در بخش عقبی) دبی: ۰,۱ تا ۱ لیتر در دقیقه حداقل حجم نمونه: متغیر است (به جدول ۲ مراجعه کنید) حداکثر حجم نمونه: ۴۸۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمولی ماندگاری نمونه: حداکثر ۳۰ روز در دمای ۱۲- درجه سانتیگراد و ۷ روز در دمای ۲۴ درجه سانتیگراد نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر ست نمونه‌برداری	

احتیاط‌های ویژه	صحت
آفت‌کش‌ها: از استنشاق بخار یا گردوغبار و هم‌منطور تماس پوستی با آفت‌کش‌ها اجتناب کنید. هنگام کار با این مواد از دستکش و لباس مناسب استفاده کنید. <i>حلال‌ها</i> : از تماس پوستی با حلال‌ها خودداری کنید و مراقب باشید در معرض شعله قرار نگیرند و در زیر هود کار کنید. <i>اسید فسفریک</i> : از تماس پوستی خودداری کنید. ان-بوتیل سیانات ممکن است ایجاد حساسیت کند و از تماس پوستی با آن اجتناب کنید.	محدوده مطالعه: (به جدول ۲ رجوع شود) تورش: (به جدول ۲ رجوع شود) دقت کلی (S_{rt}): (به جدول ۲ رجوع شود) صحت: (به جدول ۲ رجوع شود)
کاربرد	
محدوده کاری برای آلدیکارب، کربوفوران و اکسامیل از ۰.۵ تا ۱۰ برابر استاندارد OSHA PEL است (جدول ۲). با انجام رقیق سازی های مناسب میتوان ۰.۱ تا ۲ برابر PEL های OSHA را تحت پوشش قرار داد [۱]. این روش، پس از ارزشیابی، ممکن است برای تعیین سایر ترکیبات ارگانونیتروژن و نیز برای طیف وسیعی از آفت‌کش‌های دارای کروموفورهای UV، مانند استانیلیدها، علف‌کش‌های اسیدی، ارگانوفسفره‌ها، فنل‌ها، پیرتروئیدها، سولفونیل‌اوره‌ها، سولفونامیدها، تری‌آزین‌ها و آفت‌کش‌های اوراسیل کاربرد داشته باشد.	
مداخله‌گرها	
در این روش به دلیل پاسخ وسیع آشکارساز UV در طول موج های کوتاه‌تر، ممکن است مداخله‌گرهای زیادی وجود داشته باشند. مداخله-گرهایی که وجود دارند شامل حلال‌ها (کلروفرم و تولوئن)، آنتی‌اکسیدان‌ها (BHT)، نرم‌کننده‌ها (دی‌الکیل فتالات‌ها)، ترکیبات نیتروژن (نیکوتین و کافئین)، ناخالصی‌های موجود در معرف‌های HPLC (به عنوان مثال در تری اتیل آمین)، سایر آفت‌کش‌ها (D-۲،۴، آترازین، پاراتیون و ...) و محصولات هیدرولیز آفت‌کش (۱-نفтол) هستند. زمان‌های ماندگاری در جدول ۴ آورده شده است. توصیه می‌شود که برای ترکیب‌های مجهول از تکنیک‌های تایید شده استفاده شود.	
روش‌های دیگر	
این متد ممکن است جایگزینی برای روش های قدیمی ارزیابی و اندازه گیری آفت‌کش‌ها باشد: S۲۷۳ کاربایل [۲]؛ ۵۰۰۶ کاربایل [۳]؛ OSHA ۶۳ کاربایل و ۷۴ آلدیکارب [۴]؛ این متدها را سازمان OSHA به منظور استفاده موقت برای چندین آفت‌کش ارائه کرده است [۵]؛ و آژانس حفاظت از محیط زیست ایالات متحده آمریکا روش TO-10 را برای ترکیب کاپتان، فولپت و مکساکاربات آورده است [6]. شکل لوله OVS-2 شبیه به وسیله هیل و آرنولد است [۷] که مزیت‌های این جاذب، راحتی کار با آن و مقاومت کمتر در مقابل جریان هوا است.	
تجهیزات	مواد شیمیایی مصرفی
۱. نمونه‌بردار: نمونه‌بردار چندکاره OSHA (لوله OVS-2) پر شده از رزین که جنس آن شیشه‌ای، با قطر داخلی ۱۱ میلی‌متر و قطر خارجی ۱۳ میلی‌متر با طول ۵۰ میلی‌متر، قسمت خروجی آن دارای قطر ۶ میلی‌متر و طول ۲۵ میلی‌متر طراحی شده است. بخش جلویی لوله حاوی ۲۷۰ میلی‌گرم از جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ است که توسط یک فیلتر الیاف کوارتز با قطر خارجی ۹-۱۰ میلی‌متر و یک حلقه تفلون پلی‌تترافلوروئورواتیلن (PTFE) در محل خود نگه داشته شده است و این قسمت با استفاده از یک لایه نازک از جنس فوم پلی‌اورتان از قسمت عقبی جاذب که حاوی ۱۴۰ میلی‌گرم XAD-2 است جدا می‌شود. بخش عقبی جاذب توسط یک لایه فوم پلی‌اورتان در محل خود نگه داشته می‌شود. این لوله جاذب به صورت تجاری	۱. آنالیت‌های کاربامات، اوره و سولفنامید که در جدول ۱ فهرست شده‌اند. استانداردهای داخلی استانیلید و استوفنون، درجه آنالیز* ۲. استونیتریل، درجه UV* ۳. متانول، درجه HPLC* ۴. آب مقطر دیونیزه، ASTM نوع ۲ ۵. ۱-پروپانول، درجه UV* ۶. ان-بوتیل ایزو سیانات* ۷. تری اتیل‌آمین (TEA)، درجه HPLC*. در دمای ۰ تا ۴ درجه سانتیگراد در یخچال نگهداری شود و برای نگهداری طولانی‌تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد [۸، ۱]. ۸. اسید ارتوفسفریک با درصد وزنی کمتر از ۸۵، با درجه ACS یا بالاتر.

در بازار موجود است. لوله‌های OVS-2 با فیلترهای فایبرگلاس راندمان جداسازی برابر دارند و به صورت تجاری در بازار دسترس هستند. ۲. پمپ نمونه برداری فردی: دبی ۰٫۱ تا ۱ لیتر در دقیقه به همراه لوله رابط قابل انعطاف و بدون اثرات جانبی. ۳. کروماتوگراف مایع با کارایی بالا (HPLC) که قادر به اختلاط دو فاز متحرک در یک گرادین خطی است. باید قابلیت پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi را داشته باشد تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند. ۴. اوتوسمپلر: با قابلیت تزریق ۵ میکرولیتری. در صورت نگهداری در یخچال ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PO₄) در محلول جداسازی حذف شود.** ۵. ستون‌های آنالیز: آ. ستون اولیه: ستون غیرفعال اکتاد سیلسیلیل (C18)، ۳.۹ میلی-متر قطر داخلی، ۳۰۰ میلی-متر طول، سایز ذره ۵ میکرومتر. ب. ستون ثانویه: سیانوپروپیل سیلیکا، ستون ۲۵۰ × ۴٫۶ میلی-متر، سایز ذره ۵ میکرومتر. ۶. ستون محافظ: حاوی مواد ستون آنالیز** ۷. آشکارساز فرابنفش: با یک سلول دارای ورودی به طول ۱ سانتی-متر که قادر به پایش همزمان دو طول موج (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) است. ۸. ویال‌ها: ۴ میلی-لیتر با درپوش پیچی PTFE. ویال‌های نمودگر خودکار ۲ میلی-لیتر HPLC با درپوش‌های پیچی پلی‌اتیلن یا PTFE. ۹. سرنگ: ۰٫۱، ۰٫۵، ۱، ۲، ۵ میلی-لیتری. ۱- یا ۲٫۵ برای فیلتراسیون. ۱۰. بالن ژوژه‌های ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی-لیتری. ۱۱. فیلتر سرنگ جنس PTFE: ۰٫۴۵ میکرومتر ۱۲. انبرک ۱۳. تکان دهنده لوله یا ویال کوچک با قدرت ۵ تا ۱۰ دور در دقیقه. ۱۴. PH متر. ۱۵. سیلندرهای مدرج، ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر. ۱۶. پیپت، شیشه مصرفی ** حجم‌های مرده کم، حجم‌های ماندگاری کمتر [۱۳، ۱۴] و وضوح بهتر [۱۵] می‌دهند.	۹. محلول استخراج. نگهدارنده تری‌متیل آمین فسفات (TEA-PO₄) و محلول‌های استاندارد داخلی به صورت جداگانه تهیه گردد. آ. محلول نگهدارنده تری‌متیل آمین فسفات ۰٫۱ مولار: ۱٫۴ میلی لیتر تری-متیل آمین را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک، pH آن را تا میزان ۷ (±۰٫۱) کاهش دهید و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. سپس حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگهداری کنید. توجه: از اسید کلرواستیک به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید [۹]. ترکیب ماده فورمتانات در حضور اسید کلرواستیک ناپایدار است. ب. محلول مادر استاندارد داخلی ۵ میلی گرم بر میلی لیتر. ۱۰۰ میلی گرم از هر استاندارد داخلی که انتخاب کردید را به ۲۰ میلی لیتر محلول موردنظر اضافه کنید و در استونیتریل حل کنید. درپوش آن را گذاشته و در دمای ۱±۱۲- درجه سانتیگراد نگهداری گردد. ج. محلول استخراج نهایی: ۱ میلی لیتر از محلول تری‌متیل آمین فسفات TEA-PO₄ و ۱۲ میلی لیتر از محلول مادر استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. با استفاده از استونیتریل به حجم موردنظر رقیق کنید. غلظت ۰٫۲ میلی مولار محلول تری‌متیل آمین TEA، آب = ۰٫۲ درصد، و ۱۲۰ میکروگرم در میلی لیتر استانداردهای داخلی. تا ۳۰ روز در دمای ۰ تا ۴ درجه سانتیگراد به صورت پایدار باقی می‌ماند. ۱۰. محلول‌های مادر برای آنالیت مشخص، ۵ میلی گرم در میلی لیتر: هر آنالیت را در بالن ژوژه جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. برای بنومیل و کاربندازیم از متیلن کلراید استفاده کنید. درصد حجمی ۵۰/۵۰ متانول/استونیتریل یا فورمتانات استفاده کنید. این محلول در دمای ۱±۱۲- درجه سانتیگراد نگهداری شود (محلول‌ها تا ۳۰ روز پایدار هستند). ۱۱. محلول مادر کالیبراسیون: محلول‌های مادر از آنالیت‌های موردنظر را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد (۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می‌شود). توجه: بنومیل و کاربندازیم را در یک محلول استاندارد مشابه ترکیب نکنید [۱۰-۱۲]. ضمیمه را ببینید. ۱۲. محلول اسپایک کنترل کیفیت: محلول‌های مادر مربوط به آنالیت را با غلظت‌هایی در رنج آنالیز آزمایشگاهی به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای ۱±۱۲- درجه سانتیگراد تا قبل از زمان اسپایک کردن نگهداری کنید. توجه: محلول‌های اسپایک نباید دارای استاندارد داخلی باشند. ۱۳. فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر ۱-پروپانول و ۲٫۸ میلی لیتر تری-متیل آمین را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دی یونیزه
--	---

	به حجم برسانید سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط PH متر، PH آن را روی 7.0 ± 0.1 تنظیم کنید. غلظت نهایی: ۱- پروپانول ۲ درصد، ۰.۰۲ مولار تری متیل آمین فسفات TEA-PO₄. قبل از استفاده حباب های گاز را بگیرید. ۱۴. فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از محلول ۱- پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کنید و به حجم برسانید. قبل از استفاده حباب های گاز را بگیرید. * به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه برداری فردی را کالیبره کنید. در هنگام کالیبراسیون یک ست نمونه بردار را به پمپ وصل کنید. ۲. نمونه بردار را با لوله های قابل انعطاف به پمپ نمونه برداری فردی وصل کنید. نمونه بردار به صورت عمودی که قسمت بزرگ به سمت پایین باشد در ناحیه تنفس کارگر قرار دهید. ۳. برای نمونه برداری دبی بین ۰.۱ و ۱ لیتر در دقیقه باشد و حداکثر حجم هوای نمونه برداری شده تا ۴۸۰ لیتر باشد. میزان حجم هوای نمونه برداری را یادداشت کنید و هرگونه تداخل که ایجاد شده یا احتمال ایجاد آن وجود دارد را ثبت کنید. ۴. با درپوش های پلاستیکی هر دو انتهای نمونه بردار را بپوشانید و به صورت ایمن برای حمل و نقل بسته بندی کنید.	
آماده سازی نمونه ۵. درپوش را از انتهای بزرگ بردارید. فیلتر و حلقه نگهدارنده PTFE را جدا کنید، بخش جلویی جاذب را به یک ویال ۴ میلی لیتری انتقال دهید. لایه فوم پلی اورتان را به همراه رزین پستی به یک ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید. ۶. با استفاده از یک سرنگ ۲،۵ یا ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری، ۲ میلی لیتر حلال واجذب را به همراه استانداردهای داخلی به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید. ۷. ویال ها را به صورت انتها به انتها با قدرت ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه هم بزنید. ۸. مقدار کمی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترافل اتیلن 0.45 میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.	
کالیبراسیون و کنترل کیفی ۹. زمان ماند برای آنالیز ترکیب های مورد نظر را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی انتخابی تعیین کنید. ۱۰. کالیبراسیون را به صورت روزانه و با حداقل شش استاندارد کاری که گستره تجزیه آنالیت ها را پوشش می دهد انجام دهید. آ. استانداردهای کاری را با رقیق کردن مقادیری از محلول استاندارد کالیبراسیون سطح بالا توسط محلول جداسازی حاوی استاندارد داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد برای کالیبراسیون تهیه کنید. ب. بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۸ را ببینید). ج. نمونه های اصلی، نمونه های شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱۲ تا ۱۴). د. یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید (نسبت مساحت پیک ترکیب به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت ترکیب بر حسب میکروگرم). <u>توجه:</u> استفاده از یک استاندارد داخلی توصیه می شود [۱، ۶]، اما اگر دقت دستگاه تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی بالا باشد انجام این مورد اختیاری است. ۱۱. نمونه های راندمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را با هر یک از ست نمونه ها به میزان ۱۰ درصد از نمونه ها آماده کنید. آ. درپوش و حلقه نگهدارنده PTFE را از انتهای بزرگ لوله نمونه برداری (برای جلوگیری از فتیله شدن پشت حلقه) بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را روی فیلتر یاف کوارتز پخش کنید.	

توجه: هر بار بیش از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر اسپایک نکنید. اگر بیشتر از آن نیاز بود، نمونه‌گیر را به یک پمپ خلاء با جریان هوای کمتر از ۱ لیتر در دقیقه وصل کنید، سپس محلول اسپایک را در مقادیر ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتری استفاده کنید. برای تبخیر حلال بین هر مقدار، چند دقیقه صبر کنید تا از فیتیل‌شدن در طول کناره‌های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری کند (۵ درصد یا بیشتر ممکن است بر روی دیواره‌های لوله رسوب کند).

ب. درپوش بگذارید و اجازه دهید حداقل یک ساعت بماند.

توجه: نمونه‌های کنترل آزمایشگاهی LCS را هنگام رسیدن نمونه‌های اصلی آماده کنید و آنها را تا زمان آنالیز نگهداری کنید.

ج. یک نمونه‌بردار بدون علامت به عنوان شاهد تهیه کنید.

د. همراه با نمونه‌های اصلی، شاهد و استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱۲ تا ۱۴).

سنجش

۱۲. کروماتوگراف مایع را براساس توصیه‌های سازنده و شرایط ذکر شده در جدول ۳ تنظیم کنید. بر روی صفحه نمایش دو طول موج ۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر را انتخاب کنید. در صورت وجود آنالیت‌های مدنظر، طیف UV با طول موج خاص‌تری را انتخاب کنید.

۱۳. تزریق نمونه با اتوسمپلر. برای زمان‌های ماند تقریبی آنالیت‌های مدنظر به جدول ۴ مراجعه کنید.

توجه: اگر مساحت پیک از گستره مساحت استاندارد کاربردی بیشتر باشد، با محلول واجذب حاوی استانداردهای داخلی رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید. ضریب ترقیق مناسب را در محاسبات اعمال کنید.

۱۴. مساحت پیک آنالیت (ها) و استاندارد (های) داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی در همان کروماتوگرام تقسیم کنید.

محاسبات

۱۵. جرم (میکروگرم)، (تصحیح شده برای راندمان واجذب DE) آنالیت موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی جاذب (W_f)، بخش عقبی جاذب (W_b)، و قسمت های جلویی جاذب شاهد (B_f) و پشتی شاهد (B_b) را توسط منحنی کالیبراسیون تعیین کنید.

۱۶. محاسبه غلظت (C) هر آنالیت بر حسب mg/m^3 در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب (L):

$$C = \frac{W_f + W_b - B_f - B_b}{V1!}, mg/m^3$$

نکته: $mg/m^3 \approx \mu g/ml$

تأییدیه روش

زمان نگهداری با شرایط جایگزین. وقتی که نوع یک ترکیب مشخص نباشد، با استفاده از آنالیز در یک ستون جایگزین می‌توان ماهیت ترکیب را شناسایی کرد. اگر آنالیز اولیه روی ستون octadecylsilyl (C18) غیرفعال پایه انجام شود، با آنالیز مجدد بر روی یک ستون سیانوپروپیل سیلیکا، یا با تغییر محلول فاز متحرک آب/متانول ممکن است نوع ترکیب مشخص گردد (جدول ۹ را برای شرایط جایگزین توصیه شده ببینید). زمان‌های ماند تقریبی برای هر نوع ستون و شرایط آن در جدول ۴ ذکر شده است. برای شناسایی آنالیت‌های ناشناخته استفاده از زمان ماند نسبی (شاخص‌های نگهداری برای مجموعه خاصی از شرایط) گزینه مناسبی است.

UV یا طیف جرمی. از طریق مقایسه طیف‌های ناشناخته با طیف‌های مرجع (در صورت وجود) نوع ترکیب مورد آزمایش مشخص می‌شود. با استفاده از نسبت پاسخ‌های نسبی، مقدار متوسطی از تایید به دست می‌آید. برخی از ترکیبات (مخصوصاً او-آریل کاربامات) را می‌توان با استفاده از دستگاه GC/MS با پورت‌های تزریق به شدت غیرفعال شده و ستون‌های آنالیز GC و یا توسط HPLC/MS تایید کرد.

ارزیابی روش

این روش در محدوده‌های مشخص شده در جدول ۲ در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد با نمونه‌های با حداکثر حجم هوای ۲۴۰ لیتری ارزیابی شده است. نمونه‌ها در شرایط دمایی ۱۰ و ۳۰ درجه سانتی گراد با رطوبت نسبی ۱۵ و ۸۰ درصد مورد آزمایش قرار گرفتند. برای انجام این آزمایش‌ها روی نمونه‌برداری از هوا بر سطح جاذب‌های نمونه‌بردار دقت شد که هوا با سرعت ۱ لیتر در دقیقه به مدت چهار ساعت از

داخل وسیله نمونه بردار عبور داده شود. در نتایج به دست آمده هیچ تفاوت معنی داری در عملکرد نمونه گیری بر اساس دما/رطوبت مشاهده نشد. ارزیابی دقت نمونه برداری و ماندگاری این روش در شرایط دما و رطوبت نسبی محیط انجام شد. ارزیابی کلی این روش نمونه گیری از جمله دقت اندازه گیری، تورش، صحت و میانگین درصد بازیابی پس از نمونه گیری بلند مدت در محدوده دمای ۲۵ درجه سانتی گراد و حجم هوای ۲۴۰ لیتری در جدول ۲ ارائه شده است. در نمونه برداری که با استفاده از لوله های جاذب که با ۴۸۰ میکروگرم جاذب پر شده است و به صورت هشت ساعته با دبی ۱ لیتر در دقیقه انجام شد، در لوله جاذب نشت نمونه مشاهده نشد. برای تخمین LOD/LOQ، در سه مرحله روی فیلترهای اسپایک شده یک سری استانداردهایی تهیه شد که پس از آن این فیلترها آنالیز شد و پاسخ های آن بر روی یک منحنی درجه دوم قرار گرفتند. حد تشخیص (LOD) و حد کمی سازی (LOQ) بر اساس روش SOP 018 سازمان NIOSH برآورد شده و در جدول ۲ ارائه شده است. معیارها ارائه شده توسط سازمان NIOSH به اشتراک گذاشته شده است [۱].

منابع

- [1] NIOSH [1995]. Back-up data report: carbamate, urea, and sulfenimide pesticides. Unpublished
- [2] NIOSH [1977]. Carbaryl: Method S273. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. (Vol 3) Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH), Publication No. 77-157-C.
- [3] NIOSH [1994]. Method 5006. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113
- [4] OSHA [1985]. OSHA Methods 63 and 74. In: OSHA analytical methods manual. Salt Lake City, UT: Carcinogen and Pesticide Branch, OSHA Analytical Laboratory.
- [5] OSHA. OSHA Stopgap methods for individual pesticides. Salt Lake City, UT: Carcinogen and Pesticide Branch, OSHA Analytical Laboratory
- [6] EPA [1986]. EPA compendium of methods for the determination of toxic organic compounds in ambient air. US EPA, Publication No. EPA/600/4-87/006
- [7] Hill RH Jr., Arnold JE [1979]. A personal air sampler for pesticides. Arch Environ Contam Toxicol 8:621-628.
- [8] Dolan JW [1993]. LC troubleshooting. LC-GC 11(7):500.
- [9] EPA [1988]. EPA Method 531.1 (Rev. 3.0). In: Methods for the determination of organic compounds in drinking water. US EPA. Publication No. EPA 600 4-88 039.
- [10] Chibia, Mikio, Doornbos F [1974]. Instability of benomyl in various conditions. Bulletin Environ Contam Toxicol 11(3):273-274.
- [11] Calmon JP, Sayag DR [1976]. Kinetics and mechanism of conversion of methyl 1 (butylcarbamoyl)-2-benzimidazolecarbamate (benomyl) to methyl 2-benzimidazolecarbamate (MBC). J Agric Food Chem 24(2):311-314.
- [12] Calmon JP, Sayag DR [1993]. Instability of methyl 1-(butylcarbamoyl)-2 benzimidazolecarbamate (benomyl) in various solvents. J Agric Food Chem 24(2):426-428.
- [13] Dolan JW [1993]. LC troubleshooting. LC-GC 11(12):858-860.
- [14] Dolan JW [1993]. LC troubleshooting. LC-GC 11(6):412-314.
- [15] Dolan JW [1993]. LC troubleshooting. LC-GC 12(4):298.
- [16] Gere DR [1993]. Column watch. LC-GC 11(10):710-712.
- [17] NIOSH [1995]. Guidelines for air sampling and analytical method development and evaluation. By Kennedy ER, Fischbach TJ, Song R, Eller PM, Schulman SA. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 95-117.
- [18] NIOSH [1987]. Registry of toxic effects of chemical substances. U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 87-114.
- [19] Budavari S, ed. [1989]. Merck Index. 11th ed. Rahway, NJ: Merck & Co., Inc.
- [20] Meister [1995]. Farm Chemicals Handbook. Willoughby, OH: Meister Publishing Co.
- [21] Wise SA, May WE [1983]. Effect of C18 surface coverage on selectivity in reversed-phase liquid chromatography of polycyclic aromatic hydrocarbons. Anal Chem 55(9):1479-1485.

- [22] Cole LA, Dorsey JG [1992]. Temperature dependence of retention in reversed-phase liquid chromatography. 1. Stationary-phase considerations. Anal Chem 64(13):1317-1323.
- [23] Wirth MJ [1994]. Column watch. LC-GC 12(9):656-664.
- [24] Cole LA, Dorsey JG [1990]. Reduction of reequilibration time following gradient elution reversed-phase liquid chromatography. Anal Chem 62(1):16-21.
- [25] Foley JP, May WE [1987]. Optimization of secondary chemical equilibria in liquid chromatography: variables influencing the self-selectivity, retention, and efficiency in acid-base systems. Anal Chem 59(1):110-115.
- [26] Dolan JM [1993]. LC troubleshooting. LC-GC 11(2):94.
- [27] Roos RW, Lau-Cam CA [1986]. General reversed-phase high-performance liquid chromatographic method for the separation of drugs using triethylamine as a competing base. J Chrom 370:403-418.
- [28] Kirkland JJ, Boyes BE, DeStefano JJ [1994]. Changing band spacing in reversed-phase HPLC. Am Lab Sept:36-42.
- [29] Seaver, Sadek P, Sadek C [1994]. LC troubleshooting. LC-GC 12(10):742-746.
- [30] Zweig, Gunter, Ru-yu G [1983]. Determination of benomyl by reversed-phase liquid chromatography. Anal Chem 55(8):1448-1451.
- [31] Dolan, JW [1992]. LC troubleshooting. LC-GC 10(10):746.
- [32] Evans CE, Victoria L, McGuffin [1991]. Direct examination of the injection process in liquid chromatographic separations. Anal Chem 63(14):1393-1402.
- [33] Steffeck RJ, Woo SL, Weigand RJ, Anderson JM [1995]. A comparison of silica-based C18 and C8 HPLC columns to aid column selection. LC-GC 13(9):720-726 Body Text.

نویسنده روش:

Jun-Jie Lin, MSPH, and John M. Reynolds, DataChem Laboratories, Salt Lake City, UT

سلب مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

جدول ۱: اطلاعات کلی

اسم ماده / مترادف	فرمول	وزن ملکولی	خصوصیات	حلالیت در آب (g/l)	حد مواجهه (mg/m ³)
آلدیکارب CAS# 116-06-3 RTECS UE2275000	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	190.3	دمای ذوب: 99-100 °C; فشار بخار 3.9 mPa (2.9x10 ⁻⁵ mm Hg) @ 25 °C; LD50 1 mg/kg	6 @ 25 °C	
بنومیل CAS# 17804-35-2 RTECS DD6475000	C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₃	290.36	دمای ذوب: decomposes; فشار بخار <1.3 mPa (<1x10 ⁻⁵ mm Hg) @ 20 °C; LD50 >9590 mg/kg	0.002 @ 25 °C	OSHA 5.0 (resp)
کاپتان CAS# 133-06-2 RTECS GW5075000	C ₉ H ₈ Cl ₃ N O ₂ S	300.6	دمای ذوب: 178 °C; فشار بخار <1.3 mm Hg @ 20 °C; mPa (<1x10 ⁻⁵ mm Hg) @ 20 °C; LD50 9000 mg/kg	<0.005 @ ~25 °C	NIOSH 5
کارباریل CAS# 63-25-2 RTECS FC5950000	C ₁₂ H ₁₁ N O ₂	201.24	دمای ذوب: 142 °C; فشار بخار <5.3 mPa (<4x10 ⁻⁵ mm Hg) @ 25 °C; LD50 250 mg/kg	0.12 @ 30 °C	OSHA 5 NIOSH 5
کارباندازیم CAS# 10605-21-7 RTECS DD6500000	C ₉ H ₉ N ₃ O 2	191.21	دمای ذوب: 302-307 °C تجزیه می شود; LD50 6400 mg/kg	0.008/pH 7 @ 24 °C	
کربوفوران CAS# 1563-66-2 RTECS FB9450000	C ₁₂ H ₁₅ N O ₃	221.28	دمای ذوب: 150-153 °C; فشار بخار 0.031 mPa (2.3x10 ⁻⁷ mm Hg) @ 20 °C; LD50 5.3mg/kg	0.70 @ 25 °C	NIOSH 0.1
کلروپروفا CAS#101-21-3 RTECS FD8050000	C ₁₀ H ₁₂ Cl NO ₂	213.68	دمای ذوب: 40.7-41.1 °C; فشار بخار 2.7 mPa (2x10 ⁻⁵ mm Hg) @ 33 °C; LD50 1200 mg/kg	حلالیت پایین	
دیورون CAS# 330-54-1 RTECS YS8925000	C ₉ H ₁₀ Cl ₂ N ₂ O	233.11	دمای ذوب: 158-159 °C; فشار بخار 0.41 mPa(3.1x10 ⁻⁶ mm Hg) @ 50 °C; LD50 437 mg/kg	0.042 @ 25 °C	NIOSH 10
HCl فورمتانات CAS#23422-53-9 RTECS FC2800000	C ₁₁ H ₁₆ ClN ₃ O ₂	242.22	دمای ذوب: 200-202 °C تجزیه می شود; LD50 20 mg/kg	>50% عنوان هیدروکلرید	
متیوکارب CAS# 2032-65-7 RTECS FC5775000	C ₁₁ H ₁₅ N O ₂ S	225.34	دمای ذوب: 121.5 °C; فشار بخار 0.036 mPa (2.7x10 ⁻⁷ mm Hg) @ 25 °C; LD50 60 mg/kg	غیر قابل حل	
متومیل CAS# 16752-77-5 RTECS AK2975000	C ₅ H ₁₀ N ₂ O ₂ S	162.24	دمای ذوب: 78-79 °C; فشار بخار 6.7mPa (5x10 ⁻⁵ mm Hg) @ 25 °C; LD50 17 mg/kg	58 @ 25 °C	NIOSH2.5
اکسامیل CAS# 23135-22-0 RTECS RP2300000	C ₇ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	219.3	دمای ذوب: 100-102 °C; فشار بخار 31 mPa (2.4x10 ⁻⁴ mm Hg) @ 20 C; LD50 5 mg/kg	280 @ 25 °C	

پروپام CAS# 122-42-9 RTECS FD9100000	C10H13N O2	179.24	دمای ذوب: 90 °C؛ فشار بخار 18 mPa (1.35x10 ⁻⁴ mm Hg); LD50 50 mg/kg	0.25 @ 25 °C	
پروپوکسور CAS# 114-26-1 RTECSFC3150000	C11H15N O3	209.27	دمای ذوب: 91.5 °C؛ فشار بخار 1.3 mPa (9.75 mm Hg) @ 20 C; LD50 83 mg/kg	2 @ 20 °C	NIOSH 0.5
تیوبنکارب CAS#28249-77-6 RTECS EZ7260000	C12H16Cl NOS	257.81	اطلاعاتی در دسترس نیست LD50 1130 mg/kg	~0.03 @20 °C	

اختصارات MW: جرم مولکولی، RTECS: ثبت اثرات سمی مواد شیمیایی [18]، LD50: دز کشنده ۵۰ درصد، mPa [19,20]: میلی پاسکال

جدول شماره ۲: ارزیابی روش

ترکیب	کمترین حجم نمونه (L)	محدوده مورد مطالعه (µg/sample)	LOD (µg/ samp)	میانگین تورش	دقت کل (S _{rr})	صحت	ماندگاری نمونه ها در ۳۱ روز (بازیابی به درصد در 24 °C)	ماندگاری نمونه ها در ۳۱ روز (بازیابی به درصد در -۱۲ °C)
آلدیکارب	۲۴۰	۱۲-۲۴۰	۱,۲	-۰,۰۰۹	۰,۰۶۶	±۰,۱۳۱	۹۳,۲	۹۵,۶
بنومیل	۶	۱۲-۱۲۰	۰,۶	A	A	A	A	A
کاپتان	۳۰	۴۸-۹۶۰	۴,۸	-۰,۰۳۶	0.061	±۰,۱۴۲	۹۸,۷	۱۰۲,۲
کارباریل	۶	۱۲-۲۴۰	۰,۰۶	±۰,۰۱۲	0.061	±۰,۱۲۳	۸۸,۲	۹۱,۸
کارباندازیم	۶	B	۰,۶	±۰,۰۰۶	۰,۰۶۱	±۰,۱۲۱	۹۲,۱	۸۹,۳
کربوفوران	۶	۱۲-۲۴۰	۰,۶	-۰,۰۰۲	0.06	±۰,۱۲۶	۸۹,۱	۹۲,۴
کلروپروپام	۶	۱۲-۲۴۰	۰,۶	-۰,۰۱۷	۰,۰۶۸	±۰,۱۴	۸۴,۳	۸۵,۹
دیورون	۳	۱۲-۲۴۰	۰,۶	-۰,۰۶۲	0.06	±۰,۱۶۷	۸۶	۸۷,۱
فورمتانات	۶۰	۱۲-۲۴۰	۰,۶	+۰,۰۳۲	0.056	±۰,۱۲۹	۸۹,۸	۹۳
متیوکارب	۶۰	۱۲-۲۴۰	۰,۶	+۰,۰۰۹	0.061	±۰,۱۲۲	۸۵,۱	۸۹,۱
متومیل	۱۲	۱۲-۱۲۰	۰,۶	-۰,۰۰۲	۰,۰۶۳	±۰,۱۲۴	۹۰,۵	۸۵,۲
اکسامیل	۲۴۰	۲۴۰-۱۲	۰,۶	+۰,۰۳۷	۰,۰۵۵	±۰,۱۳۲	۹۴,۸	۹۵,۹
پروپام	۳	۱۲-۲۴۰	۰,۸	-۰,۰۵۳	۰,۰۶۶	±۰,۱۶۸	۸۸,۵	۹۲,۵
پروپوکسور	۶۰	۱۲-۲۴۰	۰,۶	+۰,۰۰۷	۰,۰۷۹	±۰,۱۵۶	۹۱,۴	۹۵,۴
تیوبنکارب	۶	۱۲-۲۴۰	۰,۶	-۰,۰۶۸	۰,۰۷۳	±۰,۱۹۷	۷۵	۷۹,۸

A نتایج به عنوان کاربندازیم، محصول تجزیه اولیه بنومیل محاسبه شد

B محدوده بنومیل و مواد سازنده کاربندازیم را مشاهده کنید

جدول ۳. ستون ها و شرایط توصیه شده کروماتوگرافی مایع

	Cyano ستون	Cyano ستون	C18 ستون	C18 ستون
متانول	استونیتریل	متانول	استونیتریل	حلال
تائید	تائید	تائید	آنالیز اولیه	کاربرد
سیانوپروپیل	سیانوپروپیل	اکتادسیل	اکتادسیل	فاز ثابت
۲۵۰	۲۵۰	۱۵۰	۳۰۰	طول (mm)
۴,۶	۴,۶	۳,۹	۳,۹	قطر داخلی (mm)
۳	۳	۴	۴	سایز ذرات (µm)

چگالی لیگاند ^A	۲,۷	۲,۷	۵,۲	۵,۲
حلال فاز متحرک A	آب	آب	آب	آب
تعدیل کننده آلی فاز متحرک A	۱-پروپانول ۲ درصد	-	-	-
بافر فاز متحرک A ^C	TEA-PO ₄	-	TEA-PO ₄	TEA-PO ₄
غلظت فاز متحرک A (M)	M۰,۰۲	-	M۰,۰۲	M۰,۰۲
حلال فاز متحرک B ^D	استونیتریل	متانول	استونیتریل	متانول
تعدیل کننده آلی فاز متحرک B	۱-پروپانول ۲ درصد	-	-	-
زمان ماند اولیه	۰	۰	۰	۰
ضریب برنامه	۳-۹۵ درصد B	۱۰-۸۰ درصد B	۳-۶۰ درصد B	۳-۹۵ درصد B
زمان برنامه (دقیقه)	۳۰	۳۰	۳۰	۳۰
نوع برنامه	خطی	خطی	خطی	خطی
زمان ماند نهایی (دقیقه)	۵	۵	۵	۵
دبی (میلی لیتر / دقیقه)	۱	۱	۱	۱
دمای ستون ^C	محیط (24~)	محیط (24~)	محیط (24~)	محیط (24~)
حجم ساکن (میلی لیتر)	0.6-0.8	3.5-3.8	0.6-0.8	3.5-3.8
حجم تزریق (میکرو لیتر)	۵	۳۰	۵	۵
حلال تزریقی	استونیتریل	1:3 استونیتریل : H ₂ O	استونیتریل	استونیتریل

A چگالی لیگاند (میکرومول / m²) نسبت پوشش سطحی به درصد بار کربن می باشد [۲۲، ۲۳].

B انتخاب اصلاح کننده برای الکل ضروری نیست. درصد غلظت های ارائه شده برای تنظیم زمان نگهداری و شکل های پیک بر اساس شستشوی اولیه ترکیبات متفاوت می باشد. با استفاده از ۱-پروپانول زمان تعادل مجدد کوتاهتر می شود [۲۴-۲۶].

C استفاده از بافر برای آنالیت های اساسی مانند فورمتانات، کاربندازیم و بنومیل بسیار ضروری است [۱۲، ۲۷، ۲۸]. فورمنتات کاتیونی با pH 7 است و زمان شستشوی واقعی آن با تغییرات کم در pH و قدرت یونی بافر فاز متحرک A بستگی دارد.

D برای نظارت بر ترکیبات با جذب UV طیف کمتر از ۲۱۰ نانومتر، استونیتریل انتخاب مناسبی است [۲۰، ۲۹].

جدول ۴. ترکیبات مداخله گر و زمان ماند تقریبی برای آفت کش های آلی نیتروژنه

نوع ترکیب ^A (بر اساس زمان ماند)	ستون C18 شاخص ماند	ستون C18 (حلال MeCN) زمان ماند (دقیقه)	ستون C18 (حلال MeOH) زمان ماند (دقیقه)	شاخص ماند ستون سیانو	ستون سیانو (حلال MeCN) زمان ماندگاری (دقیقه)	ستون سیانو (حلال MeOH) زمان ماندگاری (دقیقه)
بدون حلال	۰,۰	۲,۳	۱,۴	۰	۳	۳,۲
آسولام	۰,۰۰۴	۲,۳				
ایمازاپیر	۰,۳۷۲	۳,۲				
استامینوفن	۱	۴,۷		۱		
اوکسامیل	۱,۲۶۹	۶,۱	۹,۹	۱,۸۶۵	۷	۶,۴
کافئین	۱,۳۹۷	۶,۸				
متومیل	۱,۴۴۵	۷	۱۰,۷	۱,۹۱۵	۷,۴	۶,۶

فورمتانات	۱,۵۷۳	۷,۷	C	۲,۵۷۴	۱۲,۸	۱۱,۳
سولفومتورون متیل	۱,۸۶۸	۹,۳				
استانیلید	۲	۹,۹		۲	۸,۱	۷,۷
فنورون	۲,۰۵۳	۱۰,۲				
۲-۴-دی اسید	۲,۰۶۴	۱۰,۲				
نیکوتین	۲,۱۷۹	۱۰,۸				
کاربندازیم	۲,۱۹۲	۱۰,۸	C	۴,۲۷۴	۱۳,۶	۱۲,۹
کلریمورون اتیل	۲,۴۲۲	۱۱,۹				
آلدیکارب	۲,۷۵۵	۱۳,۵	۱۹,۹	۳	۱۰,۵	۱۰,۱
تبتیورون	۲,۸۱۷	۱۳,۸	۲۳,۹			
m-کروزول	۲,۸۶۶	۱۴				
بروماسیل	۲,۹۰۲	۱۴,۲				
هگزازینیون	۲,۹۲۱	۱۴,۳				
دینوزب	۲,۹۲۸	۱۴,۳				
سیمازین	۲,۹۳۸	۱۴,۳				
مونورون	۲,۹۸۱	۱۴,۵				
استامینوفن/IS	۳	۱۴,۶		۳	۱۰,۵	۹,۹
سیانازین	۳,۰۰۳	۱۴,۶				
متروبوژین	۳,۱۱۵	۱۵				
تیدوکارب	۳,۲۴۷	۱۵,۵				
آمینوکارب	۳,۳۰۱	۱۵,۷				
پروپوکسور	۳,۳۱۷	۱۵,۸	۲۲,۹	۳,۶۷۵	۱۳,۱	۱۱,۹
بندیوکارب	۳,۳۷۶	۱۶	۲۳,۳			
کاربو فوران	۳,۳۹۹	۱۶,۱	۲۳,۲	۴,۰۱۸	۱۴,۴	۱۴,۱
فلومتورون	۳,۵۵۱	۱۶,۶	۲۵,۲			
کلروفام	۳,۶۰۱	۱۶,۸				
کارباریل	۳,۶۵۴	۱۷	۲۴,۵	۵,۲۳۶	۱۹,۱	۱۸,۲
آتراژین	۳,۶۶۸	۱۷,۱				
متالاکزیل	۳,۸۳۷	۱۷,۶				
دیورون	۳,۸۴۳	۱۷,۶	۲۷	۵,۷۵۱	۲۱,۱	۱۹,۹
DEET	۳,۸۵۱	۱۷,۷				
آلفا-نفتل	۳,۸۹۳	۱۷,۸				
پروپیفنون	۴	۱۸,۲		۴	۱۴,۴	
پروپیلور	۴,۲۴۱	۱۸,۸				
تیوفونات	۴,۲۴۱	۱۸,۸	۲۷,۶			
پروفام	۴,۲۶۷	۱۸,۹	۲۵,۹	۵,۰۹۲	۱۷,۷	۱۷,۳
دی اتیل فتالات	۴,۳۶۷	۱۹,۲				
کلومازون	۴,۴۵۹	۱۹,۴				

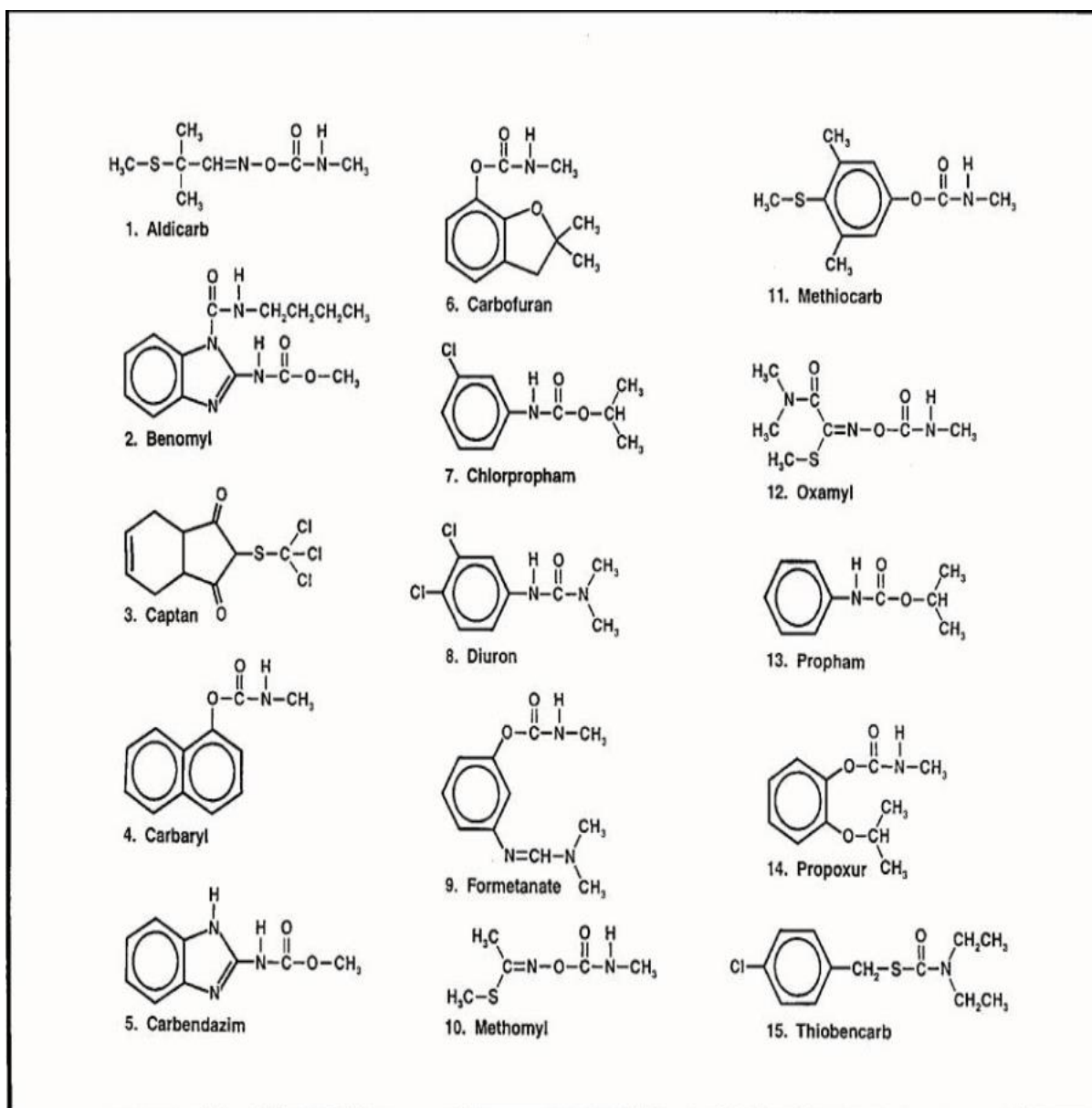
سیدورون	۴,۶۱۵	۱۹,۹				
دسمیدی فام	۴,۶۹۶	۲۰,۱				
فنومدی فام	۴,۷	۲۰,۱	۳۳>			
متیوکارب	۴,۷۴۴	۲۰,۲	۲۹,۳	۶,۶۸	۲۲,۵	۲۱,۸
لینورون	۴,۸۴۸	۲۰,۵	۲۸,۹			
BDMC/IS	۴,۹۰۴	۲۰,۶				
SWEP	۴,۹۱۹	۲۰,۷				
کاپتان	۴,۹۲۶	۲۰,۷	۲۷,۷	۶,۱۷۲	۲۰,۹	۲۱,۶
پروموکارب	۴,۹۸۱	۲۰,۸	۲۰,۴			
بوتیروفنون/IS	۵	۲۰,۹		۵	۱۷,۴	
مگزا کاربات	۵,۱۸۶	۲۱,۳				
تولون	۵,۲۶۹	۲۱,۵				
کلروپرو فام	۵,۵۰۴	۲۲,۱	۳۰,۱	۶,۷	۲۳,۴	۲۳,۳
فولیت	۵,۵۳۷	۲۲,۲	۳۳>			
باربان	۵,۵۶۶	۲۲,۳	۳۳>			
مالاتیون	۵,۷۳۱	۲۲,۷				
فنیتریونیون	۵,۸۰۲	۲۲,۸				
بنومیل	۵,۸۲۲	۲۲,۹	C	۷,۳۹۱	۲۵,۸	۲۳,۹
اوریزالین	۵,۸۶۰	۲۳				
متولا کور	۵,۸۷۶	۲۳				
آلاکلور	۵,۹۷۹	۲۳,۳				
استوکلور	۵,۹۸۳	۲۳,۳				
والروفنون/IS	۶	۲۳,۳		۶	۲۰,۹	
کاپتافول	۶,۰۱۸	۲۳,۴	۳۰,۱			
نبورون	۶,۰۴۵	۲۳,۴				
پاراتیون	۶,۶۴	۲۴,۷				
هگزافنون/IS	۷	۲۵,۵		۷	۲۴	
تیوبنکارب	۷,۱۴۸	۲۵,۸	۳۳,۴	۷,۹۱۶	۲۶,۲	۲۶,۸
هپتانوفلور/IS	۸	۲۷,۶		۸	۲۶,۴	
دی ان بوتیل پتالات	۸,۰۱۶	۲۷,۶				
کلروپری فوس	۸,۷۰۱	۲۸,۹				
پندی متالین	۸,۸۲۴	۲۸,۹				
۴و۲-دی بوتیل استر	۸,۸۹۲	۲۹,۲				
اوکتانوفنون/IS	۹	۲۹,۴		۹	۲۹	
BHT	۹,۴۸۸	۳۰,۲				
آمیتراز	۹,۸۸۶	۳۰,۹				
نانوفنون/IS	۱۰	۳۱,۱				

۲و۴-دی اتیل هگزیل استر	۱۰,۵۴۵	۳۱,۹				
دی کانوفنونس/IS	۱۱	۳۲,۵				

A آفت کش های ارگانونیتروژن با حروف درشت هستند

B زمان های ماندگاری تخمینی (~) با استفاده از ستون های کوتاه تر و زمان ماندگاری نسبی استخراج شده است.

C شکل پیک و زمان ماند ترکیبات اساسی، بدون حضور بافر TEA-PO₄ غیرعادی بودند و یا اصلا شناسایی نگردیدند.



شکل ۱: ساختار آفت کش های کاربامات، اوره و سولفنامید

ضمیمه الف. نکات مربوط به آنالیز دستگاه HPLC برای آفت کش های کاربامات، اوره و سولفنامیدها

A. آنالیت ها

۱. آلدیکارب

آ. آشکارساز UV در فرکانس ۲۲۵ نانومتر برای آلدیکارب پاسخ می دهد. اگر از طول موج های ۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر برای آلدیکارب پاسخ صادر شود، نتیجه به دست آمده فرکانس ۲۰۰ نانومتر مورد تایید است. در فرکانس ۲۰۵ نانومتر پیک های به دست آمده

کوچکتر خواهد بود، اما نسبت سیگنال به نویز ممکن است بهتر باشد. بیشترین فرکانس جایگزین در حدود ۲۴۵ تا ۲۴۶ نانومتر می باشد. این محدوده فرکانسی با وجود داشتن پهنای باندی کم، نویز پس زمینه و تداخل کمتری با ترکیبات هم شویش دارد.

ب. آلدیکارب جزء آفت کش های بسیار سمی است. در حمل و نقل این ماده باید دقت کامل شود.

۲. بنومیل (به اطلاعات ترکیب کاربندازیم نیز مراجعه کنید)

آ. بنومیل با حلال های پروتیک (مثل آب یا متانول) به سرعت هیدرولیز می شود و با حلال های غیرپروتیک (مانند متیلن کلرید یا استونیتریل) واکنش می دهد که در نهایت آنالیت کاربندازیم به وجود می آید.

بنومیل با سرعت بالا تجزیه می شود، به طوری که بعد از گذشت تقریباً ۴ تا ۲۴ ساعت، به هیچ وجه بنومیل در هوای اتاق قابل تشخیص نمی باشد. این ماده در دماهای کمتر سرعت واکنش کندتری دارد. سرعت واکنش با متیلن کلرید نیز که قطبیت کمتری دارد پایین می باشد در حالیکه واکنش با ترکیب استونیتریل بسیار سریع انجام می شود که حتی سرعت آن از سرعت فرایند هیدرولیز نیز بیشتر است [۱۰-۱۲]. محلول های استاندارد بنومیل با حلال های غیرپروتیک را می توان با افزودن ۱ درصد π -بوتیل ایزوسیانات تولید کرد [۳۰]. به علت واکنش حلال های پروتیک با ایزوسیانات ها، با رقیق شدن محلول با حلال هایی حاوی حلال های پروتیک تاثیر ماده نگهدارنده بلافاصله از بین می رود. به طور کلی اضافه کردن مواد نگهدارنده به محلول استاندارد بنومیل ضروری نیست چون در هر شرایطی به سرعت تجزیه می شوند. در صورتی که غلظت محلول بالا باشد ترکیب کاربندازیم تولید شده رسوب می کند که در این صورت، با افزودن π -بوتیل ایزوسیانات ۱ درصد این مشکل برطرف می شود.

ب. به علت تبدیل شدن بنومیل تجزیه شده به کاربندازیم، نباید این دو ماده در یک مخلوط استاندارد قرار گیرند.

ج. هنگام انجام آنالیز بنومیل، باید مقدار هر دو ماده "بنومیل و کاربندازیم" مشخص شوند. در طول موج های خاص واکنش های هر کدام از این مواد را باید معادل سازی کرد سپس نتایج به دست آمده را به صورت بنومیل یا کاربندازیم گزارش گردد. در فرکانس ۲۲۵ نانومتر واکنش نسبی بنومیل به کاربندازیم تقریباً ۱/۰۷۳۸ تعیین شده است (جذب بنومیل/جذب کاربندازیم). این نسبت برای دستگاه های مختلف و برای محلول های آنالیز با مولاریته یکسان، باید به صورت جداگانه تعیین شود. محلول بنومیل تزریقی باید به وسیله π -بوتیل ایزوسیانات ۱ درصد نگهداری شود. برای معادل سازی نتایج به دست آمده کاربندازیم به نتایج مربوط به بنومیل به طوری که بتوان این اعداد را با هم جمع کرد، باید ضریب ۱/۰۷۳۸ را در نتایج کاربندازیم اعمال کرد و سپس نتیجه حاصله با نتایج بنومیل اضافه شود در نهایت عدد به دست آمده به عنوان نتیجه نهایی بنومیل گزارش گردد.

همچنین برای گزارش نتایج کاربندازیم، اعداد به دست آمده بنومیل را بر ضریب ۱،۰۷۳۸ تقسیم کنید و سپس نتیجه حاصل را به نتایج کاربندازیم اضافه کنید و عدد نهایی به دست آمده را به عنوان نتیجه کلی کاربندازیم گزارش کنید.

د. به نکات مربوط به ترکیب کاربندازیم توجه گردد.

۳. کاپتان

آ. در دماهای بالاتر از ۱۲- درجه سانتیگراد کاپتان در متانول، محلول های آبی متانول و یا استونیتریل پایدار نیست. بنابراین، برای جلوگیری از ناپایدار بودن حلال تزریقی، محلول های واجذب را نباید با آب یا متانول رقیق کرد. در عوض از محلول های استونیتریل با حجم های کم برای تزریق استفاده شود.

ب. برای ساخت محلول های استاندارد از متیلن کلراید استفاده گردد. به نکته شماره ۱۶ مربوط به پیوست مراجعه شود.

ج. در فرکانس ۲۲۵ نانومتر کاپتان دارای کمترین میزان جذب است (به طیف فرکانس UV برای کاپتان مراجعه کنید). اگر از طول موج های ۲۰۰ نانومتر و ۲۲۵ نانومتر برای آنالیز کاپتان استفاده شود، نتیجه به دست آمده از فرکانس ۲۰۰ نانومتر را باید مورد تحلیل قرار داد تا نتیجه آزمایش به دست آید. اگرچه در فرکانس ۲۰۵ یا ۲۱۰ نانومتر پیک های به دست آمده کوچکتر خواهد بود، اما نسبت سیگنال به نویز بهتر است و اگر با سایر اهداف و جزئیات آنالیز مغایرتی نداشته باشد می توان این طول موج ها را به صورت اختیاری انتخاب کرد.

۴. کاربایل (برای راهنمایی بیشتر به نکات مربوط به دیورون مراجعه شود): در واکنش های شیمیایی کاربایل تمایل دارد به ماده ۱-نفتول تجزیه گردد. اسید کلرواستیک موجود در متانول این واکنش را مهار می کند [۹]، اما وجود این ماده برای سایر آنالیت ها زیان آور و دردسر ساز است. در دمای اتاق کاربایل به مدت ۲۴ ساعت در محلول های واجذب استونیتریل حاوی ماده نگهدارنده TEA-PO₄ به صورت تثبیت شده و بدون تغییر باقی می ماند، طوری که امکان آنالیز با دستگاه HPLC را دارا می باشد. اگر در نتایج ماده ۱-نفتول شناسایی شود نشان دهنده تجزیه کاربایل قبل از دفع است و یا ممکن است از منبع دیگری وارد مراحل آزمایش شده باشد. کاربایل در دمای معمولی اتاق تا سه هفته می تواند با بافر یا ماده نگهدارنده TEA-PO₄ نگهداری شود.

۵. کاربندازیم

آ. به مطالب و نکات مربوط به بنومیل مراجعه شود.

ب. کاربندازیم در واکنش های شیمیایی می تواند به ماده ۴-آمینوبنزیلیدازول و سایر ترکیبات تجزیه شود. در دمای اتاق به مدت ۲۴ ساعت کاربندازیم در محلول های بازجذب استونیتریل حاوی ماده نگهدارنده TEA-PO₄ به صورت تثبیت شده و بدون تغییر باقی می ماند.

ج. کاربندازیم به عنوان آفت کش استفاده می شود. در اثر تجزیه آنالیت های دیگری مانند تیوفانات متیل نیز می توانند به کاربندازیم تبدیل شوند. بنابراین وجود کاربندازیم را نباید به وجود داشتن ماده بنومیل ارتباط داد.

۶. کربوفوران

آ. کربوفوران و بندیکارب تحت هر شرایط آزمایشگاهی در بیشتر موارد با هم همجوشی دارند. طیف فرکانس تشخیص ماوراء بنفش آنها بسیار شبیه به هم است به طوری که از هم غیر قابل تشخیص هستند. با توجه به این مطلب، هر گونه شواهدی مبنی بر وجود کربوفوران با روش های دیگری مانند طیف سنجی جرمی یا بررسی سوابق کلی نمونه باید مورد بررسی قرار گیرد.

ب. نحوه و زمان شستشوی پروپوکسور و کربوفوران توسط حلال ها بسیار شبیه هم هستند. جداسازی این دو ترکیب توسط دستگاه HPLC با ستون C18 با وضوح گرادیان خطی، آزمون خوبی برای تفکیک آنها از ترکیبات دیگر است. اگر این مواد در حلال های تزریقی به دستگاه HPLC حل نشود باعث به وجود آمدن مشکلاتی از قبیل ایجاد حجم مرده در دستگاه HPLC، از بین رفتن کیفیت مطلوب ستون آنالیز و پایین آمدن کیفیت محلول تزریقی می شود.

۷. کلرپروپام: مشکل قابل توجهی برای این ترکیب وجود ندارد.

۸. دیورون: محصول تجزیه کاربایل، ۱-نفتول است که تحت شرایط خاصی پس از شستشوی دیورون ایجاد می شود. روی برخی از ستون های دستگاه HPLC، ممکن است با دیورون هم شوی (coelute) رخ داده و پاسخ های کاذب بدهد. اگر در نمونه حاضر وجود کاربایل پیش بینی شود، باید زمان ماند ۱-نفتول را نسبت به دیورون برای هر ستون خاص تعیین گردد.

۹. فورمتانات

آ. فورمتانات در متانول یا محلول های آبی متانول و استونیتریل (همراه یا بدون) اسید کلرواستیک در غلظت های که برای آنالیز استفاده می شود پایدار نیست. بنابراین محلول های بازجذب کننده با متانول نباید یا آب رقیق شود و اسید کلرواستیک نیز به عنوان نگهدارنده استفاده نشود. برای تزریق از حجم های کم محلول استونیتریل استفاده گردد.

ب. تجزیه فورمتانات در استونیتریل حاوی نگهدارنده TEA-PO₄ در دمای معمولی اتاق تا ۲۴ ساعت مهیار می شود. این عامل باعث فراهم شدن امکان تجزیه آن می شود.

ج. در غلظت استاندارد محلول مادر، فورمتانات در مخلوط های ۵۰:۵۰ متانول:استونیتریل بهتر حل می شود و اگر در فریزر با دمای ۱۲±- درجه سانتی گراد نگهداری شود، به صورت پایدار باقی می ماند.

د. فورمتانات یک ترکیب قلیایی است که با اضافه کردن آن به محلول با pH خنثی (۶٫۹ - ۷٫۱) یک یون مثبت آن را احاطه میکند. برای آنالیز این ترکیب، بکاربردن بافر TEA-PO₄ (و/یا) استفاده از ستون های غیرفعال شده HPLC ضروری است.

ه. زمان ماند دقیق فورمتانات نسبت به آنالیت های بدون بار، بیشتر تحت تاثیر pH محلول و قدرت یونی بافر (یا هر الکترولیت دیگر) می باشد. آماده سازی فاز متحرک دستگاه HPLC در روزهای مختلف می تواند شرایط متفاوتی داشته باشد که همین عامل باعث تفاوت در زمان ماند محلول می شود. اگر این آنالیت نزدیک به متومیل شسته شود، زمان ماند آن با افزایش کم pH (۰٫۱ تا ۰٫۲ واحد) یا با کاهش قدرت یونی فاز متحرک A به تاخیر می افتد.

۱۰. متیوکارب: مسائل و مشکلات متیوکارب به میزان کمتر مشابه کاربایل است. با تجزیه متیوکارب، چندین پیک توسط دستگاه ثبت می شود که این پیک ها نشان دهنده وجود آلکیل تیوفنول (و/یا) محصولات اکسیداسیون واکنش می باشند.

۱۱. متومیل: به مسائل و مشکلات متومیل در مورد زمان شستشوی اولیه آن توجه شود. به نکات B1a و B4 این پیوست مراجعه کنید.

۱۲. اگزامیل: به مسائل و مشکلات اگزامیل در مورد زمان شستشوی اولیه آن توجه شود. به نکات B1a و B4 این پیوست مراجعه کنید.

۱۳. پروفام: هیچ مشکلی برای پروفام وجود ندارد.

۱۴. پروپوکسور

آ. مشاهده شده است که ترکیب پروپوکسور در دمای اتاق و بدون وجود ماده نگهدارنده با ماندن طولانی مدت در محلول های واجذب تا حدودی تجزیه می شود. هر چند این مقدار کمتر از ترکیب کاربایل می باشد.

ب. پروپوکسور نزدیک به ترکیب کربوفوران شسته می شود. نظرات نوشته شده در پایین مطلب کربوفوران را مشاهده کنید.

۱۵. تیوبنکارب: تیوبنکارب یک ترکیب نسبتاً غیرقطبی است و نسبت به سایر ترکیبات بازیابی کمتری دارد اما بازیابی آن توسط رزین XAD-2 قابل قبول می باشد.

۱۶. حلال برای محلول های استاندارد آنالیت: در غلظت های استاندارد بیشتر آنالیت ها (جدول ۱) به استثنای بنومیل، کاپتان و فورمتانات در استونیتریل محلول هستند. در مطالب ارئه شده در این روش حلال های مناسب مربوط به این ترکیبات توضیح داده شده است. هر یک از حلال های ذکر شده این ترکیبات در گستره دمایی ۱۲±- درجه سانتی گراد به مدت حداقل ۳۰ روز پایدار هستند.

۱۷. حلال نگهدارنده و واجذب ترکیبات: تمام ترکیبات (به استثنای بنومیل) در استونیتریل، در دمای ۱۲- درجه سانتی گراد به مدت حداقل ۴۸ ساعت پایدار هستند. اگر صفحات اتوسمپلر HPLC در یخچال نگهداری شود و تمام عملیات دفع در شرایط محیطی زیر انجام شود، نیازی به استفاده از ماده نگهدارنده نیست. چندین ترکیب (مثل کاربایل، متیوکارب و اکسامیل) طی ۲۴ تا ۴۸ ساعت در دمای اتاق، به طور غیرقابل پیش‌بینی تجزیه می‌شوند تمام ترکیبات آفت کش‌های ارگانو نیتروژنه به جز بنومیل، با افزودن مقدار کمی از بافرآبی تری اتیل‌آمین فسفات (TEA-PO₄) (درصد حجمی ۰,۲ درصد ۰,۱ مولار و PH ۶,۹ تا ۷,۱) به حلال واجذب استونیتریل حداقل به مدت ۴۸ ساعت در دمای اتاق از هیدرولیز یا واکنش دادن با حلال جلوگیری می‌کند. محلول‌های حاوی الکل‌های متانول، محلول‌آبی متانول، ایزوپروپانول و استونیتریل باعث از بین رفتن چندین ترکیب ارگانونیتروژنه (به ویژه کاپتان و فورمتانات) می‌شود که در نهایت راندمان واجذب پایین می‌آید. طبق روش EPA 531.1 استفاده از اسید کلرواستیک برای نمونه‌های آبی مخصوصاً فورمتانات لازم است [9]. از آنجایی که حلال واجذب همان حلال تزریقی HPLC است، برای توضیحات بیشتر به نکات و مطالب مربوط به حلال تزریقی (B1) مراجعه کنید.

ب. شرایط HPLC

۱. حلال تزریقی

آ. حلالی که ظرفیت برابر یا کمتری نسبت به فاز متحرک دارد برای ثبت پیک‌های مناسب و با کیفیت و همچنین شستشوی اولیه ترکیب‌های (مانند اکزامیل و متومیل) مناسب می‌باشد [۳۱، ۳۲]. به علت اینکه آب به عنوان فاز متحرک اولیه استفاده می‌شود، تنها راه دستیابی به این هدف رقیق کردن نمونه‌ها با آب خواهد بود. با این حال، آب برای چندین ترکیب از آفت‌کش‌های ارگانو نیتروژنه مضر است (به نکات و مطالب مربوط به A17 مراجعه شود). بنابراین تزریق حجم‌های کمتر از ۵ میکرولیتر [۳۱] از حلال واجذب (استونیتریل) برای ستون باتفکیک بالا HPLC می‌تواند یک جایگزین مناسب می‌باشد. اگر آنالیت‌های پایدار در محلول‌های آبی مانند اکسامیل و متومیل (به غیر از فورمتانات یا کاپتان) در ترکیبات وجود داشته باشد محلول استفاده شده برای واجذب را می‌توان با آب رقیق کرد و حجم‌های بیشتری را به دستگاه HPLC تزریق کرد. ممکن است با رقیق کردن محلول واجذبی توسط آب به منظور شستشوی اولیه ترکیبات، پیک‌های تیزتری ثبت شود که همانند شرایطی است که شستشو ستون سریع باشد یا از ستون‌های کوتاه‌تر HPLC استفاده شود و یا فاز متحرک B درصد‌های بالایی داشته باشد.

ب. تمام مواد استخراج شده از نمونه باید از روی فیلترهای PTFE نمونه بردار فردی ۰,۴۵ میکرونی عبور داده شوند تا عمر مفید ستون محافظ کاهش پیدا نکند و همچنین از شیر سیستم تزریق محافظت گردد.

ج. استفاده مقادیر قابل‌توجه از حلال‌های با قطبیت کمتر از استونیتریل مانند تتراهیدروفوران یا استون به عنوان حلال تزریقی به صورت عمدی یا سهوی ممکن است زمان ماند را کوتاه کند و بر شکل پیک‌های اولیه تولید شده (مانند اکسامیل و متومیل) تأثیر منفی بگذارد [۳۱].

۲. ستون‌های محافظ: وجود ستون‌های محافظ برای طولانی شدن عمر ستون اصلی تجزیه و تکرارپذیر بودن نتایج ضروری هستند. انواع مختلفی از ستون‌های محافظ در بازار وجود دارد. این ستون‌های محافظ باعث حفظ کیفیت ستون‌های تجزیه می‌شود و دارای کمترین حجم مرده هستند. همچنین پیک‌های واضح‌تری را ثبت می‌کنند که نسبت به انواع دیگر ترجیح داده می‌شوند.

۳. ستون‌های تجزیه

آ. بطور کلی: ستون اصلی تجزیه در این روش ستون فاز معکوس C18 است. انواع ستون های دیگری که عملکرد خوبی دارند نیز با پیروی از توصیه های سازنده مورد استفاده قرار می گیرند. ستون های مناسب زیادی در بازار برای استفاده در این روش موجود هستند [۳۳، ۲۸].

ب. غیر فعال سازی پایه: ترکیباتی مثل بنومیل، کاربندازیم و فورمتانات مشکلاتی را برای ستون ایجاد می کنند که با استفاده از ستون های پایه که غیر فعال یا بسیار بی اثر شده اند میتوان این مشکلات را از بین برد [۲۶]. افزودن بافر TEA-PO_4 به فاز متحرک A نیز تا حد زیادی کارایی ستون را برای این ترکیبات بهبود می بخشد [۲۶، ۲۶، ۲۷].

ج. ابعاد ستون های تجزیه: به منظور شناسایی بهتر تعداد زیادی از ترکیبات و مواد تداخل کننده در این روش از یک ستون بلندتر (۳۰۰ میلی متر) استفاده می شود. ستون های بلند دارای فشار عملیاتی بالاتری هستند. بنابراین در صورت استفاده از لوله های پلیمری و جنس های مشابه باید ستون های انتقال دارای دیواره ضخیم با خلل و فرج ریزتر انتخاب گردد. داشتن قطر ۳،۹ میلی متر برای ستون ها لازم و ضروری نیست و این شرط بر اساس تنظیمات سرعت جریان، شرایط و تجهیزاتی که مورد استفاده می گیرد و سایر پارامترها باید کنترل شود. انتظار می رود تا زمانی که ستون ها دارای تخلخل و همچنین پایداری و ثبات مناسب را داشته باشند، قطرهای ۲،۰ تا ۴،۶ میلی متر دارای عملکرد مشابه باشند.

د. چگالی ماده پرکننده ستون ها (فشرده سازی مواد پرکننده): یک پارامتر خوب برای مقایسه ستون ها، چگالی فشرده سازی مواد پرکننده ستون یا لیگاند است که مشخص کننده نسبت بارگذاری کربن روی ستون ها می باشد [۲۱، ۲۲]. انتظار می رود برای این روش ستونهای با چگالی لیگاند نزدیک به ستون مورد استفاده که توصیه شده است عملکرد مشابهی داشته باشند.

۴. ترکیب فاز متحرک

آ. اصلاح کننده: به دلیل اینکه فاز متحرک اولیه از درصد بالای از آب تشکیل شده است، شرایطی به نام فروپاشی آبگریز در ستون نوع C18 رخ می دهد [۲۳، ۲۴]. ترکیباتی مثل اکسامیل و متومیل که در ستون شسته می شود باعث به وجود آمدن واکنش تعادلی ضعیف، زمان ماند تکرارنشده و ایجاد پیک می گردد. عملکرد ستون را می توان با افزودن مقدار مشخصی از یک نوع الکل به هر دو فاز متحرک A و B بهبود بخشید. در این روش توصیه می شود که محلول ۱-پروپانول ۲ درصد به هر دو فاز متحرک A و B اضافه شود. بهترین غلظت برای این کار ۱-پروپانول بین ۳ و ۴ درصد گزارش شده است [۲۴، ۲۵]. برای ترکیبات آفت کش های ارگانوفسفره غلظت ۲٪ مقداری است که برای به وجود آمدن و حفظ شرایط مطلوب مشخص شده است. در این روش حتی برای ترکیبات متومیل و اکزامیل درصدهای بیشتر از ۵ پیشنهاد شده است [۲۶]. برای کاهش زمان تعادل مجدد در پایان واکنش می توان از ۱-پروپانول استفاده گردد [۲۴]. به منظور کاهش زمان تعادل مجدد، می توان از الکل های دیگر با غلظت های بالاتر استفاده شود [۱]. ایزوپروپانول با غلظت ۳ تا ۵ درصد و متانول با غلظت ۵ تا ۱۰ درصد در این دسته از الکل ها قرار دارند. برای شناسایی آنالیتی که توسط فاز متحرک شستشو داده شده و یا ستونی که از ترکیب غلظت های بالاتر از ۵ تا ۱۰ درصد استونیتریل در آب به عنوان فاز متحرک اولیه استفاده شده که زمان ماندگاری به اندازه کافی طولانی کند، میتوان استفاده الکل را در هر دو فاز از این شرایط حذف کرد. جدول ۴ در صورت ایجاد چنین تغییراتی اعمال نمی شود.

ب. فاز متحرک B: استفاده از متانول خالص برای فاز متحرک B، اختلاط خودکار را دشوار می کند و در طیف های تأیید شده اسکن UV را تقریباً غیرممکن میکند و همچنین باعث افزایش پاسخ اولیه شدید آشکارساز UV می شود به همین علت استونیتریل به عنوان فاز متحرک B انتخاب شده است [۲۹، ۲۸]. اگر شرایط ذکر شده برای تجزیه مشکلی ایجاد نکند استفاده از متانول مورد قبول است و در ستون C18 می توان آنرا جایگزین حلال های دیگر کرد (بخش F3). با این حال، دقت و مقادیر LOD که در جدول ۲ گزارش شده است قابل اجرا نخواهد بود.

ج برنامه ریزی برای حلال ها: یکی از جدی ترین نگرانی هایی این روش، کوتاه کردن زمان ماند ترکیب در ستون است که می توان با استفاده از غلظت های بالای محلول آلی تعدیل کننده، به عنوان فاز متحرک A و همینطور استفاده از غلظت های بالای حلال اولیه فاز متحرک B و برنامه ریزی برای استفاده از حلال سریعتر به این هدف نائل شد. در هر صورت، این تغییرات به طور جدی بر شکل پیک، حساسیت و تکرارپذیری زمان ماند ترکیب های شسته شده اولیه تأثیر می گذارد. همچنین به دلیل کم بودن وضوح اولیه کروماتوگرام، احتمال پاسخ های مثبت کاذب بیشتر از تاثیر مداخله گرهای موجود می باشد. زمان بازداری برای اولین ترکیب شستشو شده باید ۳ تا ۶ برابر بیشتر از زمان بازداری یک حلال برای ترکیبی که باقی مانده محسوب شود. این مقدار تقریباً معادل فاکتور ظرفیت ۲ تا ۵ است [۵]. ضریب نگهداری یا فاکتور ظرفیت برای هر ترکیب را می توان به صورت زیر محاسبه کرد:

$$\text{ضریب نگهداری} = (t_r - t_0)/t_0$$

$$t_r = \text{زمان ماند ترکیب}$$

$$t_0 = \text{زمان ماند آنالیت حفظ نشده (زمان نگهداری فاز متحرک)}$$

نمی توان به ارزش حفظ آنالیت ها توسط شستشوی بیش از حد حلال تاکید کرد.

د بافر: برای آنالیز ترکیباتی مانند فورمتانات، کاربندازیم و بنومیل استفاده از یک بافر مناسب کمک میکند که دستگاه HPLC یک پیک مناسب بدهد. بعد از آزمایشات انجام شده، مناسبترین میزان PH برای بافر 6.8 تا ۷.۱ می باشد و غلظت بافر نیز باید ۰.۰۱ تا ۰.۰۵ مولار باشد. دو آیت، غلظت و PH بافر تأثیر زیادی بر زمان ماند دقیق ترکیب فورمتانات دارد.

۵. حجم های ساکن: حجم های ساکن بر روی زمان های ماند و شکل پیک ترکیبات تأثیر می گذارد. حجم ساکن داخلی از نقطه مخلوط شدن فازهای متحرک A و B تا قسمت بالای ستون می باشد که شامل حجم سرتاسر خطوط انتقال است. خطوط انتقال مجموعه از فیلتر درون خطی (که باید بین پمپ و قسمت تزریق نمونه باشد، و نباید بعد از قسمت تزریق نمونه باشد)؛ تزریق نمونه؛ ستون محافظ؛ و ستون آنالیز است. حجم ساکن بین ۰.۶ تا ۳.۸ میلی لیتر می باشد. در سرعت جریان ۱ میلی لیتر در دقیقه، هر میلی لیتر حجم ساکن نشان دهنده یک تاخیر یک دقیقه ای است که وقتی پمپ تغییری در مخلوط حلال ایجاد می کند و ستون تجزیه آن تغییر را مورد آنالیز قرار می دهد. در واقع معادل تاخیر در برنامه حلال است [۱۳، ۱۴]. در روش حاضر برای ترکیبات با شستشوی اولیه با ایجاد شرایطی که حجم های ماندگاری کم شود و همچنین در برنامه دستگاه تأخیر وجو نداشته باشد، پیک های بهتری ایجاد می شود.

۶. حجم های مرده: حجم های مرده می توانند باعث شکست جدی این روش شوند. برای حجم های مرده باید به منتطقی مانند منافذ بزرگ و لوله های انتقال بلند بین ناحیه انژکتور و ستون تجزیه توجه کرد [۱۵]. ستون های محافظ و قسمت انژکتور، قسمت هایی هستند که بیشترین پتانسیل حجم های مرده را دارا می باشند.

۷. انتخاب طول موج UV

آ. طول موج های مشخص شده در جدول ۱، برای همه ترکیبات بهترین سازش را مشخص کرده است. حداکثر طول موج برای هر یک از آفت کش های نیتروژنه، حساسیت (و/یا) سیگنال به نویز بیشتری را می دهد. برای تعداد کمی از آفت کش های که در جدول ۱ تعیین شده است، میتوان طول موج های دیگری در نظر گرفت. به عنوان مثال، اگر فقط بخواهیم ترکیبات اوره را مورد آزمایش قرار دهیم طول موج جذب ۲۴۰ تا ۲۵۰ نانومتر بیشترین حساسیت را دارد که تداخل کمتری با سایر ترکیبات به همراه دارد.

ب. در گزارش اطلاعات پشتیبانی برای بسیاری از ترکیبات و مداخله گرهای احتمالی، طیف های طول موجی ارائه شده است. این طول موج ها در اثر آزمایش های عملی در محیط های واقعی به دست آمده اند. به دلیل خطاهای اجتناب ناپذیر در پس زمینه، طیف های طول موجی ارائه شده نیز دارای خطاهایی در محدوده طیف های با طول موج پایین (۱۹۰ نانومتر تا ۲۱۰ نانومتر) دارند. این مشکل به دلیل استفاده از الکل به عنوان اصلاح کننده در فاز متحرک می باشد، علیرغم تلاش برای افزودن مقدار مساوی از الکل به هر دو فاز ثابت و متحرک، در انتهای کروماتوگرام ها یک افزایش خفیف به وجود می آید.

ج. بسیاری از کاربامات های O-aryl و سولفنیمیدها فقط در محدوده طول موج های پایین UV (کمتر از ۲۱۵ نانومتر) به خوبی جذب می شوند. به طور کلی این ناحیه دارای نويز پس زمینه بالایی است. در این محدوده طول موجی بسیاری از آلاینده ها هم مانند روان کننده ها و حلال ها، بهتر از طول موج های بالاتر جذب می شوند. استفاده از طول موج بلندتر که در محدوده حداکثر جذب نباشد، نسبت سیگنال به نویز بهتری را دارد. که این موضوع باعث افزایش حساسیت جذب می گردد. با انجام آزمایشاتی طول موج های جذب برای ترکیبات مختلف را مشخص می شود.

د. پهنای باند: برای ارزیابی این روش از پهنای باند ۱۵ نانومتر استفاده شده است.

ج. استانداردهای داخلی

۱. کالیبراسیون استانداردهای داخلی: برای دستیابی به دقت های لیست شده در جدول ۲ وجود استانداردهای داخلی ضروری می باشد [۱۶، ۱]. استانیلید در طول واجذب توسط مواد حفظ نمی شود، بنابراین می توان آن را به مایع استخراج اضافه کرد. همچنین این ماده نسبتاً پایدار است و با زمان ماند سایر آنالیت ها تداخلی ایجاد نمی کند. ترکیب دوم، استوفنون است که میتوان به عنوان یک استاندارد داخلی پشتیبان استفاده گردد. همچنین توسط اکثر مواد حفظ نمی شود به جز XAD-2 که ۹۵ درصد بازیابی دارد. وقتی که استانیلید با ترکیب ها یا آلاینده های دیگر تداخل پیدا کند، می توان از استوفنون به عنوان استاندارد داخلی استفاده کرد.

۲. جایگزین استانداردهای داخلی کالیبراسیون: در شرایط ایزوکراتیک، انتخاب استانداردهای داخلی که دارای فاکتورهای ظرفیت نزدیک به آنالیت ها را دارد منطقی به نظر می رسد. مواد زیادی برای جایگزین استاندارد داخلی کالیبراسیون وجود دارد از جمله این مواد می توان به آلکیل فنون ها برای ترکیباتی که دیر شسته می شوند و ۴-هیدروکسی استانیلید (استامینوفن) برای ترکیباتی که زودتر شسته می شوند اشاره کرد. در جدول ۴ زمان نگهداری آنها آورده شده است.

رزین XAD-2 کمترین میزان بازیابی فنون های با زنجیره بلند آلکیل را دارد. پس تا زمانی که رزین XAD-2 به طور کامل حذف نشده اند، نباید فنون ها را به محلول های استخراج اضافه کرد.

۳. شاخص بازداری استانداردهای مرجع: این استانداردها اختیاری هستند و برای اهداف کیفی جهت تعیین زمان بازداری نسبی استفاده می شوند. این شاخص در جدول ۴ مشخص شده است که شامل یک سری همولوگ از آلکیل فنون ها و استانیلیدها هستند. با استفاده از استاندارد داخلی، زمان ماند استاندارد مرجع با نزدیکترین زمان شستشو نسبت به زمان ماند یا زمان ماند نسبی تعیین می شود. شاخص ماندگاری، بر اساس ستون و شرایط تجزیه متفاوت است، اما برای هر شرایط از دستگاه باید سازگار باشد. استفاده از این شاخص به عنوان یک ابزار کیفی در مدت زمانی طولانی قابل اعتماد است. این شاخص به صورت زیر محاسبه می شود:

$$A = \frac{T_{r(A)} - T_{r(RS-P)}}{T_{r(RS-F)} - T_{r(RS-P)}} + N_{(RS-P)}$$

شاخص نگهداری برای ترکیب A

A : زمان نگهداری ترکیب $T_{r(A)}$

: زمان نگهداری استاندارد مرجع قبلی $T_{r(RS-P)}$

زمان نگهداری استاندارد مرجع متعاقب : $T_{r(RS-F)}$

$N_{(RS-P)}$: عددی که به استاندارد مرجع قبلی اختصاص داده شده است. به اولین پیک در این گروه عدد صفر اختصاص داده شده است.

اعداد تخصیص داده شده برای سری استانیلید و فنون در جدول ۴ آورده شده است.

به منظور جلوگیری از اشتباه در کروماتوگرام ها، استانداردهای رفرنس شاخص نگهداری به عنوان استاندارد خارجی به صورت دوره ای آزمایش می شوند اما به خود نمونه های آنالیز اضافه نمی گردند. استفاده از این استانداردهای مرجع به صورت اختیاری است اما اگر با ترکیبات ناشناخته سروکار داشته باشیم استفاده از این استانداردها تکنیک های تاییدی دیگر را تقویت می کند.

ت. تداخل:

آشکارساز UV برای بسیاری از ترکیبات پاسخ می دهد. زمان نگهداری برخی از تداخلات بالقوه در جدول ۴ ارائه شده است.

۱. ناخالصی های DF در فازهای متحرک که مواد اضافه می شوند: باید فقط از حلال های مربوط به خلوص HPLC استفاده شود. با گذشت زمان محلول تری اتیل آمین (TEA) ناخالصی های ناشناخته ای را ایجاد می کند که باعث ایجاد بی نظمی ها و تخریب های قابل توجهی در خط پایه می شود. محلول TEA در دمای ۰ تا ۴ درجه سانتیگراد، در یک خشک کن کوچک و زیر نیتروژن نگهداری شود این مشکل کم شده یا به طور کلی از بین می رود.

۲. حلال ها یا سوخت های آلی

آ. کلروفرم واکنشی را نشان می دهد که با کاربایل کولوت می شود (جدول ۴). شفافیت اسکن اشعه UV مربوط به ترکیبات بنومیل و کاپتان که از متیلن کلرید ساخته می شوند از کلروفرم بیشتر است.

ب تولوئن (جدول ۴)

ج. در زمان جمع آوری و جابجایی حلال هایی که در ترکیبات آنها کتون وجود دارد مانند استر یا ترکیباتی از قبیل حلال های لاک، بنزین، پاک کننده های رنگ و حلال های تمیزکننده باید نکات ایمنی رعایت شود و یا اطلاعات مربوط به این کار مستند گردد.

۳. مواد شیمیایی صنعتی (افزودنی های پلاستیک و لاستیک)

آ. بسته به انتخاب نوع ستون و شرایط حاکم برخی مواد سازنده پلاستیک، ممکن است در ستون مورد نظر شسته شوند. این مواد شامل دی اتیل و دی بوتیل فتالات می باشد. دی بوتیل فتالات در ساخت دستکش های پلی وینیل، لوله های پلاستیکی انعطاف پذیر و در پوش بطری ها و دسته ابزارها استفاده می شود. باید از تماس مستقیم با این مواد اجتناب شود یا اطلاعات آنها مستند گردد. سایر مواد سازنده پلاستیک، مانند دیوکتیل فتالات و بی اتیل هگزیل آدیپات در ستون ها دیرتر شستشو می شوند و معمولاً پس از ۳۰ دقیقه در شرایط مشخص شسته خواهند شد. اگر زمان کار با دستگاه HPLC کوتاه باشد ممکن است این مواد روی ستون باقی مانده و در هنگام انجام آزمایش های بعدی باعث ایجاد تداخل شوند.

ب آنتی اکسیدان های معمولی هم مانند BHT (۲و۶- دی تری بوتیل -۴-متیل فنول) در ستون ها دیرتر شسته می شوند. ممکن است این مواد نیز روی ستون باقی مانده و در هنگام انجام آزمایش های بعدی باعث ایجاد تداخل شوند.

۴. سایر آفت کش ها: اغلب اسپری های حشره کش نیز حاوی ترکیبات آفت کش می باشند. آفت کش های کلرپیریفوس (که از نوع آفت کش های ارگانوفسفره هست) یا پیرتروئید مخلوط با پروپوکسور در این اسپری ها وجود دارد. هر دوی این آفت کش های غیر کارباماتی را می توان تحت شرایط خاصی شناسایی کرد. برای شناسایی کیفی کلرپیریفوس از زمان ماند و طیف جذبی آن استفاده می شود. در ستون HPLC پیرتروئیدها دیرتر از کاربامات ها شسته می شوند. در صورت وجود این مواد در نمونه تزریق شده به دستگاه ممکن است روی ستون باقی مانده و در هنگام انجام آزمایش های بعدی شسته شوند و همین عامل باعث ایجاد تداخل شوند.

مخلوط کردن علف کش های مختلف مانند دیورون با ۴،۲-D، بروماسیل یا آترازین یک موضوع معمول و عادی می باشد. به همین دلیل برای شناسایی کیفی سایر علف کش های رایج، زمان نگهداری و طیف جذبی آنها نیز جدول ۴ آورده شده است استفاده می شود.

۵. مواد شیمیایی متفرقه: تعدادی از مواد شیمیایی وجود دارند که زمان ماند و زمان شستشوی آنها درستون مشابه زمان ماند کاربامات ها و آفت کش های اوره می باشد که این امر ممکن است باعث ایجاد تداخل با ترکیبات مورد نظر شوند. وجود این ترکیبات در محیط و منابع ایجاد کننده آنها یا نحوه استفاده از این ترکیبات را باید به عنوان بخشی از تاریخچه نمونه مستند کرد. در جدول ۴ تعدادی از این ترکیبات آورده شده است که شامل موارد زیر است.

آ. دفع کننده رایج حشرات ، DEET (ان و ان-دی اتیل متا تولوآمید). از آنجایی که DEET در فضاهای باز به مقدار زیادی توسط کارگران مورد استفاده قرار می گیرد، وجود آنها بر روی پوست بدن یا لباس یک امر اجتناب ناپذیر است. به همین دلیل زمانی که شخص نمونه بردار در مجاورت این ماده قرار گیرد ممکن است از طریق تماس مستقیم با این ماده یا هنگام جمع آوری بخارات آن آلوده گردد که همین امر باعث آلودگی ثانویه نمونه گردد. همینطور موقع استفاده از قوطی یا بطری اسپری حشره کش نیز این فرد میتواند در معرض اسپری بیش از حد قرار گیرد.

ب هنگام نمونه برداری در صورت وجود دود تنباکو در محیط ممکن است وارد نمونه گردد که مواد تشکیل دهنده دود از جمله نیکوتین باعث ایجاد تداخل در هنگام تجزیه نمونه می شود.

ج. کافئین و ترکیبات موجود در نوشیدنی های مورد استفاده نیز ممکن است باعث ایجاد تداخل گردد.

ج. نمونه بردار

۱. جاذب نمونه بردار OVS-2

OVS-2 . (نمونه بردار چندکاره OSHA همراه با XAD-2) فیلتر و جاذب XAD-2 در یک لوله جاذب قرار گرفته اند. وجود فیلتر برای به دام انداختن ذرات معلق در هوا (سایز کمتر از میکرون) که از بستر XAD-2 عبور می کنند ضروری است.

۲. فیلتر الیاف کوارتز و فیلترهای فایبر گلاس (GFF). جاذب OVS-2 به همراه فیلتر فایبر گلاس یا الیاف کوارتز در دسترس هستند. OSHA استفاده از فیلتر فایبر گلاس را توصیه کرده است اما NIOSH استفاده از فیلتر فیبر کوارتز را تعیین کرده است. هیچ تفاوتی در راندمان و جذب فیلترهای فایبر گلاس و الیاف کوارتز برای ترکیباتی که با استونیتریل واجذب می شوند وجود ندارند. بنابراین انتخاب نوع تیوب های مصرفی براساس آنالیت های مورد آزمایش در این روش مشخص می شوند.

۳. میزان جریان: جاذب نمونه بردار OVS-2 برای سرعت جریان ۱ لیتر در دقیقه طراحی شده است. در سرعت های جریان پایین تر (۰.۱ تا ۰.۲ لیتر در دقیقه) ممکن است سرعت جذب کافی برای ذرات معلق وجود نداشته باشد.

۴. استفاده از مایع اسپایک: حلقه نگهدارنده تفلون هنگام اسپایک کردن سطح لوله های OVS-2 با حجمی بیش از ۱۰ میکرولیتر باید برداشته شود تا از فتنه شدن حلال حامل در پشت حلقه و ایجاد خطا جلوگیری شود. مایع اسپایک با حجم بیش از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر به بخش XAD-2 سرازیر می شود و احتمالاً به بخش پشتی جاذب نفوذ می کند. هر موقع که بخواهیم بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر مایع اسپایک به جاذب وارد کنیم، هوا باید در طول اسپایکینگ با سرعت تقریبی ۱ لیتر در دقیقه از داخل لوله ها کشیده شود و در این مرحله برای جبران حجمی از حلال که خشک می شود، می توانیم ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر از حلال را در چند دقیقه به آن اضافه کنیم.

تأییدیه

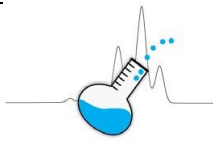
۱. بر اساس زمان نگهداری نسبی (شاخص نگهداری) (RI) شاخص نگهداری (RI) بر اساس نوع ستون و شرایط آزمایش به طور قابل توجهی از یکدیگر متفاوت هستند. برای ترکیبات مختلف استفاده از زمان نگهداری نسبی که در شرایط آزمایشگاهی به دست آمده اند سازگار است و برای مقایسه روزانه بسیار قابل اطمینان تر از زمان های نگهداری مطلق خواهد بود. شاخص نگهداری واقعی باید برای هر مجموعه از شرایط مورد آزمایش ایجاد شود. متغیرترین زمان ها و شاخص های ماندگاری مربوط به ترکیباتی هستند که از روش شستشو یونی برای آنها استفاده می شود یا با قسمت های قطبی ستون به شدت واکنش می دهند.

۲. بر اساس ستون دوم. هنگام شسته شدن فاز ثابت سیانوپروپیل، بعضی از تبادلات با میزان زیادی رخ می دهد که این امر باعث تغییر فاصله نسبی بین ترکیب های نزدیک به هم در کروماتوگرام می شود. این موضوع در تأییدیه این روش بسیار تاثیرگذار است.

۳. بر اساس حلال جایگزین. همانطور که در بخش B1 ذکر شد، متانول به عنوان حلال متحرک فاز B در ستون C18 می تواند برای تأییدیه این روش مورد استفاده قرار گیرد. به دلیل این که متانول نسبت به استونیتریل برهمکنش بیشتری با فاز ثابت ایجاد می کند که همین امر باعث فعال شدن نیروهای مولکولی متفاوت می شود. در نتیجه تغییرات قابل توجهی در ترتیب نگهداری ترکیبات ایجاد می شود. این عامل تاثیر بیشتری نسبت به استفاده از ستون سیانوپروپیل برای برخی از ترکیب ها دارد.

۴. بر اساس دو طیف جذب UV. تا زمانی که کانال های های جذب اشعه ماوراء بنفش اشباع نشده اند، نسبت ثابتی بین باندهای جذب تصحیح شده با پس زمینه باید وجود داشته باشد که برای هر آنالیت مقدار مشخصی است. این مقدار منعکس کننده نسبت ارتفاع نسبی طیف های جذبی در باندهای UV است. این نسبت ها به استفاده از پهنای باندهای جذب شده بستگی دارد که پهنای باند ثابت باید به صورت ثابت باشد. نسبت جذب یکسره و ثابت در پیک HPLC نشان دهنده خلوص ترکیب مورد آزمایش می باشد. نسبت جذب متغیر در پیک نشان دهنده داشتن وجود چندین ماده مختلف در ترکیب می باشد.

۵. بر اساس مطابقت با طیف UV مرجع. طیف های ناشناخته در هیچ بخشی نباید بیش از حد اشباع شوند. به همین دلیل پس زمینه باید به صورت درست تصحیح شود. اگر خط مبنا روند صعودی داشته باشد، پس زمینه انتخاب شده برای پشت پیک ممکن است باعث کاهش جذب در ناحیه کمتر از ۲۱۰ نانومتر شود. پس زمینه انتخاب شده برای پیک نمونه مجهول HPLC، باید به این ناحیه از طیف اضافه شود. برای داشتن بهترین شرایط در ابتدا باید پس زمینه میانگین بدست آورده شود و طیف حداکثری به اندازه چند نانومتر مطابقت داشته باشد. بسته به غلظت ترکیب ها و ویژگی های آشکارسازهای اشعه ماوراء بنفش ممکن است جذب نسبی در هر طیفی حتی پس از کم کردن عامل پس زمینه، متفاوت باشد.

	فرمالدئید روی گردوغبار (چوب یا پارچه) FORMALDEHYDE ON DUST (TEXTILE OR WOOD)	شماره روش: ۵۷۰۰ تاریخ انتشار: ۲۹-۰۲-۲۰۱۶
CAS: 50-00-0 RTECS: LP8925000		H2C=O: فرمول شیمیایی: وزن مولکولی: ۳۰/۰۳
اسامی مترادف: متانال، فرمالین (فرمالدئید آبدار ۳۰ تا ۶۰ درصد وزن/حجمی)، متیلن اکساید ویژگی ها: گاز، نقطه جوش °C ۱۹٫۵-، فشار بخار ۱٫۰۶۷ (هوا = ۱)، گستره انفجار ۷ تا ۷۳ درصد در هوا نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز مواجهه OSHA: ۰٫۷۵ پی پی ام؛ ۲ پی پی ام STEL NIOSH: ۰٫۱۶ پی پی ام؛ ۰٫۱ پی پی ام C؛ سرطانزا		
سنجش روش سنجش: HPLC، دتکتور UV آنالیت: ۲٫۴-دی نیترو فنیل هیدرازین مشتق فرمالدهید کالیبراسیون: محلول های استاندارد فرمالدهید در ۱٫۳ میلی گرم بر میلی لیتر DNPH/ACN حد تشخیص (LOD): ۰٫۸ میکرو گرم بر نمونه [۱] دقت ($\bar{S}_r$): ۰٫۷۸ به ازای ۷ تا ۱۷۴ میکرو گرم بر نمونه [۱] حجم تزریق: ۱۵ میکرو لیتر واجذب: ۱۰ میلی لیتر آب مقطر در دمای ۳۷ درجه سانتی گراد به مدت ۴ ساعت؛ ۱ تا ۳ میلی لیتر ۲٫۴-دی نیترو فنیل هیدرازین/استونیتریل () فاز متحرک: ۳۰ درصد استونیتریل/۶۶ درصد متانول/آب (۱:۱) حجمی/حجمی؛ ۱ میلی لیتر بر دقیقه ستون: C18، اندازه ذرات ۵ میکرو متر، طول ۱۰ سانتی متر و قطر داخلی ۸ میلی متر (همراه با ستون محافظ C18) آشکارساز: UV @ 365 nm گستره: ۰٫۴ تا ۴۰۰۰ مکرو گرم بر نمونه	نمونه برداری نمونه بردار: نمونه بردار گردوغبار قابل تنفس مؤسسه طب کار (IOM) یا معادل آن همراه با فیلتر PVC ۲۵ میلی متر، تخلخل ۵ میکرو متر دبی: ۲ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۲۴۰ لیتر (۰/۰۰۲ میلی گرم بر متر مکعب) حداکثر حجم نمونه: ۱۰۵۰ لیتر روش انتقال نمونه: کاست را با فیلتر در بطری ۳۰ میلی لیتری پلی اتیلن با چگالی پایین (LDPE) با درپوش پیچی قرار داده و آنرا خنک و به صورت قائم نگه دارید. پایداری نمونه: ۲۱ روز (بستگی به مدیا دارد) نگهداری در مخزن سرد پیشنهاد می شود. نمونه های شاهد: دو تا ده شاهد برای هر ست نمونه برداری	

احتیاط‌های ویژه اسید پرکلریک یک عامل اکسیدکننده قوی است که در صورت مصرف و استنشاق سمی است و یک محرک قوی است. فقط در زیر یک هود با تهویه مناسب استفاده کنید. فرمالدئید یک ماده مشکوک به سرطان‌زایی است [۱، ۶] و باید در زیر هود استفاده شود.	صحت محدوده مطالعه: ۰,۰۰۷ تا ۰,۱۶ mg/m³ تورش: ۴- درصد دقت کلی ($\bar{S}_{RT}$): ۰/۰۹۳ صحت: ۲۲± درصد
کاربرد محدوده کاری ۰/۰۰۰۴ الی ۳/۸ میلی‌گرم بر مترمکعب برای نمونه‌های ۱۰۵۰ لیتری است. این روش برای تعیین مقدار فرمالدئید در گردوغبار نساجی و چوب استفاده می‌شود. در تفسیر داده‌هایی که با این روش جمع‌آوری شده بایستی احتیاط کرد. این نتایج باید به طور جداگانه از داده‌های مواجهه با فرمالدئید در فاز بخار گزارش شود تا اینکه داده‌های کافی برای تفسیر اپیدمیولوژیک مناسب از مواجهه‌های ذرات حاوی فرمالدئید جمع‌آوری شود.	
مداخله‌گرها شناسایی نشده است.	
روش‌های دیگر در آنالیز فرمالدئید، در صورت عدم وجود فنل یا سایر مواد که با اسید کروموتروپیک تداخل ایجاد می‌کنند، روش آنالیز توصیف شده در NIOSH 3500 نیز می‌تواند با این تکنیک استخراج استفاده شود (به ضمیمه نگاه کنید). روش آنالیز مورد استفاده در این روش برای تعیین فرمالدئید در آگزوز خودرو نیز استفاده شده است [۳]. یک آنالیز جایگزین [۴] ممکن است در ارتباط با این روش برای تعیین میزان فرمالدئید "انتشار یافته" ذرات جمع‌آوری شده استفاده شود. روش NIOSH 5700 هر دو فرمالدئید انتشار یافته و معادل‌های فرمالدئید (به عنوان مثال، قطعات الیگومری کوچک از رزین حاوی فرمالدئید) موجود در محلول‌های هیدرولیز را تعیین می‌کند. استفاده از این دو رویکرد آنالیزی ممکن است نتایج متفاوتی بین شکل‌های فرمالدئیدهای موجود در نمونه را نشان دهند.	
تجهیزات ۱. نمونه‌بردار: فیلتر ۲۵ میلی‌متری PVC (اندازه منافذ ۵ میکرومتر)، هولدر IOM ۲. پمپ نمونه‌برداری فردی: دبی ۲ لیتر در دقیقه، با لوله‌های قابل-انعطاف پلی‌اتیلنی یا PTFE ۳. بطری ۳۰ میلی‌لیتر با درپوش پیچی، پلی‌اتیلنی با چگالی کم (LDPE). <u>توجه:</u> از بطری‌های با آستر پلی‌کان استفاده نکنید (منبع فرمالدئید بالا). ۴. کروماتوگراف مایع با آشکارساز UV، ثبت‌کننده، یکپارچه‌ساز و ستون (صفحه ۱-۵۷۰). ۵. انبرک ۶. سرنگ ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتر. ۷. بالن ژوژه ۱۰، ۱۰۰ میلی‌لیتری و ۱ لیتری. ۸. پیپت، شیشه‌ای ۰,۱، ۰,۵، ۱ و ۳ میلی‌لیتری،	مواد شیمیایی مصرفی ۱. ۴,۲-دی‌نیتروفنیل‌هیدرازین (2,4-DNP) (۱/۳ گرم) در ۱ لیتر استونیتریل؛ محلول ۱,۳ میلی‌گرم بر میلی‌لیتر. ۲. محلول مادر فرمالدئید، ۱ میلی‌گرم در میلی‌لیتر (به ضمیمه نگاه کنید). ۳. متانول، تقطیر شده در شیشه. ۴. استونیتریل، تقطیر شده در شیشه. ۵. آب، دیونیزه و مقطر. ۶. محلول اسید پرکلریک، ۱ N*. * به احتیاط‌های ویژه مراجعه کنید.

۹. استوانه مدرج، شیشه‌ای، ۲۵ میلی لیتری. ۱۰. دستکش نخی. ۱۱. وسیله استانداردسازی محلول مادر فرمالدئید، بورت، ۵۰ میلی لیتر. ۱۲. PH متر. ۱۳. همزن مغناطیسی. ۱۴. بشر ۵۰ میلی لیتری. ۱۵. ویال، ۵ میلی لیتر. ۱۶. فیلتر، ۰/۴۵ میکرومتر. ۱۷. ویال Scintillation، ۲۰ میلی لیتر.	
نمونه برداری ۱. هر پمپ نمونه برداری فردی را، با یک نمونه بردار در مدار، کالیبره کنید. ۲. در صورت نیاز به اندازه گیری های وزن سنجی، کاست های IOM را فقط در حالی که دستکش های نخی در دست دارید حمل کنید. از روش NIOSH 0500 برای توزین قبل و بعد از جمع آوری فیلترها استفاده کنید. کاست حاوی فیلتر ۲۵ میلی متری PVC با منافذ ۵ میکرومتری در هولدر قرار دهید. ۳. خروجی هولدر را به پمپ نمونه برداری وصل کنید. ۴. ۲۴۰ تا ۱۰۵۰ لیتر هوا با دبی ۲ لیتر در دقیقه نمونه برداری کنید. ۵. کاست را با احتیاط از هولدر به یک بطری پلی اتیلنی (LDPE) ۳۰ میلی لیتری با درپوش پیچی انتقال دهید و در بطری را ببندید. در هنگام حمل و نقل از محفظه مناسب به منظور جلوگیری از آسیب استفاده نموده و بطری ها را به صورت قائم نگه دارید. ۶. یک نمونه بالک (حدود ۱ گرم) از گردوغبار/الیاف را در یک ویال شیشه ای جمع آوری کرده و جداگانه انتقال دهید.	
آماده سازی نمونه ۷. پس از توزین، کل کاست را به بطری پلی اتیلنی با درپوش پیچی برگردانید. ۸. هشت میلی لیتر آب مقطر را به بطری با درپوش پیچی حاوی کاست انتقال دهید. از انبرک برای جدا کردن کاست غوطه ور در آب استفاده کنید. تمام قطعات کاست را از بطری جدا کنید (آب اضافی را خارج کنید). محلول حاصل را به یک ویال ۲۰ میلی لیتری منتقل کنید و بطری با درپوش پیچی را با ۲ میلی لیتر آب مقطر اضافی بشوید. درپوش روی ویال را ببندید و سپس ویال را به مدت چهار ساعت در حمام آب ۳۷ درجه سانتیگراد قرار دهید. بعد از گذشت زمان تعیین شده بطری را از حمام آب خارج کنید و اجازه دهید ۳۰ دقیقه خنک شود. محلول را با استفاده از فیلتر با منافذ ۰/۴۵ میکرومتری فیلتر و به یک بطری دیگر انتقال دهید.	
کالیبراسیون و کنترل کیفی ۹. یک محلول استوک کالیبراسیون از رقیق کردن ۱ میلی لیتر از محلول استوک فرمالدئید ۱ میلی گرم بر میلی لیتر در ۱۰۰ میلی لیتر با آب مقطر تهیه کنید. ۱۰. برای تهیه استانداردها، مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون (به عنوان مثال، ۴۰، ۲۰۰، ۷۵۰، ۲۰۰۰، ۵۰۰۰ و ۱۰۰۰۰ میکرولیتر) را به فلاسک های حجمی ۱۰ میلی لیتری بریزید. در صورت نیاز به استانداردهای بالاتر، می توان با استفاده از رقت های مختلف محلول استوک فرمالدئید، تهیه کرد. ۱۱. آب مقطر را اضافه کنید تا حجم هر استاندارد کاری به ۱۰ میلی لیتر برسد. ۱۲. استانداردهای کاری را همراه با نمونه ها و شاهدها آنالیز کنید (مراحل ۱۴ تا ۱۷). ۱۳- نمودار کالیبراسیون مساحت در مقابل مقدار (میکروگرم) فرمالدئید در هر نمونه (حجم کل ۱۰ میلی لیتر) را تهیه کنید.	

سنجش

۱۴. یک میلی لیتر محلول از مرحله ۸ (یا مرحله ۱۱) را به یک ویال ۵ میلی لیتری حاوی ۳ میلی لیتر از محلول ۲،۴-دینیتروفنیل هیدرازین/استونیتریل (۱،۳ میلی گرم در میلی لیتر) منتقل کنید. یک قطره اسید پرکلریک ۱ نرمال را اضافه نمایید (تا واکنش برای تشکیل هیدرازون مربوطه کاتالیز شود)، درپوش ویال را قرار دهید و آن را به آرامی برای چندین ثانیه تکان دهید.

۱۵. کروماتوگرافی مایع را روی شرایط مشخص شده در صفحه ۲-۵۷۰۰ تنظیم کنید.

۱۶. پانزده میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید.

۱۷. مساحت پیک را اندازه گیری کنید.

توجه ۱: اگر مساحت پیک از بالاترین استاندارد بزرگتر است، مقدار کمتری از محلول بدون واکنش باقی مانده را بگیرید، با آب مقطر به ۱ میلی لیتر رقیق و آنالیز کنید (مراحل ۱۴ تا ۱۷) و در محاسبات فاکتور رقیق سازی مناسب را اعمال کنید.

توجه ۲: برای نتایج بهینه، به دلیل اینکه حداکثر مقدار فرمالدئید که می تواند با ۳،۹ میلی گرم ۴،۲-دی نیتروفنیل هیدرازین واکنش دهد، ۵۹۰ میکروگرم است، تمام نمونه های حاوی بیش از ۴۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر را باید رقیق و مجدداً آنالیز نمود.

محاسبات

۱۸. جرم (میکروگرم) فرمالدئید (W) موجود در نمونه و میانگین نمونه شاهد (B) را از نمودار کالیبراسیون را تعیین کنید. از فاکتور محلول (به عنوان مثال، ۱ میلی لیتر نمونه/حجم اصلی از مرحله ۱۴) و حجم کل نمونه (۱۰ میلی لیتر) مناسب استفاده کنید، مگر اینکه در منحنی کالیبراسیون اصلاح شود (مرحله ۱۳).

توجه: برای هر نمونه ای که از بالاترین استاندارد کالیبراسیون فراتر رفته باشد، ضریب رقیق سازی را درج کنید.

۱۹- غلظت فرمالدئید را از گردوغبار موجود در حجم هوا (لیتر)، محاسبه کنید.

$$C = \frac{W - B}{V}, mg/m^3$$

ارزیابی روش

این روش در محدوده ۷ تا ۱۷۴ میکروگرم به ازای هر نمونه در دمای ۲۴ درجه سانتیگراد و فشار ۷۶۱ میلی متر جیوه با استفاده از روش آنالیز کروموتروپیک، مورد بررسی قرار گرفت. دقت اندازه گیری کلی، با در نظر گرفتن ۵ درصد ضریب خطای پمپ، ۰/۰۹۳ بود. در روش آنالیز ۴،۲-دی نیتروفنیل هیدرازین، نیز دقت مشابهی مشاهده شد. پایداری نمونه در طول ذخیره، با ۷ میکروگرم فرمالدئید/۲ میلی گرم گردوغبار چوب آغشته شده به رزین اوره/فرمالدئید، ارزیابی شده بود. نمونه ها پس از ۲۱ روز ذخیره در شرایط محیطی در مقایسه با نمونه های یک روزه، ۱۰۱ درصد بازیافت را نشان دادند. با این وجود، مطالعات با یک ماتریس متفاوت (الیاف چوب آغشته به اوره/فرمالدئید) نشان داد که نمونه ها ممکن است هنگام ذخیره در دمای اتاق ناپایدار باشند.

مقایسه نتایج حاصل از آنالیز ۴،۲-DNP با نتایج حاصل از آنالیز استیل استون، تفاوت معنی داری بین دو روش را نشان داد. آنالیز استیل استون از شرایط ملایم تری استفاده می کند و به نظر می رسد فقط با فرمالدئید انتشار یافته واکنش نشان می دهد، در حالی که آنالیز ۴،۲-DNP نیاز به افزودن اسید پرکلریک دارد و ممکن است قطعات الیگومریک از رزین هیدرولیز شده در نمونه تا حدی شکسته شود. با آنالیز نمونه ها با هردو روش، مشخصه یابی بیشتری از ماتریس نمونه و مواجهه بالقوه، ممکن است به دست آید. در ماتریس هایی که در آن موادی که می توانند کمپلکس هایی با فرمالدئید تشکیل دهند، مانند سولفیت ها، وجود دارند، آنالیز استیل استون ممکن است بایاس کمتری داشته باشد، به دلیل اینکه در این روش این کمپلکس ها شکسته نمی شوند (۸).

دو مقایسه در ارتباط با نمونه بردارهای IOM و کاست های closed-face در شرایط میدانی انجام شده است (۱). در هر دو مطالعه، به طور متوسط نمونه بردارهای IOM گردوغبار/الیاف بیشتری را نسبت به closed-face جمع آوری کرده اند. سطح فرمالدئید اندازه گیری شده با روش استخراج مورد استفاده در گرد و غبار/الیاف (بر حسب میکروگرم بر میلی گرم) در این روش هم برای IOM و هم برای کاست های closed-face قابل قیاس بود. به طور متوسط، IOM تمایل به جمع آوری گردوغبار بیشتر از کاست closed-face را داشت.

منابع

- [1] Kennedy ER, Gagnon YT, Teass AW, Seitz T [1992]. Development and evaluation of a sampling and analytical method for the determination of formaldehyde content of dust. Appl Occ Environ Hyg 7(4): 231-240.
- [2] NIOSH [1994]. Formaldehyde: Method 3500. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- [3] Lipari F, Swarin S. [1982]. Determination of formaldehyde and other aldehydes in automobile exhaust with an improved 2,4-dinitrophenylhydrazine method. J Chromatogr 247: 297-306.
- [4] Elia VJ, Messmer RA [1992]. Evaluation of method for estimating formaldehyde released from resincontaining paper and wood product dusts. Am Ind Hyg Assoc J 53: 632-638.
- [5] ACGIH [1985]. Particle Size Selective Sampling in the Workplace: Report of the ACGIH technical committee on air sampling procedures. Cincinnati, OH. American Conference of Governmental Hygienists.
- [6] NIOSH [1981]. NIOSH/OSHA occupational health guidelines for occupational hazards. Cincinnati, OH: U. S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 81-123
- [7] NIOSH [1994]. Particulate not otherwise regulated, total: Method 0500. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- [8] Nash T [1953]. The colorimetric estimation of formaldehyde by means of the Hantzsch reaction. Biochem J 55:416.

نویسنده روش:

Y.T. Gagnon and E.R. Kennedy, NIOSH

ضمیمه: تهیه و استانداردسازی محلول استوک فرمالدئید (حدود ۱ میلی گرم در میلی لیتر)

۲,۷ میلی لیتر محلول فرمالین آبی ۳۷ درصد را با آب مقطر و دیونیزه به ۱ لیتر رقیق کنید. این محلول حداقل به مدت سه ماه پایدار است. محلول را با قرار دادن ۵,۰ میلی لیتر محلول سولفیت سدیم ۱,۱۳ مولار تازه تهیه شده در یک بشر ۵۰ میلی لیتری استاندارد کنید و به صورت مغناطیسی هم بزنید. pH را با باز یا اسید بین ۸,۵ تا ۱۰ تنظیم کنید. آن را ثبت کنید. ۱۰,۰ میلی لیتر محلول استوک فرمالدئید اضافه کنید. اکنون pH باید بیشتر از ۱۱ باشد. محلول را با اسید سولفوریک ۰,۰۲ نرمال (۱۱ میلی لیتر اسید = ۰,۶۰۰ میلی گرم فرمالدئید؛ حدود ۱۷ میلی لیتر اسید مورد نیاز است) به pH اولیه‌اش تیترو کنید. اگر pH نقطه پایانی بیش از حد باشد، با هیدروکسید سدیم ۰,۰۱ نرمال تا نقطه پایانی دوباره تیترو کنید. غلظت Cs (mg/mL) محلول ذخیره فرمالدئید را محاسبه کنید:

$$C_s = \frac{30.0(N_a V_a - N_b V_b)}{V_s}$$

که در آن:

۳۰,۰ = ۳۰,۰ گرم/معادل فرمالدئید

Na = نرمالیتی اسید سولفوریک (۰,۰۲ نرمال)

Va = حجم اسید سولفوریک (mL) مورد استفاده برای تیتراسیون

Nb = نرمالیتی NaOH (۰,۰۱ نرمال)

Vb = حجم NaOH (mL) مورد استفاده برای تیتراسیون برگشتی

Vs = حجم محلول ذخیره فرمالدئید (۱۰,۰ میلی لیتر)

روش آنالیز جایگزین برای تعیین فرمالدئید آزاد شده از نمونه های گردوغبار/الیاف

توجه: این روش آنالیز فقط باید در مواردی استفاده شود که تداخلی در آنالیز اسید کروموتروپیک وجود نداشته باشد. این تداخل ها شامل فنل، مواد آلی قابل اکسید شدن، سایر آلدئیدها و الکل ها است.

برای تعیین فرمالدئید با روش اسید کروموتروپیک، مقدار ۴ میلی لیتر از محلول حاصل از واجذب و انکوباسیون فیلتر (مرحله ۸) با شیوه ای که در روش NIOSH 3500 توضیح داده شده است، آنالیز شد. مقدار کروموتروپیک اسید اضافه شده به نمونه می تواند با حداکثر ۴۲ میکروگرم فرمالدئید در هر نمونه واکنش دهد. (هرگاه مقدار فرمالدئید به ۳۰ میکروگرم در هر سهم نزدیک می شد، نمونه رقیق شده و دوباره آنالیز شد). سپس میزان جذب نمونه ها در ۵۸۰ نانومتر، با منحنی کالیبراسیون ساخته شده از نتایج به دست آمده از آنالیز استانداردهای کالیبراسیون حاوی مقادیر شناخته شده فرمالدئید، مقایسه شد. مقدار فرمالدئید موجود در هر نمونه براساس منحنی کالیبراسیون تعیین شد.

استانداردهای کالیبراسیون با رقیق کردن محلول استاندارد فرمالین در آب مقطر (۱ میلی گرم در میلی لیتر) تهیه و به همان روش نمونه ها مورد آنالیز قرار گرفت. محدوده کالیبراسیون معمولاً ۱ تا ۲۵ میکروگرم فرمالدئید / ۴ میلی لیتر را پوشش می دهد. حد تشخیص ۰,۴۴ میکروگرم فرمالدئید / نمونه بر فیلتر در ارزیابی آزمایشگاهی این روش آنالیز تعیین شد.

سلب مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان های حامی یا برنامه ها یا محصولات آنها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت ها ندارد. همه آدرس های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

		شماره روش: ۶۰۰۱ تاریخ انتشار: ۲۰۱۵-۱۰-۲۰
آرسین ARSINE		
CAS: 7784-42-1 RTECS: CG6475000		فرمول شیمیایی: AsH_3 وزن مولکولی: ۷۷/۹۵
اسامی مترادف: هیدروژن آرسنید؛ آرسنیک تری هیدرید ویژگی ها: گاز؛ دانسیته ۳/۴۸۴ گرم بر لیتر در دمای ۲۰ درجه سانتیگراد، نقطه جوش ۶۲/۵- درجه سانتیگراد، دمای ذوب ۱۱۶/۳- درجه سانتیگراد. نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز مواجهه OSHA: ۰.۰۵ پی پی ام NIOSH: ۰.۰۰۲ میلی گرم بر مترمکعب، حدسقفی ۱۵ دقیقه ای؛ سرطانزا		
سنجش روش سنجش: جذب اتمی، کوره گرافیت آنالیت: آرسنیک کالیبراسیون: آرسنیک در ۰/۰۱ مول بر لیتر اسید نیتریک با ۱۰۰ میلی گرم زغال فعال وا جذب: ۱ میلی لیتر اسید نیتریک ۰/۰۱ مول بر لیتر، ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک اصلاح کننده ماتریکس: نیکل، ۱۰۰۰ میکروگرم در میلی لیتر طول موج: ۱۹۳٫۷ نانومتر؛ تصحیح دوتریوم یا هیدروژن کوره گرافیتی: خشک: ۴۰ ثانیه در ۱۱۰ درجه سانتیگراد؛ CHAR: ۱۵ ثانیه در ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد؛ اتمیزه کردن: ۷ ثانیه در ۲۵۴۰ درجه سانتیگراد گستره: ۰/۰۱ تا ۰/۳ میکروگرم/نمونه حد تشخیص (LOD): ۰،۰۰۴ میکروگرم در هر نمونه دقت ($\bar{S}_r$): ۰،۰۶۰ در ۰،۰۱۲ تا ۰،۱۱ میکروگرم در هر نمونه حجم تزریق: ۵۰ میکرولیتر	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب (زغال فعال پوست نارگیل، ۱۰۰/۵۰ میلی گرم) دبی: ۰/۲-۰/۱ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۰/۱ لیتر به ازای ppm ۰/۰۵ حداکثر حجم نمونه: ۱۰ لیتر روش انتقال نمونه: روتین پایداری نمونه: حداقل ۶ روز در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ شاهد فیلد در هر ست اندازه گیری	

احتیاط‌های ویژه آرسین یک ماده سرطان‌زا برای انسان است [۷]. هنگام کار با اسیدها از دستکش، روپوش آزمایشگاهی و عینک ایمنی استفاده نمایید. تمام عملیات انتقال اسید غلیظ را در زیر هود انجام دهید. آرسین در صورت استنشاق بسیار سمی است. انتقال در هود با تهویه مناسب انجام گیرد و لباس و دستکش محافظ مناسب بپوشید. کاربران باید با استفاده صحیح از گازها، سیلندرها و رگولاتورهای قابل اشتعال و غیرقابل اشتعال آشنا باشند.	صحت محدوده مطالعه: ۰/۰۹ تا ۰/۴ میلی گرم بر متر مکعب (نمونه‌های ۱۰ لیتری)، ۰/۰۱ تا ۰/۰۱ میلی گرم بر متر مکعب تورش: ۶/۱۳- درصد در دبی‌های ۰/۰۱ تا ۰/۲ لیتر بر دقیقه، ۱۱- درصد در دبی‌های ۰/۸۷۶ لیتر بر دقیقه دقت کلی (S_{rT}): ۰/۰۸۷ صحت: ۲۳/۲ ± درصد
کاربرد محدوده کاری ۰/۰۰۳ تا ۰/۰۶ پی‌پی‌ام (۰/۰۱ تا ۰/۲ میلی گرم بر متر مکعب) برای یک نمونه ۱۰ لیتری است. این یک روش آنالیز عنصری است و مختص ترکیبات نیست.	
مداخله‌گرها از تصحیح پس زمینه برای کنترل جذب مولکولی استفاده کنید. سایر ترکیبات آرسنیک (گازها یا آئروسول‌ها) ممکن است روی نمونه‌بردار جمع‌آوری شوند و به اشتباه به عنوان آرسین گزارش شوند. یک فیلتر استر سلولزی در جلوی لوله زغال فعال ممکن است برای حذف ذرات معلق استفاده شود [۳،۴]. تأثیر رطوبت نسبی بر ظرفیت زغال فعال برای آرسین مورد مطالعه قرار نگرفته است.	
روش‌های دیگر این روش، تلفیق و جایگزین روش‌های P&CAM 265 و NIOSH S229 برای آرسین است.	
تجهیزات ۱. نمونه‌بردار: لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال با منشاء پوست نارگیل (قسمت جلویی: mg ۱۰۰، قسمت عقبی: mg ۵۰) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده‌اند. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله‌ها در بازار موجود می‌باشند. توجه: در صورت وجود ذرات آرسنیک، از یک فیلتر غشایی استرسلولزی در جلوی نمونه‌بردار استفاده کنید. ۲. پمپ نمونه برداری فردی بادی ۰/۲ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف ۳. دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی، با کوره گرافیتی، لوله‌های غیر پیرولیتیک، تصحیح کننده زمینه، تخلیه الکتریکی بدون الکتروود یا لامپ هالوکاند برای آرسنیک ۴. بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری و ۱ لیتری ۵. میکروپیپت ۵ تا ۵۰۰ میکرولیتری	مواد شیمیایی مصرفی ۱. آب مقطر دیونیزه ۲. اسید نیتریک غلیظ ۳. اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار؛ ۰/۴ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با ۱ لیتر آب مقطر رقیق کنید. ۴. اسید نیتریک ۰/۱ مولار؛ ۴ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با ۱ لیتر آب مقطر رقیق کنید ۵. محلول استوک آرسنیک، ۱۰۰۰ $\mu\text{g/mL}$ آرسنیک ۳ ظرفیتی؛ ۱/۳۲۲ گرم As_2O_3 خشک شده را در ۱۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک ۰/۱ مولار حل کرده و با اسید نیتریک ۰/۱ مولار به حجم ۱ لیتر برسانید. ۶. محلول استوک کالبراسیون، ۱ $\mu\text{g/mL}$ آرسنیک ۳ ظرفیتی؛ ۰/۱ میلی لیتر محلول استوک آرسنیک (۱۰۰۰ $\mu\text{g/mL}$ آرسنیک) را با اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. محلول‌ها را روزانه آماده کنید. ۷. محلول نیترات نیکل، ۱۰۰۰ $\mu\text{g/mL}$ نیکل؛ ۳/۱۱۲ گرم $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ خشک شده را در ۱۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک ۰/۱ مولار حل کرده و با اسید نیتریک ۰/۱ مولار به حجم ۱ لیتر برسانید. ۸. آرگون؛ فشرده

۶. لوله سانتریفیوژ ۱۰ یا ۱۵ میلی لیتری ۷. حمام التراسونیک ۸. دستگاه سانتریفیوژ ۹. سرنک مخصوص گاز، ۰/۱ میلی لیتری با درجه بندی ۱ میکرولیتری <u>توجه:</u> قبل از استفاده از تجهیزات شیشه ای آنها را با اسید نیتریک غلیظ و سپس با آب مقطر بشوئید.	۹. آرسین ۹۹ درصد؛ یا ترکیب آن در نیتروژن
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه برداری فردی را کالیبره کنید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. درست قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را بشکنید و آن را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. <u>توجه:</u> در صورت وجود ذرات آرسنیک، از یک فیلتر غشایی استرسلولزی در جلوی نمونه بردار استفاده کنید. ۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ - ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۰/۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید. ۴. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.	
آماده سازی نمونه ۵. محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در لوله های سانتریفیوژ جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۶. ۱ میلی لیتر اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار را به هر کدام از لوله ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ۷. لوله ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام التراسونیک تکان دهید. ۸. لوله ها را در دستگاه سانتریفیوژ قرار دهید.	
کالیبراسیون و کنترل کیفی ۹. کالیبراسیون را به صورت روزانه و با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۴ تا ۰/۳ میکرو گرم آرسین را در هر نمونه پوشش دهد، انجام دهید. آ. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون و اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار را برای تهیه محلول ۱ لیتری به لوله سانتریفیوژ که حاوی ۱۰۰ میلی گرم ذغال فعال (شاهد) است بیفزایید. ب. استانداردها را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری). یک استاندارد کاربردی را به ازای هر ۵ نمونه به جهت چک کردن انحراف دستگاهی آنالیز کنید. ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکرو گرم آرسنیک). ۱۰. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره ۲-۰/۰۰۴ µg/sample آرسنیک، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار به ازای هریک از پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. آ. بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید. ب. توسط یک سرنک میکرولیتری مقدار مشخصی از گاز آرسین خالص را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید. درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید. ج. محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری). د. نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم آرسنیک باز یافت شده ترسیم کنید. ۱۱. سه شاهد اسپایک شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون درسا است، آنالیز کنید.	
سنجش	

۱۲. دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی و کوره را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید:

- طول موج: ۱۹۳/۷ نانومتر

- شرایط کوره گرافیتی: ۴۰ ثانیه در دمای ۱۱۰ °C خشک شود؛ ۱۵ ثانیه در دمای ۱۲۰ °C نیمسوز شود؛ ۷ ثانیه در دمای ۲۵۴۰ °C آتمیزه شود

۱۳. قبل از شروع آنالیز، ۵۰ میکرولیتر محلول نیترات نیکل را تزریق کنید. سپس ۵۰ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کرده و مساحت پیک را محاسبه کنید.

توجه ۱: اگر میزان جذب نمونه بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

توجه ۲: تکرار پذیری پیک جذب را برای استانداردهای کاربردی بررسی کنید. اگر نتایج نامعقولی مشاهده شد، پارامترهای دستگاهی را بهینه کرده و لوله گرافیتی را جایگزین کنید.

محاسبات

۱۴. جرم برحسب μg آرسین موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را از طریق ضرب کردن جرم آرسنیک موجود در این بخش ها در ۱/۰۴ (وزن مولکولی آرسین تقسیم بر وزن مولکولی آرسنیک) محاسبه کنید.

توجه: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۵. محاسبه غلظت (C) آرسین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$$

ارزیابی روش

روش NIOSH S229 [6] در محدوده ۰/۴۰۴ – ۰/۰۹۴ mg/m^3 با استفاده از نمونه هوای ۱۰ لیتری جمع‌آوری شده روی زغال فعال چوب نارگیل SKC Lot 105 [1] ارزیابی شد. نشت آلاینده (به بخش عقبی) پس از ۲۴۰ دقیقه نمونه برداری با دبی ۰/۲۲۷ L/min از غلظت آرسین ۰/۴۰۵ میلی گرم بر مترمکعب (بار آلودگی ۰/۰۲۲ میلی گرم) رخ نداد. بازیافت ۹۳/۷ درصد بود. راندمان واجذب ۰/۹۰ در ۱ میکروگرم آرسین در نمونه و ۱ در ۲ میکروگرم و ۴ میکروگرم آرسین در هر نمونه بود.

روش NIOSH P&CAM 265 [5] در محدوده ۰/۰۱ الی ۰/۰۱ میلی گرم بر مترمکعب با استفاده از نمونه های هوای ۱۵ لیتری [۲] ارزیابی شد. این نمونه ها بر روی زغال فعال چوب نارگیل SKC Lot 106 با دبی نمونه برداری ۰/۸۷۵ لیتر بر دقیقه به مدت ۱۵ دقیقه جمع آوری شدند. با این دبی، راندمان جمع آوری ۸۹/۱ درصد بدست آمد [۳]. اثر رطوبت بالا بر ظرفیت نمونه بردار مورد مطالعه قرار نگرفت. راندمان واجذب ۰/۹ در محدوده ۰/۰۱۵ تا ۰/۲ میکروگرم آرسین در هر نمونه بود.

منابع

- [1] NIOSH [1977]. Backup data report: arsine, No. S229. By Taylor DG, Kupel RE, Bryant JM. In: Documentation of the NIOSH validation tests. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-185, available as accession No. PB274248 from NTIS [www.ntis.gov].
- [2] NIOSH [1977]. Evaluation and refinement of a personal sampling method for arsine. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH research report, prepared under NIOSH Contract No. 210- 76-0142. Unpublished.
- [3] Costello RJ, Eller PM, Hull RD [1983]. Measurement of multiple inorganic arsenic species. Am Ind Hyg Assoc J 44(1):21–28.

[4] NIOSH [1994]. Arsenic and compounds, as As (except AsH₃ and As₂O₃): Method 7900; Arsenic trioxide, as As: Method 7901. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS

[5] NIOSH [1978]. Arsine in air: P&CAM 265. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. Vol. 4. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 78-175, available as accession No. PB83-105437 from NTIS [www.ntis.gov].

[6] NIOSH [1977]. Arsine: Method S229. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. Vol. 3. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-157-C, available as accession No. PB276838 from NTIS [www.ntis.gov].

[7] NIOSH [1975]. Criteria for a recommended standard: occupational exposure to inorganic arsenic (new criteria - 1975). Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 75-149 [www.cdc.gov/niosh/docs/1970/75-149.html].

نویسنده روش:

R. D. Hull, Ph.D., NIOSH/DBBS.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	شماره روش: ۶۰۰۲ تاریخ انتشار: ۲۰۱۵-۱۰-۲۰	فسفین PHOSPHINE
CAS: 7803-51-2 RTECS: SY7525000		فرمول شیمیایی: PH₃ وزن مولکولی: ۳۴
اسامی مترادف: هیدروژن فسفید؛ هیدرید فسفر؛ هیدروژن فسفره شده؛ تری هیدرید فسفر ویژگی ها: گاز، نقطه جوش 87.8 درجه سانتی گراد؛ چگالی بخار ۱/۱۷ (هوا = ۱)؛ در صورت وجود دی فسفان به طور خود به خود در هوا قابل اشتعال است. نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز مواجهه OSHA: ۰,۳ پی پی ام (۰,۴ میلی گرم بر مترمکعب) NIOSH: ۰,۳ پی پی ام (۰,۴ میلی گرم بر مترمکعب)؛ ۱ پی پی ام (۱ میلی گرم بر مترمکعب) مواجهه کوتاه مدت (STEL)		
سنجش روش سنجش: طیف سنج UV-VIS آنالیت: فسفات کالیبراسیون: محلول های استاندارد دی هیدروژن فسفات پتاسیم (۱,۰۰ میلی لیتر حاوی فسفر معادل ۴۹/۹۴ میکروگرم فسفین) گستره: ۰/۳ تا ۱۰ میکروگرم/ نمونه حد تشخیص (LOD): ۰,۱ میکروگرم بر نمونه دقت ($\bar{S}_r$): ۰/۰۷۴ در ۲/۶ تا ۱۷/۴ میکروگرم به ازاء هر نمونه استخراج: محلول معرف پرمنگنات اسیدی ۱۰ میلی لیتر داغ (۶۵ تا ۷۰ درجه سانتی گراد) آشکار ساز: UV در ۶۲۵ نانومتر	نمونه بردارث نمونه بردار: لوله جاذب (سیلیکاژل آغشته به سیانید جیوه، ۱۵۰/۳۰۰ میلی گرم) دبی: ۰/۰۱-۰/۲ لیتر/دقیقه حداقل حجم نمونه: ۱ لیتر در ppm ۰/۳ حداکثر حجم نمونه: ۱۶ لیتر روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: ۷ روز در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ شاهد میدانی در هر ست اندازه گیری	

احتیاط‌های ویژه هنگام تهیه مدیای نمونه‌گیری باید احتیاط کرد؛ زیرا سیانید جیوه در تنفس، بلع و تماس با پوست سمی است. تماس سیانید جیوه با اسید باعث تولید گاز سیانید هیدروژن می‌شود. اسید سولفوریک غلیظ بسیار خورنده است. تمام کار با این ترکیبات باید در زیر یک هود انجام شود. از لباس‌های محافظ مناسب شامل دستکش، عینک ایمنی و روپوش آزمایشگاهی استفاده شود. پرمنگنات پتاسیم یک اکسید کننده قوی با خطر آتش سوزی و انفجار در تماس با مواد قابل احتراق و عوامل احیاکننده است. تولوئن، ایزوبوتانول و متانول قابل اشتعال هستند.	صحت محدوده مطالعه: ۰/۱۹۵ تا ۸۷۷۰ میلی گرم بر متر مکعب (نمونه های ۱۶ لیتری) تورش: ۰/۴ درصد دقت کلی (S_{IT}): ۰/۰۹۱ در ۶۴۲ میکروگرم تا ۱۷/۴۱ میکروگرم به ازاء نمونه صحت: ۱۷/۶ ± درصد
کاربرد محدوده کاری ۰/۱۳ تا ۰/۶ ppm (۰/۰۲ تا ۰/۹ میلی گرم بر متر مکعب) برای یک نمونه ۱۶ لیتری است.	
مداخله‌گرها تعیین فسفات با استفاده از رنگ سنجی، در معرض دخالت هر ماده‌ای است که در این شرایط میتواند یک کمپلکس مولیبدات تشکیل دهد. گونه‌های احتمالی تداخلی شامل بخارات تری کلرید فسفر و پنتا کلرید فسفر و ترکیبات آلی فسفر هستند.	
روش‌های دیگر این روش، NIOSH S332 [2] را اصلاح می‌کند. روش OSHA 1003، "فسفین" [۳]، که با استفاده از فیلتر پلی استر شستشو داده شده با کلرید جیوه برای جذب فسفین نمونه‌برداری و از ICP-AES برای تجزیه و تحلیل کل فسفر استفاده می‌کند، ممکن است به عنوان یک روش جایگزین استفاده شود.	
تجهیزات ۱. نمونه‌بردار: لوله جاذب، سیلیکاژل (سیانید جیوه)، ۱۵۰/۳۰۰ میلی گرم جاذب، مش ۶۰/۴۰، لوله شیشه‌ای به طول ۱۲ سانتی‌متر، قطر خارجی ۶ میلی‌متر، قطر داخلی ۴ میلی‌متر، انتهای درزبندی شده با درپوش‌های پلاستیکی به کمک حرارت، بادو بخش سیلیکاژل آغشته شده با سیانید جیوه (مش ۶۰/۴۵)، (بخش جلویی ۳۰۰ و عقبی ۱۵۰ میلی گرم)، دو بخش توسط پشم شیشه سیلیله جدا شده و حفظ می‌شود. (ضمیمه را ببینید). ۲. پمپ نمونه برداری فردی، ۰/۱ تا ۰/۲ لیتر در دقیقه، با لوله پلی اتیلن یا PTFE انعطاف پذیر. ۳. طیف سنج با قابلیت اندازه گیری جذب یا عبور در طول موج ۶۲۵ نانومتر. ۴. دو سل جذب ۵ سانتی متری، سیلیس، با کلاهک های محکم. ۵. قیف جداکننده ۱۲۵ میلی لیتر. ۶. بشر ۵۰ میلی لیتری. ۷. پیپت ۰/۲، ۱۰ و ۲۵ میلی لیتر، و اندازه های مناسب دیگر برای ایجاد غلظت های استاندارد. ۸. فلاسک های حجمی ۱۰، ۲۵، ۱۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتر.	مواد شیمیایی مصرفی ۱. پتاسیم دی هیدروژن فسفات، بی آب، درجه ACS. ۲. اسید سولفوریک غلیظ، درجه ACS. ۳. آمونیوم مولیبدات تتراهیدرات. ۴. سولفات آمونیوم آهن بی آب. ۵. پرمنگنات پتاسیم. ۶. کلرید قلع. ۷. گلیسرول. ۸. تولوئن. ۹. ایزوبوتانول. ۱۰. متانول. ۱۱. آب، دیونیزه یا مقطر. ۱۲. سیانید جیوه. ۱۳. محلول فسفات استاندارد: ۲۰۰ میلی گرم پتاسیم دی هیدروژن فسفات بی آب را در آب مقطر حل کنید و تا ۱ لیتر رقیق کنید (۱،۰۰ میلی لیتر حاوی فسفر معادل ۴۹/۹۴ میکروگرم فسفین). ۱۴. محلول مولیبدیت: ۴۹/۴ گرم آمونیوم مولیبدات تتراهیدرات و ۱۱۲ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را در آب مقطر حل کرده و تا ۱ لیتر رقیق کنید.

۹. حمام آب (در دمای ۶۵ تا ۷۰ درجه سانتیگراد نگهداری می شود). ۱۰. سیلندر مدرج شیشه ای ۱۰ میلی لیتری ۱۱. سرنج، ۵/۰ و ۱ میلی لیتر ۱۲. ترازو ۱۳. دماسنج ۱۴. کرومومتر ۱۵. فشارسنج	۱۵. محلول اسید سولفوریک الکلی: ۵۰ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را به ۹۵۰ میلی لیتر متانول اضافه کنید. ۱۶. حلال تولوئن-ایزوبوتانول: حجم مساوی از تولوئن و ایزوبوتانول را مخلوط کنید. ۱۷. محلول آهن. ۷،۹ گرم سولفات آمونیوم آهن بدون آب و ۱ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را در آب مقطر حل کرده و تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. ۱۸. محلول کلرید قلع. ۰،۴ گرم کلرید قلع را در ۵۰ میلی لیتر گلیسرول حل کنید (حرارت دهید تا حل شود). ۱۹. محلول پرمنگنات اسیدی. ۰،۳۱۶ گرم پرمنگنات پتاسیم و ۶ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را در آب مقطر حل کرده و تا ۱ لیتر رقیق کنید. ۲۰. محلول سیانید جیوه. ۲ گرم سیانید جیوه را در ۱۰۰ میلی لیتر آب حل کنید.
---	---

نمونه برداری

۱. کالیبراسیون پمپ نمونه برداری فردی را درحالی که حتما نمونه بردار در مدار باشد، انجام دهید.
۲. درست قبل از نمونه برداری، انتهای لوله‌های سیلیکاژل شکسته شود (تا حداقل نصف قطر داخلی لوله باز شود). لوله سیلیکاژل را با لوله - های قابل انعطاف به پمپ نمونه برداری وصل گردد.
۳. نمونه برداری با دبی تعیین شده بین ۰/۱ تا ۰/۲ L/min برای حجم کل نمونه ۱ تا ۱۶ لیتر انجام شود.
۴. بعد از نمونه برداری لوله ها را با درپوش های پلاستیکی (نه لاستیکی) ببندید.

آماده سازی نمونه

۵. بخش های جلویی و عقبی جاذب را در بشرهای ۵۰ میلی لیتری جداگانه قرار دهید.
۶. ۱۰ میلی لیتر محلول پرمنگنات اسیدی را به هر ظرف اضافه کنید. به مدت ۹۰ دقیقه در حمام آب در دمای ۶۵ تا ۷۰ درجه سانتیگراد قرار دهید.
۷. محلول پرمنگنات اسیدی را در یک بالن حجمی ۱۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر به حجم برسانید.
۸. سیلیکاژل را دو بار با ۳ میلی لیتر آب مقطر بشویید و محتویات آن را در یک فلاسک حجمی دیگر ۱۰ میلی لیتر حاوی ۱ میلی لیتر محلول آهن بریزید. با آب مقطر به حجم برسانید.
۹. محتویات هر دو فلاسک حجمی ۱۰ میلی لیتری (استخراج و شستشو) را به یک قیف جداکننده ۱۲۵ میلی لیتری اضافه کنید.
۱۰. ۷،۵ میلی لیتر معرف مولبیدات و ۲۵ میلی لیتر حلال تولوئن-ایزوبوتانول به قیف اضافه کنید. قیف را به مدت ۶۰ ثانیه تکان دهید. اجازه دهید قیف جداکننده به مدت ۶۰ ثانیه ثابت بماند تا لایه های آبی و غیر آبی از هم جدا شوند. لایه پایین (آبی) را دور بریزید.
۱۱. ۱۰ میلی لیتر از لایه غیر آبی را در یک فلاسک حجمی ۲۵ میلی لیتری حاوی ۱۰ میلی لیتر محلول اسید سولفوریک الکلی با پیپت بریزید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۱۲. روزانه با حداقل شش استاندارد کاری کالیبره کنید.
- آ. ۱۰ میلی لیتر محلول پرمنگنات اسیدی و ۱ میلی لیتر معرف آهن را به یک قیف جداکننده ۱۲۵ میلی لیتری اضافه کنید.
- ب. ۲ میکرولیتر به ۴۰۰ میکرولیتر محلول فسفات استاندارد اضافه کنید تا محدوده ۰/۱ میکروگرم تا ۱۰ میکروگرم فسفین را پوشش دهد.
- ۸ میلی لیتر به ۹ میلی لیتر آب اضافه کنید تا حجم کل محلول (محلول پرمنگنات، محلول آهن، محلول فسفات و آب) برابر با ۲۰ میلی لیتر شود. حداقل شش استاندارد کالیبراسیون و یک شاهد بدون فسفات تهیه کنید.

- ج. ۷/۵ میلی لیتر معرف مولیبدات و ۲۵ میلی لیتر حلال تولوئن ایزوبوتانول را به قیف اضافه کنید. قیف را به مدت ۶۰ ثانیه تکان دهید. اجازه دهید قیف جداکننده به مدت ۶۰ ثانیه ثابت بماند تا لایه های آبی و غیر آبی از هم جدا شوند. لایه پایین (آبی) را دور بریزید. (مرحله ۱۰)
- د. ۱۰ میلی لیتر از لایه غیرآبی را در یک فلاسک حجمی ۲۵ میلی لیتری حاوی ۱۰ میلی لیتر محلول اسید سولفوریک الکلی با استفاده از پیپت بریزید. (مرحله ۱۱)
- ه. نمونه های اصلی و شاهد را آنالیز کنید (مرحله ۱۵، ۱۶، ۱۷ و ۱۸).
- و. یک نمودار کالبراسیون (جذب در مقابل میکروگرم فسفین اضافه شده) تهیه کنید.
۱۳. کارایی بازجذب (DE) را حداقل یک بار برای تعدادی جاذب های نمونه برداری در محدوده مورد نظر تعیین کنید. سه لوله در هر یک از پنج سطح به اضافه سه نمونه شاهد مدیا آماده کنید.
- الف. بخش جاذب پشته یک نمونه شاهد مدیا را بردارید و دور بریزید.
- ب. مقدار مشخصی (۲۰ میکرولیتر تا ۴۰۰ میکرولیتر) محلول فسفات استاندارد را مستقیماً با یک سرنگ میکرولیتری روی قسمت جاذب جلویی تزریق کنید.
- ج. درب لوله را ببندید و اجازه دهید ۲۴ ساعت بماند.
- د. بازجذب (مرحله ۶، ۷ و ۸) و آنالیز با استانداردهای کاری (مرحله ۱۵، ۱۶، ۱۷ و ۱۸) را انجام دهید.
- ه. نمودار کالبراسیون از DE در مقابل میکروگرم بازجذب شده تهیه کنید.
۱۴. برای اطمینان بیشتر از نمودار کالبراسیون و گراف DE، سه نمونه اسپایک کنترل کیفیت و سه اسپایک آنالیز را آنالیز نمایید.

سنجش

۱۵. اسپکتروفتومتر را روشن کنید و زمان کافی برای گرم شدن دستگاه در نظر داشته باشید. طول موج را روی ۶۲۵ نانومتر تنظیم نموده و با استفاده از سل های ۵ سانتی متری پر از آب مقطر، مقیاس عبور صفر و ۱۰۰ درصد را تنظیم کنید. قبل از انجام هر گونه اندازه گیری برای بررسی خطای دستگاه این تنظیمات را بررسی کنید.
- توجه: مراحل ۱۶، ۱۷ و ۱۸ باید در مدت ۱ دقیقه انجام شوند.
۱۶. ۰/۵ میلی لیتر (۲۵ قطره) معرف کلرید قلع را اضافه کنید و با استفاده از محلول اسید سولفوریک الکلی رقیق و کاملاً مخلوط کنید.
۱۷. نمونه را بلافاصله به داخل سل ۵ سانتی متری انتقال داده و درپوش آن را بگذارید.
۱۸. جذب یا انتقال را با استفاده از آب به عنوان نمونه شاهد اندازه گیری کنید.

محاسبات

۱۹. جرم فسفین موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی نمونه (W_b) را برحسب میکروگرم (تصحیح شده برای DE) و متوسط بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) شاهد را تعیین کنید.

توجه: اگر $W_f > W_b/10$ باشد احتمال فرار آلاینده وجود دارد و احتمال از دست دادن نمونه را گزارش کنید.

۲۰. محاسبه غلظت (C) فسفین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V} \quad \left(\frac{\mu g}{L} \right) \text{ or } \left(\frac{mg}{m^3} \right)$$

ارزیابی روش

این روش در محدوده ۰/۱۹۵ تا ۰/۸۷۷ mg/m^3 در دمای ۱۹ درجه سانتیگراد و ۱۰۲ کیلو پاسکال (۷۶۵/۳ میلی متر جیوه) با استفاده از نمونه های ۱۶ لیتری تأیید شده است [۱]. راندمان بازجذب باید در محدوده مورد استفاده تعیین شود. محدوده بالای روش به ظرفیت جذب ژل آغشته شده با سیانید جیوه بستگی دارد. این ظرفیت ممکن است با غلظت فسفین و سایر مواد موجود در هوا متفاوت باشد. هنگامی که اتمسفر با رطوبت نسبی ۹۰ درصد حاوی ۰/۹۵۷ میلی گرم در متر مکعب فسفین با فلوی ۰/۲ لیتر در دقیقه نمونه برداری شد، تعیین شد که نشت آلاینده در حجم نمونه ۲۰/۷۵ لیتر (ظرفیت = ۱۹/۸۶ میکروگرم فسفین) رخ دهد.

1. NIOSH [1979]. Backup data report: phosphine, No. S332. In: Ten NIOSH analytical methods, set 7. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, available as accession No. PB84-243534 from NTIS [www.ntis.gov]. Unpublished.
2. NIOSH [1979]. Phosphine: Method S332. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. Vol. 5. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 79-141, available as accession No. PB83-105445 from NTIS [www.ntis.gov].
3. OSHA [2000]. Phosphine: OSHA Method 1003 [www.osha.gov/dts/sltc/methods/mdt/mdt1003/1003.html]. Date accessed: October 2015.

نویسنده روش:

Charles Lorberau, NIOSH/DPSE.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

ضمیمه: تهیه مدیای نمونه گیری

پوشش سیلیکاژل

۱. ۱۰۰ گرم سیلیکاژل (مش ۶۰/۴۵) را در دمای ۹۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت خشک کنید.
۲. محلول سیانید جیوه را در آب مقطر (۲ گرم سیانید جیوه در ۱۰۰ میلی لیتر آب) تهیه کنید.
۳. سیلیکاژل خشک شده را به محلول سیانید جیوه اضافه کنید و اجازه دهید به مدت ۱۵ دقیقه با هم زدن گهگاهی آغشته شدن انجام شود.
۴. محلول سیانید جیوه اضافی را تخلیه کرده و سیلیکاژل باقیمانده را در دمای ۹۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت خشک کنید.
۵. سیلیکاژل را تا دمای اتاق در یک لیوان سرپوشیده خنک کنید.
۶. سیلیکاژل را به مدت ۲۴ ساعت در یک اتمسفر مرطوب (رطوبت نسبی بیش از ۸۰) قرار دهید.

آماده سازی لوله‌های نمونه برداری

۷. یک پلاگین از پشم شیشه را در انتهای یک لوله شیشه‌ای به طول ۱۲ سانتی‌متر، قطر خارجی ۶ میلی‌متر، قطر داخلی ۴ میلی‌متر، قرار دهید. ۳۰۰ میلی گرم از سیلیکاژل آغشته شده را داخل لوله بریزید. یک پلاگ دیگر از پشم شیشه را در انتهای این قسمت جلویی قرار دهید. ۱۵۰ میلی گرم دیگر از سیلیکاژل آغشته شده را به لوله اضافه کنید. یک پلاگ نهایی از پشم شیشه را در پشت این بخش پشتیبان قرار دهید.
۸. افت فشار یک نمونه بردار را بررسی کنید. افت فشار در سراسر لوله باید کمتر از ۶/۷ کیلو پاسکال (۵۰ میلی متر جیوه) با فلوی ۰/۲ لیتر در دقیقه باشد.
۹. دو سر لوله‌های نمونه برداری را با شعله آب بندی کنید.

		شماره روش: ۶۰۱۰ تاریخ انتشار: ۳۰-۰۶-۲۰۱۷	
هیدروژن سیانید HYDROGEN CYANIDE			
CAS: 74-90-08 RTECS: : MW 6825000		فرمول شیمیایی: HCN وزن مولکولی: ۲۷/۰۳	
اسامی مترادف: اسید هیدروسیانیک، اسید پروسیک، فرمونیتریل ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش °C ۲۶؛ چگالی بخار ۰/۹۳ (air=1)؛ چگالی مایع ۰/۶۹ گرم در میلی لیتر؛ فشار بخار ۸۲/۷ کیلوپاسکال (620 mmHg در °C ۲۰)؛ محدوده انفجار ۵ تا ۴۰ درصد v/v در هوا. نوع ارزیابی: کامل			
حدود مجاز مواجهه OSHA: ۱۰ پی پی ام (۱۱ میلی گرم بر متر مکعب) (پوست) NIOSH: ۴,۷ پی پی ام (۵ میلی گرم بر متر مکعب) مواجهه کوتاه مدت (پوست)			
سنجش روش سنجش: اسپکتروفتومتری، جذب مرئی آنالیت: کمپلکس یون سیانید ایجاد رنگ (Color Development): عامل اکسید کننده -N- کلروسوکسینیمید/سوکسینیمید و عامل اتصال کننده باربیتوریک اسید/پیریدین. جذب در ۵۸۰ نانومتر در کووت ۱ سانتی متری کالیبراسیون: محلول های استاندارد KCN در ۱ مولار NaOH گستره: ۱ میکروگرم CN- در هر نمونه [۴] دقت نمونه بردار: ۰/۴۲ @ ۱۰ تا ۵۰ میکروگرم CN- در هر نمونه استخراج: ۱۰ میلی لیتر آب دیونیزه؛ ۶۰ دقیقه دست نگهدارید فاز موبایل: ۱۰ میلی لیتر آب دیونیزه به مدت ۶۰ دقیقه		نمونه برداری نمونه بردار: نمونه بردار لوله جاذب جامد (سودا لایم ۶۰۰/۲۰۰ g)، با پیش فیلتر فیبر شیشه ای دبی: ۰/۰۲۵ تا ۰/۰۵ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۲ لیتر در ppm ۵ حداکثر حجم نمونه: ۹۰ لیتر روش انتقال نمونه: روتین پایداری نمونه: ۲۱ روز (بستگی به مدیا دارد) نگهداری در مخزن سرد پیشنهاد میشود. حداقل ۲ هفته در ۲۵ درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: حداقل سه شاهد برای هر دسته	

احتیاط‌های ویژه گاز HCN و سیانید بسیار سمی هستند و در صورت بلعیده شدن، استنشاق یا جذب از طریق پوست ممکن است کشنده باشند [۱]. سودالایم و NaOH بسیار سوزآور هستند [۱]. در طول فعالیت های نمونه برداری و آنالیز از وسایل حفاظت فردی مناسب استفاده کنید. استفاده از دستکش مناسب، محافظ چشم، روکش آزمایشگاهی و غیره هنگام کار با این مواد شیمیایی ضروری است. آماده سازی و آنالیز نمونه را در یک منطقه تمیز و دارای تهویه مناسب که به خوبی از هرگونه آلودگی احتمالی پاک شده است، انجام دهید.	صحت محدوده مطالعه: ۱۵ تا ۲۰۰ mg/m³ (نمونه های ۳ لیتری) تورش: قابل چشم پوشی دقت کلی: ۰/۰۷۶ صحت: ۱۵ ± درصد
کاربرد این روش برای اندازه گیری STEL گاز HCN قابل استفاده است. محدوده کاری ۰/۳ تا ۲۶۰ (mg/m³) برای نمونه هوای ۳ لیتری است. سیانیدهای ذرات معلق توسط یک فیلتر الیاف شیشه ای اولیه (پیش فیلتر) که قبل از لوله جاذب قرار می گیرد، به دام می افتند. این روش نسبت به روش NIOSH 7904 که از آنالیز الکتروکود اختصاصی یونی استفاده می کند، حساس تر و در معرض تداخل های کمتری است. این روش برای اندازه گیری HCN در محیط های آتش نشانی استفاده شده است [۶].	
مداخله گر ها غلظت بالای سولفید هیدروژن (H₂S) می تواند از طریق یک واکنش با سیانید به شکل تیوسیانات تداخل منفی ایجاد کند.	
روش های دیگر این روش بر اساس روش لامبرت و همکاران است. [۷]. روش NIOSH 7904 بر استفاده از الکترودهای انتخابی یونی برای اندازه گیری CN- استوار است [۵]. یک روش مرتبط، که از نمونه برداری انتشاری بر روی جاذب سودالایم و به دنبال آن بازجذب و با تشخیص الکتروشیمیایی در کروماتوگرافی یونی استفاده می کند، توسط OSHA [۸] منتشر شده است.	
تجهیزات ۱. نمونه بردار: لوله شیشه ای، به طول ۹ سانتی متر و قطر خارجی ۷ و داخلی ۵ میلی متر با درپوش های پلاستیکی، حاوی دو بخش جاذب سودا لایم دانه ای با مش ۳۵/۱۰ (بخش جلویی = ۶۰۰ میلی گرم؛ بخش عقبی = ۲۰۰ میلی گرم)، جدا شده با فوم. یک فیلتر فایبرگلاس با قطر ۵ میلی متر قبل از ورودی قرار داده شود. ۲. اسپکتروفتومتر مرئی (۵۸۰ نانومتر)، با کووت های ۱ سانتی متری. ۳. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۰/۰۵ - ۰/۰۲۵، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	مواد شیمیایی مصرفی ۱. سیانید پتاسیم ۲. سوکسینیمید ۳. N کلروسوکسینیمید ۴. باربیتوریک اسید ۵. پیریدین ۶. فنل فتالین، ۱ درصد (w/v) اتانول یا متانول ۷. هیدروکلریک اسید غلیظ ۸. هیدروکسید سدیم

۴. پیپت، با حجم های ۰/۱، ۰/۵، ۱، ۲ و ۱۰ میلی لیتر. ۵. ویال های پلاستیکی یا شیشه ای، ۱۵ میلی لیتری با درپوش PTFE ۶. فلاسک با حجمهای ۲۵، ۵۰، ۱۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری با درپوش. ۷. پیپت، جهت انتقال محلول های دور ریختنی. ۸. دستمال مرطوب آزمایشگاهی. ۹. سرنگ های ۱۰ میلی لیتری، پلی اتیلن با لوئر قابل خواندن تا ۰/۱ میکرولیتر. ۱۱. فلاسک ارلن مایر ۱۰۰ میلی لیتر ۱۲. فیلترهای غشایی Luer-lock PTFE، قطر ۱۳ میلی متر، اندازه منافذ ۰/۴۵ میکرومتر، برای قرار دادن روی سرنگ های ۱۰ میلی لیتری.	۹. سودالایم (CaO + 5-20% NaOH). تا مش ۳۵/۱۰ خرد و الک نموده و در یک ظرف در بسته نگهداری شود. ۱۰. آب دیونیزه شده (18MΩ-cm) ۱۱. محلول NaOH ۱/۱ M. ۱۲. محلول استوک کالیبراسیون، ۱ mg/mL یون CN⁻؛ ۰/۱۲۵ گرم پتاسیم سیاناید (KCN) را با ۴۰ میلی لیتر هیدروکسید سدیم (NaOH) ۰/۱ مولار در یک فلاسک حجمی حل کنید. رقیق سازی را تا ۰/۱ مولار NaOH انجام دهید. استاندارد سازی از طریق تیتراسیون با نیترات نقره انجام دهید. ۱۲. محلول HCL ۰/۱۵ مولار ۱۳. عامل اکسید کننده ان سوکسینیمید/سوکسینیمید: ۱۰ گرم سوکسینیمید را در ۲۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه شده حل کنید. ۱ گرم ان سوکسینیمید اضافه و هم بزنید تا حل شود. حجم را با آب دیونیزه روی ۱ لیتر تنظیم کنید. محلول زمانی که در دمای ≈۴ درجه سانتیگراد نگهداری شود به مدت ۶ ماه پایدار است. ۱۴. معرف اسید باریتوریک/پیریدین: ۳۰ میلی لیتر آب دیونیزه را به ۰/۶ گرم اسید باریتوریک در یک ارلن ۱۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس ۳۰ میلی لیتر پیریدین را به آرامی با هم زدن اضافه کنید. حجم را با آب دیونیزه روی ۱۰۰ میلی لیتر تنظیم کنید. زمانی که محلول در دمای ≈۴ درجه سانتیگراد نگهداری شود به مدت ۲ ماه پایدار است.
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. هر دو سر لوله نمونه برداری را بلافاصله قبل از نمونه برداری بشکنید. فیلتر فیبر گلاس را به ورودی لوله جاذب وصل کنید. نمونه بردار را به پمپ نمونه برداری فردی با لوله انعطاف پذیر وصل کنید. ۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۰۵ – ۰/۲۵ L/min برای عبور حجم هوای ۰/۶ تا ۹۰ لیتر انجام دهید. ۴. لوله جاذب را از دستگاه نمونه برداری خارج کنید، هر دو انتهای آن را درپوش بگذارید و به طور ایمن بسته بندی کنید تا به آزمایشگاه ارسال شود. پیش فیلتر را دور بریزید.	
آماده سازی نمونه ۵. هر لوله نمونه را با یک عدد نمره گذاری کنید و نمونه بردار را از محل تعیین شده بشکنید. ۶. بخش های جاذب جلو و عقب را به ویال های ۱۵ میلی لیتری جداگانه بریزید.	

۷. ۱۰ میلی لیتر آب دیونیزه را به هر ویال اضافه کنید. ویال را درزبندی کنید.

۸. جاذب‌ها به مدت ۶۰ دقیقه در ویال‌ها بمانند و هرازگاهی تکان دهید. محلول ویال‌ها را به یک سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری مجهز به فیلتر PTFE ۰.۴۵ میکرومتری منتقل کنید و محلول فیلترشده را در یک ویال تمیز جمع آوری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۹. کالیبراسیون را به طور روزانه و با حداقل شش محلول استاندارد کاری در محدوده ۱ تا ۳۰۰ میکروگرم CN- در هر نمونه انجام دهید. آ. با رقیق کردن ۱۰۰ میکرولیتر از محلول استوک کالیبراسیون به ۱۰۰ میلی لیتر با ۰.۱ مولار NaOH، یک محلول استاندارد کاری ۱ میکروگرم در میلی لیتر CN- تهیه کنید.

ب. ۰.۵، ۱، ۱.۵، ۲ و ۲.۵ میلی لیتر از محلول استاندارد کاری را در فلاسک های حجمی ۲۵ میلی لیتری برای ایجاد استانداردهای ۰.۵، ۱، ۱.۵، ۲ و ۲.۵ میکروگرم CN- بریزید.

ج. نمونه‌های میدانی و شاهد را همزمان آنالیز کنید (مرحله ۱۲ تا ۱۹).

د. نمودار کالیبراسیون (جذب در مقابل میکروگرم CN-) را تهیه کنید.

۱۰. راندمان بازجذب (DE) را حداقل یک بار برای برخی نمونه‌های سود لایم تعیین کنید. حداقل سه لوله در هر یک از پنج سطح به اضافه سه شاهد مدیا آماده کنید.

الف. بخش عقب جاذب نمونه‌برداری (نمونه شاهد) استفاده نشده را بردارید و دور بریزید.

ب. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را مستقیماً با یک سرنگ میکرولیتری روی سودالایم تزریق کنید.

ج. درپوش را بگذارید و محلول یک شب بماند.

د. بازجذب (مرحله ۵ تا ۸) و آنالیز را همراه با استانداردهای کاری و نمونه شاهد (مرحله ۱۲ تا ۱۸) انجام دهید.

ه. نموداری از DE در مقابل میکروگرم CN- بازیابی شده را تهیه کنید.

۱۱. حداقل سه نمونه اسپایک کور جهت کنترل کیفیت و حداقل سه اسپایک آنالیز برای اطمینان از اینکه نمودار کالیبراسیون و نمودار DE تحت کنترل هستند، را آنالیز نمایید.

سنجش

۱۲. اسپکتروفتومتر را برای ثبت جذب در ۵۸۰ نانومتر تنظیم کنید.

۱۳. مقداری از نمونه تخمین زده شده حاوی ۰.۵ تا ۲.۵ میکروگرم CN- را در یک فلاسک حجمی ۲۵ میلی لیتری پیپت کنید. روش دیگر، برای پوشش یک محدوده نمونه ناشناخته، مقدار ۰.۵، ۱ و ۳ میلی لیتر را در فلاسک های حجمی جداگانه ۲۵ میلی لیتری برای هر نمونه میدانی پیپت کنید. بر اساس مطالعات قبلی از سطح آنالیت مورد انتظار ممکن است مقادیر بزرگتر یا کوچکتر در نظر گرفته شود.

۱۴. نیم میلی لیتر از NaOH ۰.۱ مولار را در یک فلاسک حجمی ۲۵ میلی لیتری برای هر استاندارد یا نمونه پیپت کنید.

۱۵. به هر استاندارد و نمونه یک قطره محلول فنل فتالین اضافه کنید.

توجه: مقدار کمی از آب دیونیزه را برای افزایش حجم برای مخلوط کردن آسانتر اضافه کنید. تمام محلول ها در این مرحله باید قلیایی (صورتی) باشند.

۱۶. با شاهد محلول شروع کنید و ۰.۱۵ مولار HCl را به صورت قطره ای با مخلوط کردن اضافه کنید تا به نقطه ای برسید که رنگ صورتی ناپدید شود.

احتیاط: ممکن است HCN تولید شود، بنابراین این مرحله باید در هود انجام شود. بلافاصله ۱ میلی لیتر معرف اکسید کننده N-chlorosuccinimide/succinimide اضافه کنید. هم بزنیید و بگذارید بماند.

توجه ۱: برای جلوگیری از دست دادن احتمالی HCN، قبل از اقدام به نمونه بعدی، عامل اکسید کننده را اضافه کنید.

توجه ۲: نمونه‌های بیشتری از آنچه که می‌توان در حداکثر زمان ۳۰ دقیقه برای ایجاد رنگ آنالیز کرد تهیه نکنید.

۱۷. پس از حداقل ۵ دقیقه. در حالت توقف (اما نه بیشتر از ۱۵ دقیقه)، با نمونه شاهد معرف شروع کنید، ۱ میلی لیتر معرف اتصال کننده باربیتوریک اسید/پیریدین اضافه کنید و مخلوط کنید.

۱۸. نمونه را با آب دیونیزه به حجم ۲۵ میلی لیتر برسانید و اجازه دهید حداقل ۱۲ دقیقه (اما نه بیشتر از ۳۰ دقیقه) بماند تا رنگ ایجاد شود.

۱۹. با استفاده از اسپکتروفتومتر، جذب را در طول موج ۵۸۰ نانومتر با استفاده از یک کووت ۱ سانتی متری بخوانید. اگر جذب نمونه خارج از محدوده استانداردهای کالیبراسیون است، مقدار کمی را بردارید، رقیق کنید و دوباره آنالیز کنید. ضریب رقت مناسب را در محاسبات اعمال کنید.

محاسبات

۲۰. از قرائت های جذب، جرم -CN را، برحسب میکروگرم، در هر قسمت مورد آنالیز محاسبه کنید. ضریب رقت مناسب را برای محاسبه جرم -CN در محلول ۱۰ میلی لیتری اصلی اعمال کنید.

۲۱. جرم -CN، تصحیح شده برای راندمان بازجذب (DE)، موجود در بخش های جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله جاذب را تعیین کنید. همچنین میانگین جرم زمینه ای بخش های جاذب جلوی (Bf) و پشتی (Bb) شاهد را تعیین کنید. اگر $Wb > Wf/10$ نیست آلاینده اتفاق افتاده است و از دست دادن نمونه احتمالی را گزارش کنید.

۲۲- محاسبه غلظت اسید سیانید (C) در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) * 1.039}{V} \text{ mg/m}^3$$

۱/۰۳۹: فاکتور تبدیل یون سیانید به اسید سیانید

ارزیابی روش

این روش در ابتدا از طریق نمونه برداری اتمسفر اسیدسیانیدرید تولید شده از یک مخلوط گازی اسید در نیتروژن ارزشیابی شده است (۴). محدوده غلظت HCN برابر ۲ الی ۱۵ میلی گرم بر متر مکعب برای یک نمونه ۳ لیتری بود. برای ۲۲ نمونه دقت کلی ۰/۰۷۶ با بازیافت تقریباً ۱۰۰ درصدی بدست آمده است. نسبت آلاینده در غلظت ۱۵۰ میلی گرم بر مترمکعب برای حجم ۱۰ لیتری اتفاق می افتد. لوله های نمونه اسپایک شده با محلول های استاندارد KCN (۲۲ نمونه) در محدوده غلظتی ۱۰ تا ۵۰ میکروگرم به ازاء نمونه بازیافت تقریباً ۱۰۰ درصدی با دقت ۰/۰۴۱ را نشان می دهد. به طور مشابه نمونه های اسپایک شده با محلول های KCN بعد از ذخیره کردن آنالیز شدند و نمونه ها پایداری حداقل دو هفته ای را نشان دادند. جمع آوری نمونه های (HCN) در نیتروژن با غلظت ۱۳۰ میلی گرم بر مترمکعب در دبی ۵۰ میلی لیتر بر دقیقه برای ۷/۳ دقیقه (۰/۳۶ لیتر) منجر به بازیافت های کمی می شود. ارزشیابی اضافی روش در اتمسفرهای تست HCN تولید شده در هوا با رطوبت ۲۰ و ۸۰ درصد انجام گردید. یافته ها نشان داد که در دبی نمونه برداری ۵۰ میلی لیتر بر دقیقه، بازیافت کامل در غلظت های ۰/۱ - ۲ برابر حدود مجاز اتفاق می افتد، درحالیکه نمونه برداری با دبی ۲۰۰ میلی لیتر بر دقیقه راندمان بازیافت کمتر از ۹۰ درصد را نشان می دهد. همچنین نتایج مشابه در رطوبت پایین و بالا بدست آمد. با توجه به این مشاهدات، حداکثر دبی برای این روش ۰/۵ لیتر بر دقیقه توصیه می شود.

منابع

- [1]NIOSH [2016]. NIOSH Pocket guide to chemical hazards. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 2010-168c, <http://www.cdc.gov/niosh/npg/>.
- [2]ACGIH [2017] TLVs and BEIs based on the documentation of the Threshold Limit Values for chemical substances and physical agents and Biological Exposure Indices. Cincinnati, OH: American Conference of Governmental Industrial Hygienists.
- [3]Institute for Occupational Safety and Health of the German Social Accident Insurance (IFA) [2017]. GESTIS international limit values, <http://limitvalue.ifa.dguv.de/>.
- [4]Williamson G [1988]. Method development protocol and backup data report on hydrogen cyanide, internal report. Cincinnati, OH: NIOSH. Unpublished.
- [5]NIOSH [1994]. Method 7904 – Cyanide, aerosol and gas. In: Schlecht PC, O'Connor PF, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.

[6]Williamson G [1988]. Analysis of air samples on project 166 (Fire smoke) on HCN, sequence report6366-A. Cincinnati, OH: NIOSH. Unpublished.
 [7]Lambert JL, Ramasamy J, Paukstelis JV [1975]. Stable reagents for the colorimetric determination of cyanide by modified König reactions. Anal Chem 47:916-918.
 [8]OSHA [2010]. Method no. 1015 (HCN). In: OSHA sampling and analytical methods manual. Sandy, UT:U.S. Department of Labor, Occupational Safety and Health Administration ,<http://www.osha.gov/dts/sltc/methods>
 [9]Simmons M [2010]. Use of active sorbent soda lime tube for the collection of hydrogen cyanide,internal report. Sandy, UT: Department of Labor, Occupational Safety and Health Administration.Unpublished.

نویسنده روش:

Kevin Ashley, NIOSH and Mike Simmons, OSHA/SLTC

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

ضمیمه: استانداردسازی محلول کالیبراسیون مادر سیانید

مقداری از محلول استاندارد استوک سیانی (KCN در NaOH) را با محلول استاندارد نقره نیترات (AgNO_3) تیترا کنید. نقطه پایانی، هنگامه تولید ماده‌ای سفیدرنگ، $[\text{Ag}(\text{CN})_2]$ ، است. برای تعیین غلظت سینید از فرمول زیر استفاده کنید:

$$M_c = 52.04 * V_a * \left(\frac{M_a}{V_c} \right)$$

که در آن:

Mc = غلظت سیانید (mg/mL)

Va = حجم (mL) محلول استاندارد AgNO_3

Ma = غلظت (مول در لیتر) محلول استاندارد AgNO_3

Vc = حجم (mL) تیترا شده محلول استوک کالیبراسیون سیانید

	شماره روش: ۶۰۰۱ تاریخ انتشار: ۱۲-۰۱-۲۰۱۶	
	فرمول شیمیایی: SO_2F_3 وزن مولکولی: ۱۰۲/۰۶	
CAS: 2699-79-8	RTECS: WT5075000	
اسامی مترادف: سولفونایل دیفلوراید، سولفور دی فلوراید دی اکسید، سولفوریک اکسی فلوراید ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش 55°C، دانسیته بخار (هوا=۱) ۳/۵، فشار بخار 1.03×10^{-7} کیلوپاسکال، غیرقابل اشتعال، بی رنگ، بی بو نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز مواجهه OSHA: ۵ پی پی ام NIOSH: ۵ پی پی ام، ۱۰ پی پی ام (کوتاه مدت)		
سنجش روش سنجش: یون کروماتوگرافی، آشکارساز هدایتی آنالیت: یون فلوراید کالیبراسیون: محلول های استاندارد یون اسپایک شده روی مدیا نمونه حد تشخیص (LOD): ۷ میکروگرم سولفوریل فلوراید/ نمونه دقت روش ($\bar{S}_r$): ۰/۰۵۲ تا ۰/۲۷ میکروگرم سولفوریل فلوراید به ازاء هر نمونه) حجم تزریق: ۵۰ میکرولیتر گستره: ۱۰ میکروگرم تا ۸۰ میکروگرم فلوراید در هر نمونه [۳] حلال جداسازی: هیدروکسید سدیم ۴۰ میلی مول بر لیتر، ۱ میلی لیتر بر دقیقه ستون: ستون جداکننده L12 (USP)، ستون آنیونی منطبق با شرکت سازنده، و ساپروسور میکروممبران توصیه شده توسط سازنده آشکارساز: هدایتی، $30 \mu\text{S}$	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب (زغال فعال با منشا پوست نارگیل، $800/200 \text{ mg}$) دبی: ۰/۰۵-۰/۱ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۱/۳ لیتر در ۵ ppm حداکثر حجم نمونه: ۱۰ لیتر روش انتقال نمونه: انتقال در دمای صفر درجه سانتیگراد پایداری نمونه: حداقل ۱۲ روز در دمای صفر درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ شاهد فیلد در هر ست اندازه گیری	

احتیاط‌های ویژه سولفوریل فلوراید یک حشره کش با استفاده محدود و سمیت تنفسی است. این ماده در حالت بخار و مایع بسیار خطرناک است. تنفس بخارات ممکن است کشنده باشد. خواندن و دنبال کردن احتیاطات برچسب ماده مهم است. اسید سولفوریک و هیدروکسید سدیم خورنده پوست، چشم و مخاط هستند. استفاده از وسایل حفاظت فردی مناسب شامل دستکش، عینک ایمنی و روپوش آزمایشگاهی الزامی است. کار با تمام مواد شیمیایی مورد استفاده باید در یک هود انجام شود.	صحت محدوده مطالعه: ۲۰ تا ۴۲۰ میلی گرم بر مترمکعب (نمونه های ۰/۲ تا ۶ لیتری). تورش: ۳- درصد دقت کلی: ۰/۰۷ صحت: ۱۶/۷± درصد
کاربرد محدوده کاری ۲/۲ الی ۱۷ ppm برای نمونه هوای ۳ لیتری است. این روش جهت اندازه گیری STEL با استفاده از یک نمونه ۱/۵ لیتری است. روش برای نمونه های سولفوریل فلوراید سایت های dwelling fumigation است.	
مداخله گر ها ترکیبات دیگر فلوراید ممکن است مداخله گر باشند.	
روش های دیگر این روش براساس روش بایوکوس و همکاران [۵]. روش ۵۲۴۵ NIOSH از نمونه های کیسه ای و گاز کروماتوگرافی FPD استفاده می کند [۶].	
تجهیزات ۱. نمونه بردار: لوله زغال فعال با منشا پوست نارگیل، طول ۱۱ سانتی متر، قطر داخلی ۷ و خارجی ۱۰ میلی متر، با انتهای درزبندی شده، حاوی دو بخش زغال فعال (بخش جلویی ۸۰۰ و بخش عقبی ۲۰۰ میلی گرم)، جدا شده با فوم اورتان ۲ میلی متری. یک پلاگ پشم شیشه در جلوی لوله و یک فوم اورتان ۳ میلی متری در انتهای لوله. افت فشار باید در طول لوله در یک دبی ۱ لیتر بر دقیقه کمتر از ۳/۴ کیلو پاسکال باشد. ۲. پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۰۵ الی ۰/۱ لیتر بر دقیقه، با لوله های پلی اتیلنی یا PTFE قابل انعطاف. ۳. مبرد، محلول آب، درزبندی شده، قابل فریز شدن، قابل استفاده مجدد. ۴. فیلتر، ممبران، تخلخل ۰/۴۵ میکرومتر، ۱۳ میلی متر ۵. یون گروماتوگرافی با آشکارساز هدایتی، ثبت کننده چارت و ستون ها (صفحه ۶۰۱۲-۱) ۶. ویال های شیشه ای ۲۰ میلی لیتری با درپوش پلاستیکی ۷. ویال پلی اتیلنی ۲۰ میلی لیتری با درپوش پلاستیکی. ۸. میکروپیپت با سری پلاستیکی یکبار مصرف. ۹. فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری ۱۰. پیپت ۱۰ میلی لیتری مدرج شده با فاصله های ۰/۱ میلی لیتر. ۱۱. پیپت حجمی ۲۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی ۱. هیدروکسید سدیم ۲. اسید سولفوریک غلیظ ۳. آب با خلوص بالا ۴. محلول استخراج/بازجذب: هیدروکسید ۴۰ میلی مول بر لیتر. ۳/۲ گرم هیدروکسید در ۲ لیتر آب با خلوص بالا گاززدایی شده، حل شود. ۵. بازسازنده سرکوبگر، ۱۲/۵ میلی مول بر لیتر اسید سولفوریک. اضافه کردن ۰/۷ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ به یک لیتر آب با خلوص بالا در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میل لیتری. ۶. محلول استوک کالبراسیون، ۱ میلی گرم بر میلی لیتر آنیون فلوراید. حل کردن ۰/۲۲۱ گرم فلوراید سدیم در آب با خلوص بالا و رقیق سازی تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر در یک فلاسک حجمی. ۷. استانداردهای گازی کالبراسیون فلوراید سولفوریل.

۱۲. سرنگ ۱۰ میلی لیتری پلاستیکی. ۱۳. سونیک کننده ۱۴. ترازو با دقت ۰/۰۰۱ گرم.	
نمونه برداری ۱. پمپ‌های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. بلافاصله قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و آن را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه برداری فردی متصل کنید. ۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۱ L/min - ۰/۵ برای عبور حجم هوای ۱/۳ تا ۱۰ لیتر انجام دهید. ۴. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال در دمای صفر درجه سانتیگراد بسته بندی کنید.	
آماده سازی نمونه ۵. محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های پلاستیکی ۲۰ میلی لیتری قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۶. ۲۰ میلی لیتر از محلول هیدروکسید سدیم ۴۰ میلی مول بر لیتر به هر ویال اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. به مدت ۶۰ دقیقه سونیک نمایید. ۷. ۵ الی ۷ میل لیتر از محلول را به یک ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری وزن شده با استفاده از یک سرنگ پلاستیکی فیت شده با فیلتر ممبران ۰/۴۵ میکرومتری انتقال دهید. ۸. مجدداً هر ویال و محتای آن را وزن کنید. ۹. هر نمونه را در یک ویال شیشه ای بدون درپوش با استفاده از هات پلیت کاملاً خشک نمایید.	
کالیبراسیون و کنترل کیفی ۱۰. روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی کالیبره کنید. <u>توجه:</u> استانداردها باید به شرح زیر بر روی لوله های زغال چوب قرار داده شوند تا از بازیابی زیاد با استانداردهای مایع جلوگیری شود [۴]. آ. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را داخل لوله های زغال فعال (۵ الی ۸۰ میکروگرم فلوراید) اضافه نمایید و سپس بازجذب را انجام دهید مشابه نمونه های میدانی (مرحله ۵ الی ۹). ب. استانداردها را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۲ الی ۱۴ نمونه برداری). ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در مقابل مقدار (میکروگرم) فلوراید به ازاء ۲۰ میلی لیتر نمونه). ۱۱. (اختیاری). بازیافت (R) را برای برخی از لوله های استفاده شده برای نمونه برداری در گستره ی غلظتی مورد نظر تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر یک از پنج غلظت انتخابی و سه شاهد مدیا آماده کنید. آ. روی هر لوله زغال فعال مقدار مشخصی از گاز فلوراید سولفوریل جمع آوری کنید (مراحل ۱ الی ۹). ب. نمونه ها را مشابه نمونه های میدانی آنالیز نمایید (مراحل ۱۲ الی ۱۴). ج. یک گراف کالیبراسیون از میزان بازیافت ها در مقابل میکروگرم های فلوراید سولفوریل آماده نمایید.	
سنجش ۱۲. دستگاه یون کروماتوگرافی را با شرایط تعیین شده در صفحه ۱-۶۰۱۲ تنظیم نمایید. ۱۳. در صورت نیاز نمونه را فیلتر مجدد نمایید و سپس نمونه مایع را به دستگاه تزریق نمایید. ۱۴. ارتفاع پیک را اندازه گیری کنید.	
محاسبات ۱۵. جرم برحسب μg فلوراید موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد مدیا را تعیین کنید. <u>توجه:</u> اگر $Wb > Wf/10$، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود. ۱۶. محاسبه غلظت (C) فلوراید سولفوریل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:	

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) * 2.686}{V}, \text{mg/m}^3$$

فاکتور تبدیل ۲/۶۸۶: وزن ملکولی فلوراید سولفوریل تقسیم بر وزن اتمی ۲ آنیون فلوراید از واکنش زیر



ارزیابی روش

این روش در گستره ی ۲۰ تا ۴۲۰ میلی گرم بر مترمکعب ارزشیابی شده است. دقت کلی نمونه برداری و اندازه گیری برابر ۰/۰۷ بود [۲]. متوسط بازیافت فلوراید سولفوریل از زغال فعال ۹۹ درصد در نمونه برداری اتمسفرهای آماده شده در کیسه های نمونه برداری آلومینیومی بود. بازیافت فلوراید از مدیای نمونه برداری ۹۷ درصد در رنج ۱۰ تا ۱۶۰ میکروگرم فلوراید به ازاء هر نمونه بود. پایداری نمونه در طول ذخیره در غلظت هوای حاوی ۴۱۷ میلی گرم بر مترمکعب فلوراید سولفوریل ارزشیابی شد. نمونه ها بازیافت ۱۰۱ درصدی بعد از ۱۲ روز ذخیره کردن در مقایسه با ذخیره کردن به مدت یک روز را نشان دادند.

منابع

- [1] CDPR [2006]. Exposure assessment document for pesticide products containing sulfuryl fluoride. By Cochran R, DiPaolo D. Sacramento, CA: California Environmental Protection Agency, Department of Pesticide Regulation [www.cdpr.ca.gov/docs/emon/pubs/tac/tacpdfs/sulfluor/final_rcd_vol2.pdf]. Date accessed: January 2016.
- [2] NIOSH [1991]. Backup data report for sulfuryl fluoride. By Williamson GY. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, Division of Physical Sciences and Engineering, Methods Research Support Branch. Unpublished.
- [3] NIOSH [1991]. Analytical report: sequence No. 7161-A. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health. Unpublished.
- [4] NIOSH [1993]. Analytical report: sequence No. 7691-D. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health. Unpublished.
- [5] Bouyoucos SA, Melcher RG, Vaccaro JR [1983]. Collection and determination of sulfuryl fluoride in air by ion chromatography. Am Ind Hyg Assoc J 44(1):57-61.
- [6] NIOSH [1980]. Sulfuryl fluoride: Method S245. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. Vol. 6. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 80-125, available as accession No. PB82-157728 from NTIS [www.ntis.gov].
- [7] NIOSH/OSHA [1981]. Occupational health guideline for sulfuryl fluoride. In: NIOSH/OSHA Occupational health guidelines for chemical hazards. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 81-123 [www.cdc.gov/niosh/docs/81-123/].

نویسنده روش:

George Y. Williamson, MRSB, DPSE.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	شماره روش: ۷۳۰۲ تاریخ انتشار: ۲۱-۰۷-۲۰۱۴ عناصر با ICP (هضم با ماکروویو) ELEMENTS by ICP (Microwave Digestion)	
CAS: جدول ۲ RTECS: جدول ۲	فرمول شیمیایی: جدول ۱ وزن مولکولی: جدول ۱	
ویژگی ها: جدول ۱ نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز مواجهه OSHA: جدول ۲ NIOSH: جدول ۲		
سنجش روش سنجش: پلاسمای آرگون جفت شده القایی، طیفسنجی نشر اتمی (ICP-AES) ترکیبات آنالیت: آلومینیوم / کادمیوم / سرب / فسفر / استرانسیوم / ایتربوم / آنتیموان / کلسیم / لیتیوم / پلاتین / تلوریوم / روی / آرسنیک / کروم / منیزیم / پتاسیم / تالیوم / زیرکونیوم / باریوم / کبالت / منگنز / سلنیوم / قلع / بریلیم / مس / مولیبدن / مولیبدن / نقره / ایرون / تیتانیوم کالیبراسیون: عناصر در ۲۰ HNO₃ درصد حد تشخیص (LOD): جدول ۳ دقت نمونه بردار ($\bar{S}_r$): جدول ۳ مواد: ۱۰،۰ میلی لیتر از ۱:۱ نیتریک (HNO₃) و آب ASTM نوع II محلول نهایی: ۲۰ درصد HNO₃، ۲۵ میلی لیتر طول موج: به عنصر بستگی دارد (جدول ۳ را ببینید) کالیبراسیون: عناصر در ۲۰ درصد HNO₃ گستره: جدول ۴ را ببینید تصحیح پس زمینه: تغییر طول موج طیفی	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر (استر سلولز غشایی مخلوط (MCE) قطر ۳۷ میلی متری، پور سایز ۰/۸ میکرومتری) دبی: ۱ تا ۴ لیتر/دقیقه حداقل حجم نمونه: جدول ۱ حداکثر حجم نمونه: جدول ۱ روش انتقال نمونه: روتین پایداری نمونه: پایدار نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ شاهد فیلد در هر ست اندازه گیری	
احتیاط های ویژه هنگام جابجایی و کار با تمام مواد شیمیایی از دستکش، روپوش آزمایشگاهی و عینک ایمنی استفاده کنید. تمام آزمایشات باید با تهویه مناسب برای پرسنل و تجهیزات انجام شود. از آنجایی که این روش شامل استفاده از ظروف هضم درپوش دار است، از استفاده از اسیدهای	صحت محدوده مطالعه: جدول ۴ تورش: جدول ۴ دقت کلی: جدول ۴	

دیگر مانند اسید پرکلریک در ترکیب با اسید نیتریک که می تواند باعث واکنش شدید شود اجتناب نمایید [۶،۷]. در تهیه اسیدهای هضم و رقیق سازی، ضروری است که اسید به آب اضافه شود تا از واکنش شدید گرمازا جلوگیری شود.	صحت: جدول ۴
کاربرد این روش جهت آنالیز گردوغبار فلزی و غیرفلزی جمع آوری شده روی فیلترهای MCE در محل کار است. محدوده کاری از عنصری به عنصر دیگر متفاوت است. این روش موجب آنالیز عنصری همزمان با استفاده از رویکرد هضم مایکروویو برای ساده سازی و تسریع آنالیز می گردد.	
مداخله گر ها تداخل های طیفی تداخل های اولیه ای هستند که در آنالیز ICP-AES با آن مواجه می شوند. این مداخله گر ها با انتخاب دقیق طول موج، فاکتورهای تصحیح بین عنصری و تصحیح زمینه به حداقل می رسند.	
روش های دیگر این روش مکمل روش های هضم صفحه فلزی داغ NIOSH 7300 و NIOSH 7301 برای عناصر کمیاب است. طیفسنجی جذب اتمی شعله (به عنوان مثال، روش های ۷۰۱۳ تا ۷۰۸۲) یک تکنیک آنالیزی جایگزین برای بسیاری از این عناصر است [۴]. کوره گرافیت AAS (به عنوان مثال، ۷۱۰۲ برای Be، ۷۱۰۵ برای Pb) معمولا حساس تر است [۴]. NMAM 7301 و NMAM 7303 شامل روش های استخراج جایگزین هستند.	
تجهیزات ۱. نمونه بردار: فیلتر غشای استر سلولز مخلوط (MCE)، پور سائز ۰/۸ میکرومتر، قطر ۳۷ میلی متر؛ در کاست نگهدارنده فیلتر ۲ تکه ۲. پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۴ - ۱ لیتر بر دقیقه، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف. ۳. اسپکترومتر نشر اتمی-پلاسمای جفت شده القایی، مجهز به مشخصات مورد نظر توسط سازنده جهت آنالیز عناصر مورد نظر ۴. رگلاتور (تنظیم کننده) دو مرحله ای برای آرگون ۵. مایکروویو، قدرت قابل برنامه ریزی، کنترل دمای فعال، حداقل ۵۷۴ وات، اجاق تهویه شده مقاوم در برابر خوردگی و صفحه گردان. ۶. ظروف هضم مایکروویو، فشار بالا، PTFE بسته، ظرفیت ۱۰۰ میلی لیتر ۷. بالون ژوژه ۲۵ میلی لیتری ۸. پیپت های حجم سنجی مناسب در صورت نیاز قبل از استفاده تمام ظروف و ظروف شیشه ای را با اسید شستشو دهید.	مواد شیمیایی مصرفی ۱. اسید نیتریک غلیظ ۲. محلول های استوک کالیبراسیون، ۱۰۰۰ میکروگرم/میلی لیتر و ۱۰۰۰۰ میکروگرم/میلی لیتر به صورت تجاری در دسترس هستند، یا بر اساس پیشنهاد سازنده تهیه شوند (مشاهده مرحله ۱۰). ۳. اسید هضم، نسبت ۱:۱ آب ASTM تایپ II، و اسید نیتریک ۴. آرگون مایع ۵. آب دیونیزه، ASTM تایپ II [۵] ۶. اسید رقیق، نیتریک اسید در آب ASTM تایپ II
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه برداری فردی را کالیبره کنید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.	

۲. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۴ - ۱ لیتر بر دقیقه انجام دهید. جهت اندازه گیری TWA جدول ۲ را مشاهده نمایید. گرد و غبار کلی جمع شده بر روی فیلتر نباید از ۲ میلی گرم تجاوز کند.

توجه: با توزین فیلتر و محاسبه اختلاف وزن آن با وزن اولیه فیلتر می توانید این مورد را بررسی کنید. برای بحث بیشتر در مورد ظرفیت فیلتر، به فصل های راهنمای NMAM مراجعه نمایید.

آماده سازی نمونه

توجه: اگر وزن کل مورد نظر است، توزین باید در این مرحله انجام شود. از روش NIOSH 0500 برای آنالیز وزنی پیروی نمایید.

۳. کاست فیلتر نمونه و شاهد را از هولدر آن خارج کرده و فیلترهای نمونه ها، شاهد و کنترل کیفی (QC) را به یک ظرف هضم PTFE تمیز انتقال دهید. سطوح داخلی کاست با فیلتر MCE ۳۸ میلی متری را با دستمال مرطوب پلی وینیل الکل یا دستمال مرطوب سلولزی خیس شده با آب دیونیزه پاک نمایید و دستمال مرطوب را به ظرف هضم اضافه کنید (برای انتقال رسوبات آئروسول بدون فیلتر به ظروف هضم).

۴. اسید هضم را تا ۱۰ میلی لیتر اضافه نمایید و دهانه ظروف را ببندید.

توجه: برای جلوگیری از واکنش شدید گرمازا، آب را به اسید نیتریک غلیظ اضافه ننمایید. اسید باید پس از ریختن آب در ظرف اضافه گردد.

۵. ظروف هضم را در مایکروویو قرار دهید و روش هضم از پیش برنامه ریزی شده را برای هضم ۱۲ ظرفی اجرا نمایید: توان ۱۲۰۰ وات، رمپ تا ۱۵۰ درجه سانتیگراد در مدت ۲۰ دقیقه، به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۱۵۰ درجه سانتیگراد نگه دارید و سپس حداقل ۵ دقیقه خنک کنید (قدرت برای ظروف کوچک تر، کمتر تنظیم می شود).

۶. اجازه دهید نمونه ها تا دمای اتاق خنک شوند.

۷. درب ظرف را برداشته و محتویات در بالن ژوژه های ۲۵ میلی لیتری با آب ASTM تایپ II شستشو داده شوند.

۸. با آب ASTM تایپ II تا حد مشخص شده رقیق شده و میکس نمایید.

۹. نمونه های استخراج شده و رقیق شده را جهت آنالیز ارسال نمایید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۱۰. طیف سنج را طبق توصیه های سازنده کالیبره نمایید.

توجه: معمولاً از استانداردهای کاری چندعنصری و شاهد اسیدی استفاده می شود. ترکیبات چند عنصری زیر از نظر شیمیایی در HNO_3 ۲۰ درصد سازگار هستند.

آ: Al, As, Ba, Be, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Se, Sr, Ti, V, Y, Zn, Zr
 ب: B, K, P, Sn, Te, Tl
 ج: Ag, Cd, Sb
 د: Pt

۱۱. تمام استانداردهای مناسب را حداقل یکبار در هر بیست (۲۰) آنالیز، آنالیز نمایید (حداقل فراوانی ۵ درصد).

۱۲. ریکاوری ها را با حداقل یک شاهد مدیا و دو شاهد مدیا اسپایک شده در هر بیست نمونه بررسی نمایید. از سطح اسپایکی استفاده نمایید که در محدوده ۱۰ تا ۲۰ برابر LOQ باشد.

توجه: در صورت امکان، نمونه های QA/QC باید از مواد رفرنس تایید شده در ماتریس مشابه مواد bulk نمونه برداری شده تهیه شوند. فیلترهای اسپایک شده مایع تنها جایگزین نمونه های دنیای واقعی هستند و داده های QC بر اساس نمونه های تایید شده ترجیح داده می شوند.

اندازه گیری

۱۳. اسپکتروفتومتر ICP-AES را بر اساس دستورات سازنده تنظیم نمایید.

۱۴. استاندارد ها و نمونه ها را در طول موج های مورد نظر برای هر عنصر مورد آنالیز قرار دهید (آنالیت های هدف در جدول ۳ لیست شده اند)

توجه: اگر مقدار نمونه بالاتر از گستره خطی دستگاه بود، محلول ها را با اسید رقیق، رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد نمایید.

محاسبات

۱۵. غلظت محلول برای هر نمونه اصلی (C_s) و میانگین شاهد مدیا (C_b) را بر حسب میکروگرم/میلی لیتر توسط دستگاه تعیین کنید.

۱۶- با استفاده از حجم محلول نمونه اصلی (V_s) و شاهد مدیا (V_b) بر حسب میلی لیتر، غلظت (C) نمونه (هر عنصر) را بر حسب mg/m^3 در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید:

$$C = \frac{C_s V_s - C_b V_b}{V} \text{ mg/m}^3$$

توجه: $\mu g/mL = mg/m^3$

ارزیابی روش

روش ۷۳۰۲ با استفاده از اسپایک های فیلتر چند عنصری در شش سطح اسپایک بر اساس LOQ تخمین زده شده برای هر عنصر ارزیابی شد [۸]. استفاده از هضم میکروویو نسبت به روش سنتی صفحه داغ اسید مخلوط، در زمان کمتر انجام میگیرد و راحت تر است. حذف اسید پرکلریک در روش هضم نمونه به بهبود ایمنی روش کمک می کند. [۷]

داده های خلاصه در جدول ۳ برای سطوح سه برابر LOQ (سطح پایین تر در جدول ۳) و ۳۰۰ برابر LOQ (سطح بالاتر در جدول ۳) و برای محدوده بارگذاری های ارائه شده در جدول ۴ ارائه شده است. نمونه ها با استفاده از دستگاه CEM MDS 2100 با توجه به شرایط مشخص شده در بخش "آماده سازی نمونه" در بالا، تحت هضم میکروویو قرار گرفتند (به توجه مرحله ۵ مراجعه کنید). مقادیر جداول ۳ و ۴ با استفاده از چندین ابزار مختلف ICP-AES که طبق دستورالعمل سازنده کار می کردند تعیین شد. داده های دقت و بازیابی، محدودیت های تشخیص ابزاری، حساسیت و طول موج های تحلیلی در جدول ۳ و جدول ۴ فهرست شده اند. همه داده های دقیق برای همگنی برای هر شش سطح غلظت آزمایش شده با استفاده از آزمون بارلت ارزیابی شدند و نتایج در گزارش داده های پشتیبان روش [۸] فهرست شده و در جداول ۳ و ۴ خلاصه شده اند. یک تجزیه و تحلیل آماری نشان داد که داده ها قابل جمع هستند و همه عناصر دقت روش را کمتر از ۲۵ درصد محاسبه کرده اند. این دقت کلی و صحت همانطور که در جدول ۴ آورده شده است، حد بالایی پیش بینی کننده دقت است. داده های دقت (جدول ۴) سودمندی روش را برای همه عناصر فهرست شده نشان می دهد.

بحث در مورد آنالیز فلزات و متالوئید توسط ICP-AES در یک استاندارد اجماع داوطلبانه بین المللی [۳] ارائه شده است و روش هضم میکروویو در برابر سایر روش های هضم از طریق یک کارآزمایی بین آزمایشگاهی ارزیابی شده است [۱۰].

منابع

- [1] ACGIH [2013]. TLVs and BEIs based on the documentation of the Threshold Limit Values for chemical substances and physical agents and Biological Exposure Indices. Cincinnati, Ohio: American Conference of Governmental Industrial Hygienists. [www.acgih.org/show_document?p_table=STANDhttp://www.dguv.g]. [Data accessed April 2014.]
- [2] Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung [2013]. GESTIS database on hazardous substances (German Social Accident Insurance). Sankt Augustin, FRG: [hde/ifa/GESTIS]. [Data accessed April 2014.]
- [3] ASTM [2010]. ASTM D7035-10, Standard test method for the determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. West Conshohocken, PA: ASTM International [www.astm.org].
- [4] NIOSH [1994] NIOSH Manual of analytical methods (NMAM). 4th ed. Schlecht PC, O'Connor PF, eds. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- [5] ASTM International [2011]. ASTM D1193-77, Standard specification for reagent water. West Conshohocken, PA: ASTM International [www.astm.org].

- [6] NIOSH [2005]. NIOSH Pocket guide to chemical hazards. Barsan ME, ed. Cincinnati, OH: US Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 2005-149.
- [7] Furr AK, ed. [1995]. CRC Handbook of laboratory safety, 4th ed. Boca Raton, FL: CRC Press.
- [8] Stone LC, Perkins JB, Rogers DM [2003]. Elements by ICP using microwave digestion, NMAM 7302, Issue 1, Backup data report. Cincinnati OH: DataChem Laboratory developed under contract CDC-200- 2001-08000. Unpublished.
- [9] Lide DR, ed. [1994] Handbook of chemistry and physics. 74th ed. Boca Raton, FL.: CRC Press.
- [10] Butler OT, Howe AM [1999]. Development of an international standard for the determination of metals and metalloids in workplace air using ICP-AES: Evaluation of sample dissolution procedures through an interlaboratory trial. J. Environ. Monit. 1: 23-32.
- [11] Code of Federal Regulations, 29 CFR Part 1910.1000 (Table Z-1) [https://www.osha.gov/pls/oshaweb/ARDS&p_id=9992]. Website accessed on December 13, 2013.

نویسنده روش:

David M. Rogers, Lee C. Stone, James B. Perkins, DataChem Laboratories, Salt Lake City, Utah.; Yvonne Gagnon, Ronnee Andrews, Ph.D., NIOSH/DART.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

جدول ۱: خواص و حجم‌های نمونه برداری

جدول ۱: خواص و حجم‌های نمونه برداری

حجم هوا، لیتر		خواص		عنصر (نماد)
حداکثر	حداقل	نقطه ذوب، °C	جرم اتمی	
۱۰۰	۵	۶۶۰	۲۶/۹۸	آلومینیوم (Al)
۲۰۰۰	۱۰	۶۳۰	۱۲۱/۸	آنتیموان (Sb)
۲۰۰۰	۵	۸۱۷	۷۴/۹۲	آرسنیک (As)
۲۰۰	۵	۷۲۷	۱۳۷/۳	باریم (Ba)
۲۰۰۰	۱۲۵۰	۱۲۸۷	۹/۰۱	برلیوم (Be)
۲۰۰۰	۵	۲۳۰۰	۱۰/۸۱	بور (B)
۲۰۰۰	۱۲	۳۲۱	۱۱۲/۴۱	کادمیم (Cd)
۲۰۰	۵	۸۴۲	۴۰/۰۸	کلسیم (Ca)
۱۰۰۰	۵	۱۹۰۷	۵۲	کروم (Cr)
۲۰۰۰	۲۵	۱۴۹۵	۵۸/۹۳	کبالت (Co)
۱۰۰۰	۵	۱۰۸۳	۶۳/۵۴	مس (Cu)
۱۰۰	۵	۱۵۳۵	۵۵/۸۵	آهن (Fe)
۲۰۰۰	۵۰	۳۲۸	۲۰۷/۱۹	سرب (Pb)
۲۰۰۰	۱۰۰	۱۸۱	۶/۹۴	لیتیوم (Li)
۶۷	۵	۶۵۱	۲۴/۳۱	منیزیم (Mg)
۶۷	۵	۱۲۴۵	۵۴/۹۴	منگنز (Mn)
۲۰۰	۵	۲۶۲۳	۹۵/۹۴	مولیبدن (Mo)

۶۷	۵	۱۴۵۵	۵۸/۷۱	نیکل (Ni)
۲۰۰۰	۲۵	۴۴	۳۰/۹۷	فسفر (P)
۲۰۰۰	۱۲۵۰	۱۷۶۹	۱۹۵/۰۹	پلاتین (Pt)
۲۰۰۰	۵	۶۴	۳۹/۱۰	پتاسیم (K)
۲۰۰۰	۱۳	۲۲۱	۷۸/۹۶	سلنیم (Se)
۲۰۰۰	۲۵۰	۹۶۱	۱۰۷/۸۷	نقره (Ag)
۲۰۰۰	۱۳	۹۸	۲۲/۹۹	سدیم (Na)
۲۰۰۰	۵	۷۷۷	۸۷/۶۲	استرانتیم (Sr)
۲۰۰۰	۲۵	۴۵۰	۱۲۷/۶۰	تلوریم (Te)
۲۰۰۰	۲۰	۲۳۲	۱۱۸/۶۹	قلع (Sn)
۲۰۰۰	۲۵	۳۰۴	۲۰۴/۳۷	تالیوم (Tl)
۱۰۰	۵	۱۶۶۸	۴۷/۸۷	تیتانیوم (Ti)
۲۰۰۰	۵	۱۹۱۰	۵۰/۹۴	وانادیوم (V)
۱۰۰۰	۵	۱۵۲۲	۸۸/۹۱	یوتریم (Y)
۲۰۰	۵	۴۱۹	۶۵/۳۷	روی (Zn)
۲۰۰	۵	۱۸۵۵	۹۱/۲۲	زیرکونیوم (Zr)

جدول ۲: حدود مجاز مواجهه، CAS، RTECS

حدود مجاز مواجهه بر حسب mg/m^3 حد سقفی مواجهه $C =$				
NIOSH	OSHA	RTECS	# CAS	عنصر (نماد)
۱۰ ذرات کل، ۲ قابل حل ۵ قابل تنفس، فیوم	۱۵ ذرات کل ۵ قابل تنفس	BD0330000	۷۴۲۹-۹۰-۵	آلومینیوم (Al)
C 0.002 , 0.5	۰/۰۱۰ غیر ارگانیک	CG0525000	۷۴۴۰-۳۸-۲	آرسنیک (As)
۰/۵ ترکیبات قابل حل مثل باریم	۰/۵ ترکیبات قابل حل مثل باریم	-	۷۴۴۰-۳۹-۳	باریم (Ba)
C ۰,۰۰۰۵	C ۰,۰۰۵ , ۰,۰۰۲	DS1750000	۷۴۴۰-۴۱-۷	برلیوم (Be)
۱۰ مانند اکسید	۱۵ مانند اکسید	ED7350000	۷۴۴۰-۴۲-۸	بور (B)
کمترین مقدار ممکن	۰/۰۰۵	EU9800000	۷۴۴۰-۴۳-۹	کادمیم (Cd)
OEL ندارد	OEL ندارد	EV8040000	۷۴۴۰-۷۰-۲	کلسیم (Ca)
۰/۵	۰.۵ (II,III), 0.005 (VI) ۱ (فلزات، نمک های غیر قابل حل)	GB4200000	۷۴۴۰-۴۷-۳	کروم (Cr)
۰/۰۵ (ذرات گردوغبار، فیوم)	۰/۱ (ذرات گردوغبار، فیوم)	GF8750000	۷۴۴۰-۴۸-۴	کوبالت (Co)
۱ (ذرات گردوغبار، میست) ۰/۱ (فیوم)	۱ (ذرات گردوغبار، میست) ۰/۱ (فیوم)	GL5325000	۷۴۴۰-۵۰-۸	مس (Cu)
۵ (ذرات گردوغبار، فیوم) مانند اکسید	۱۰ (فیوم) مانند اکسید	NO4565500	۷۴۳۹-۸۹-۶	اهن (Fe)
۰/۰۵	۰/۰۵	OF7525000	۷۴۳۹-۹۲-۱	سرب (Pb)
-	-	OJ5540000	۷۴۳۹-۹۳-۲	لیتیوم (Li)

-	۱۵(ذرات گردوغبار) مانند اکسید	2100000	۷۴۳۹-۹۵-۴	منیزیم (Mg)
STEL 3؛ 1	C 5	OO9275000	۷۴۳۹-۹۶-۵	منگنز (Mn)
-	5 (قابل حل) ۱۵(غیرقابل حل کل)	QA4680000	۷۴۳۹-۹۸-۷	مولیبدن (Mo)
Ca ،،، ۰۱۵	۱	QR950000	۷۴۴۰-۰۲-۰	نیکل (Ni)
۰/۱	۰/۱	TH3500000	۷۷۲۳-۱۴-۰	فسفر (P)
۱(فلز) ۰/۰۰۲ (قابل حل)	۰/۰۰۲ (قابل حل)	2160000	۷۴۴۰-۰۶-۴	پلاتین (Pt)
-	-	TS6460000	۷۷۴۰-۰۹-۷	پتاسیم (K)
۰/۵	۰/۵	CS4025000	۷۴۴۰-۳۶-۰	انتیموان (Sb)
۰/۲	۰/۲	VS7700000	۷۷۸۲-۴۹-۲	سلنیم (Se)
۰/۰۱ (ذرات گردوغبار، فیوم، فلز)	۰/۰۱ (ذرات گردوغبار، فیوم، فلز)	VW۳۵۰۰۰۰۰	۷۴۴۰-۲۲-۴	نقره (Ag)
-	-	VY0686000	۷۴۴۰-۲۳-۵	سدیم (Na)
-	-	WK7700000	۷۴۴۰-۲۴-۶	استرانتیم (Sr)
۰/۱	۰/۱	WY2625000	۱۳۴۹۴-۸۰-۹	تلوریم (Te)
۲	۲	XP7320000	۷۴۴۰-۳۱-۵	قلع (Sn)
کمترین مقدار ممکن	۱۵(مانند TiO_2)	XR1700000	۷۴۴۰-۳۲-۶	تیتانیوم (Ti)
۰/۱ (قابل حل) پوست	۰/۱ (قابل حل) پوست	XG1700000	۷۴۴۰-۲۸-۰	تالیم (Tl)
V_2O_5 C 0.05 مانند	0.5 C (قابل تنفس) V_2O_5 مانند 0.1 C (فیوم) مانند V_2O_5	YW1355000	۷۴۴۰-۶۲-۲	وانادیم (V)
۱	۱	ZG2980000	۷۴۴۰-۶۵-۵	یوتریم (Y)
STEL 10؛ 5 (فیوم ZnO) 15؛ 5 C (ذرات ZnO)	۵ (فیوم ZnO) ۱۵ (ذرات ZnO) ۵ (قابل تنفس ZnO)	ZG8600000	۷۴۴۰-۶۶-۶	روی (Zn)
STEL 10؛ 5	۵	ZH7070000	۷۴۴۰-۶۷-۷	زیر کونیم (Zr)

جدول ۳: اندازه گیری طول موج ها و بازیابی داده

بالاترین حد			کمترین حد					
%RSD	درصد N=6 بازیابی	(μg بر نمونه)	%RSD	درصد N=6 بازیابی	(μg بر نمونه)	LOD (μg بر نمونه)	طول موج (nm)	عنصر
۰,۴۹۷	۹۹,۰	۱۵۰	۱,۰۱	۹۵,۵	۱,۵۰	۰,۱	۳۲۸,۱	Ag
۰,۴۶۲	۹۸,۷	۷۵۰	۰,۹۸۱	۹۲,۷	۷,۵۰	۱	۳۰۸,۲	Al
۰,۳۴۰	۱۰۷	۷۵۰	۲,۲۲	۱۰۱	۷,۵۰	۱	۱۹۳,۸	As
۰,۴۵۴	۹۹,۵	۳۷۵	۲,۹۶	۱۱۲	۳,۷۵	۰,۵	۲۴۹,۷	B
۰,۴۳۸	۱۰۱	۷۵,۲	۳,۰۹	۱۰۴	۰,۷۵۲	۰,۰۶	۴۹۳,۴	Ba
۰,۷۱۴	۱۰۳	۷,۶۰	۲,۳۶	۹۵,۸	۰,۰۷۶	۰,۰۰۹	۱۳۱,۰	Be
۰,۶۲۰	۹۹,۰	۲۲۵۰	۲,۸۷	۱۰۷	۲۲,۵	۲	۳۱۵,۹	Ca
۰,۷۰۱	۱۰۴	۱۵۰	۳,۴۶	۹۸,۸	۱,۵۰	۰,۱	۲۲۸,۸	Cd
۰,۵۶۶	۱۰۴	۳۷۵	۱,۷۲	۹۹,۷	۳,۷۵	۰,۳	۲۲۸,۶	Co

۳,۳۶	۱۰۳	۳۷۵	۷,۸۷	۱۰۳	۳,۷۵	۰,۴	۲۶۷,۷	Cr
۰,۳۷۱	۹۴,۲	۷۵,۲	۳,۴۷	۹۸,۸	۰,۷۵۲	۰,۰۷	۳۲۴,۸	Cu
۰,۲۶۳	۱۰۱	۱۵۰۰	۲,۴۳	۱۱۲	۱۵,۰	۲	۲۵۹,۹	Fe
۰,۴۷۲	۱۰۳	۱۵۰۰	۵,۷۰	۹۸,۳	۱۵,۰	۲	۷۶۶,۵	K
۰,۷۴۹	۹۸,۸	۷۵,۲	۲,۹۸	۹۲,۴	۰,۷۵۲	۰,۰۳	۶۷۰,۸	Li
۰,۳۰۹	۹۵,۱	۷۵۰	۳,۵۲	۸۹,۳	۷,۵۰	۰,۵	۲۷۹,۱	Mg
۰,۳۸۹	۹۸,۲	۷۵,۲	۲,۳۸	۸۶,۲	۰,۷۵۲	۰,۰۲	۲۵۷,۶	Mn
۰,۳۷۳	۱۰۳	۲۲۵	۵,۴۱	۹۶,۸	۲,۲۵	۰,۲	۲۰۲,۰	Mo
۰,۴۵۷	۱۱۰	۳۷۵۰	۰,۸۲۳	۱۰۰	۳۷,۵	۴	۵۸۹,۰	Na
۰,۵۹۲	۹۷,۷	۲۲۵	۵,۲۱	۹۸,۳	۲,۲۵	۰,۲	۲۳۱,۶	Ni
۰,۳۱۵	۱۰۴	۱۵۰۰	۵,۶۷	۱۰۰	۱۵,۰	۲	۲۱۴,۹	P
۰,۵۷۰	۱۰۴	۷۵۰	۳,۹۴	۹۸,۹	۷,۵۰	۰,۶	۲۲۰,۴	Pb
۱,۴۹	۹۵,۷	۱۰۰۰۰	۰,۲۸۲	۹۸,۳	۷۵,۰	۸	۲۶۵,۹	Pt
۰,۲۵۵	۱۰۳	۷۵۰	۳,۲۱	۹۴,۴	۷,۵۰	۰,۴	۲۰۶,۸	Sb
۰,۲۷۰	۱۰۶	۳۷۵۰	۳,۲۱	۱۰۴	۳۷,۵	۳	۱۹۶,۱	Se
۳,۲۳	۹۰,۳	۳۷۵۰	۵,۰۴	۱۰۵	۳۷,۵	۰,۸	۱۸۹,۹	Sn
۰,۵۵۳	۹۷,۵	۳۷۵	۲,۳۶	۹۲,۶	۳,۷۵	۰,۰۲	۴۲۱,۶	Sr
۰,۶۱۴	۱۰۳	۱۵۰۰	۲۱,۸	۹۰,۱	۱۵,۰	۲	۲۱۴,۳	Te
۰,۵۷۵	۹۸,۸	۱۵۰	۱,۷۰	۱۰۱	۱,۵۰	۰,۲	۳۳۷,۳	Ti
۰,۳۵۲	۹۹,۳	۷۵۰	۴,۱۴	۱۰۳	۷,۵	۰,۹	۱۹۰,۹	Tl
۰,۳۴۱	۱۰۳	۷۵,۲	۴,۷۴	۹۳,۷	۰,۷۵۲	۰,۱	۲۹۲,۴	V
۳,۳۳	۱۰۲	۳۷,۶	۴,۴۴	۱۰۷	۰,۳۷۶	۰,۰۱	۳۷۱,۰	Y
۳,۴۲	۹۷,۴	۱۵۰	۱۳,۱	۱۰۶	۱,۵۰	۰,۱	۲۱۳,۹	Zn
۰,۹۷۱	۹۵,۴	۷۵,۰	۵,۳۵	۹۳,۱	۰,۷۵۰	۰,۰۶	۳۳۹,۲	Zr

جدول ۴: صحت و دقت داده ها بر حسب عنصر

عنصر (µg بر نمونه)	رنج (µg بر نمونه)	بایاس	S ^{art} (%)	دقت
Ag	۰/۵ تا ۱۵۰	-۰/۰۱۷۵	۰/۶۶۸	۲/۸۵
Al	۷۵۰ تا ۲/۵	۰/۰۵۰۵	۱/۴۵۵	۷/۴۱
As	۷۵۰ تا ۲/۵	-۰/۲۲۴۹	۰/۵۵۴	۲۳/۴۰
Ba	۷۵/۲ تا ۰/۲۵	-۰/۰۳۳۰	۰/۹۲۰	۴/۸۲
Be	۷/۶۰ تا ۰/۰۲۵	۰/۰۲۹۷	۰/۸۶۳	۴/۳۹
Ca	۲۲۵۰ تا ۷/۴۳	-۰/۰۰۸۱	۰/۸۳۶	۲/۱۸
Cd	۱۵۰ تا ۰/۵۰	-۰/۰۰۸۲	۰/۷۲۹	۲/۰۲
Co	۳۷۵ تا ۱/۲۴	-۰/۰۱۶۱	۰/۵۷۴	۲/۵۶
Cr	۳۷۵ تا ۱/۲۴	-۰/۰۲۰۴	۰/۶۵۵	۳/۱۲
Cu	۷۵/۲ تا ۰/۲۴۸	۰/۰۱۶۰	۰/۹۸۴	۳/۲۱
Fe	۱۵۰۰ تا ۵	-۰/۰۰۳۹	۱/۶۳۷	۳/۳۰
K	۱۵۰۰ تا ۵	۰/۱۴۸۷	۱/۶۶۵	۱۷/۶۱
La	۵۰/۱ تا ۱۲/۶	-۰/۰۱۳۶	۰/۹۲۰	۲/۸۷

24/40	1/209	0/2241	75/2 5 0/25	Li
3/19	0/844	0/0 180	75/2 5 2/5	Mg
4/91	0/865	-0/0 348	75/2 5 0/25	Mn
3/82	1/469	0/0 140	225 5 0/75	Mo
1/73	0/672	-0/0 063	225 5 0/75	Ni
8/69	1/212	0/0 669	1500 5 5	P
3/36	0/544	-0/0 246	750 5 2/5	Pb
2/91	0/722	0/0 172	750 5 2/5	Sb
6/63	0/758	0/0 538	3750 5 12/4	Se
7/15	0/936	0/0 561	3750 5 12/4	Sn
1/90	0/710	-0/0 074	375 5 1/24	Sr
3/08	0/892	0/0 161	1500 5 5	Te
3/84	1/043	0212	150 5 5	Ti
3/92	0/602	-0/0 293	750 5 2/5	Tl
3/76	1/223	0/0 175	75/2 5 0/25	V
3/62	1/115	-0/0 179	37/6 5 0/12	Y
3/02	1/343	0/0 075	150 5 0/5	Zn
4/76	0/980	0/0 314	75 5 0/25	Zr

	آمونیاک AMMONIA	شماره روش: ۶۰۱۶ تاریخ انتشار: ۰۳-۰۳-۲۰۱۶
CAS: 7664-41-7 RTECS: BO0875000	فرمول شیمیایی: NH₃ وزن مولکولی: ۱۷/۰۳	
ویژگی ها: گاز ؛ نقطه ذوب °C ۷۷/۷-؛ نقطه جوش °C ۳۳/۴-؛ فشار بخار ۸۸۸ kPa (۸/۷۶ atm) در °C ۲۱/۱؛ چگالی بخار ۰/۶ (هوا=۱)؛ گستره انفجار ۱۶ تا ۲۵ درصد حجمی در هوا نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز مواجهه OSHA: ۵۰ پی پی ام NIOSH: ۲۵ پی پی ام؛ ۳۵ پی پی ام مواجهه کوتاه مدت		
سنجش روش سنجش: یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایتی آنالیت: یون آمونیوم (NH₄⁺) کالیبراسیون: محلول های استاندارد NH₄⁺ در آب دیونیزه حد تشخیص (LOD): ۸ تا ۱۰۰ میکروگرم/نمونه دقت نمونه بردار ($\bar{S}_r$): ۰/۰۳۸ حجم تزریق: ۵۰ میکرولیتر گستره: ۸ تا ۱۰۰ میکروگرم در نمونه [۳] حلال جداسازی: ۱۰ میلی لیتر آب دیونیزه فاز موبایل: هیدروکلریک اسید (HCl) ۴۸ میلی مولار / ۲،۳-دی آمینوپروپیونیک اسید مونوهیدروکلراید (DAP-HCl) ۴ میلی مولار / ال-هیستیدین مونوهیدروکلراید مونو هیدرات (L-histidine-HCl) ۴ میلی مولار؛ ۱ میلی لیتر/دقیقه. هیدروکلریک اسید (HCl) ۱۲ میلی مولار / ۲،۳-دی آمینوپروپیونیک اسید مونوهیدروکلراید (DAP-HCl) ۰/۲۵ میلی مولار / ال-هیستیدین مونوهیدروکلراید مونو هیدرات (L-histidine-HCl) ۰/۲۵ میلی مولار؛ ۱ میلی لیتر/دقیقه. ستون: جداکننده کاتیونی، محافظ کاتیون، مهار کننده میکرو غشایی کاتیون آشکارساز: هدایتی	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب (سیلیکاژل آغشته شده به اسید سولفوریک)، یک پیش فیلتر MCE ۰/۸ میکرومتری ممکن است برای حذف ذرات استفاده شود. دبی: ۰/۵-۱/۵ لیتر/دقیقه حداقل حجم نمونه: ۰/۱ لیتر در ۵۰ ppm حداکثر حجم نمونه: ۹۶ لیتر در ۵۰ ppm روش انتقال نمونه: روتین پایداری نمونه: حداقل ۳۵ روز در دمای ۵ درجه سانتی گراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ شاهد فیلد در هر ست اندازه گیری	

احتیاط‌های ویژه اسیدهای غلیظ بر روی پوست اثر خورندگی دارند. در زیر هود با اسید کار کنید. از دستکش محافظ استفاده نمایید.	صحت محدوده مطالعه: ۱۷ تا ۶۸ میلی گرم بر متر مکعب (نمونه‌های ۳۰ لیتری) تورش: ۲/۴- درصد دقت کلی: ۰/۰۷۱ صحت: ۱۴/۵± درصد
کاربرد محدوده کاری ۲۴ تا ۹۸ ppm (۱۷ تا ۶۸ میلی گرم بر متر مکعب) برای نمونه ۳۰ لیتری است. این روش برای اندازه گیری های STEL زمانی که با ۰/۲ لیتر در دقیقه نمونه برداری می شود، قابل استفاده است.	
مداخله گر ها اتانول آمین ها (مونواتانول آمین، ایزوپروپانول آمین و پروپانول آمین) زمان های ماند مشابه NH_4^+ دارند. استفاده از فاز متحرک جایگزین (ضعیف) به جداسازی این پیک ها کمک می کند.	
روش های دیگر این روش تلفیقی از روش نمونه برداری متدهای S347 و 6015 با روش آنالیزی یون کروماتوگراف مشابه با متد 6701 و متد ID- OSHA 188 است.	
تجهیزات ۱. نمونه بردار آ. پیش فیلتر: فیلتر غشایی استرسلولزی میکس شده ۳۷ میلی متری، پورسایز ۰/۸ میکرون، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک متخلخل یا فولاد ضد زنگ در نگهدارنده فیلتر کاست دو قسمتی. ب. سیلیکاژل آغشته شده به اسید سولفوریک، لوله شیشه‌ای، طول ۶ سانتی متر، قطر خارجی ۶ میلی متر، قطر داخلی ۴ میلی متر، حاوی دو بخش ۲۰/۴۰ مشی سیلیکاژل آغشته شده به اسید سولفوریک (بخش جلویی ۲۰۰ میلی گرم/بخش عقبی ۱۰۰ میلی گرم) که توسط یک لایه پشم شیشه از هم جدا شده و در جای خود نگه داشته شده است و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. ۲. پمپ نمونه برداری فردی، دبی ۰/۱ تا ۰/۵ لیتر/دقیقه، با لوله های قابل انعطاف. ۳. یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایتی، محافظ و ستون کاتیون، مهارکننده میکروغشایی کاتیون. ۴. سرنگ، ۱۰ میلی لیتری، پلی اتیلنی ۵. لوله سانتریفیوژ، ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی، با درپوش پیچی ۶. بالن های حجمی (ژوژه)، ۱۰، ۵۰، ۱۰۰ میلی لیتری و ۱ لیتری ۷. فیلتر های سرنگ، فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری، ۰/۸ میکرومتری ۸. میکروپیپت با سری یک بار مصرف	مواد شیمیایی مصرفی ۱. آب دیونیزه فیلتر شده ۲. اسید سولفوریک (H_2SO_4) ۰/۰۱ نرمال، ۰/۲۸ میلی لیتر از H_2SO_4 غلیظ به ۵۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه در یک بالن ژوژه ۱ لیتری اضافه گردد. با آب دیونیزه تا ۱ لیتر رقیق سازی انجام گیرد. ۳. هیدروکلریک اسید (HCl) ۱ نرمال، ۸۲/۵ میلی لیتر از HCl غلیظ به ۵۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه در یک بالن ژوژه ۱ لیتری اضافه گردد. با آب دیونیزه تا ۱ لیتر رقیق سازی انجام گیرد. ۴. ۳-دی آمینوپروپیونیک اسید مونوهیدروکلراید (DAP-HCl) ۵. ال هیستیدین مونوهیدروکلراید مونو هیدرات (L-histidine-HCl) ۶. فاز متحرک (HCl ۴۸ میلی مولار، DAP-HCl ۴ میلی مولار، L-histidine-HCl ۴ میلی مولار): ۰/۵۶۰ گرم DAP-HCl و ۰/۸۴۰ گرم درون بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته شود. ۴۸ میلی لیتر HCl ۱ نرمال اضافه کنید، با آب دیونیزه تا حجم مورد نظر رقیق کنید. ماهانه تهیه نمایید. ۷. فاز متحرک جایگزین (HCl ۱۲ میلی مولار، DAP-HCl ۰/۲۵ میلی مولار، L-histidine-HCl ۰/۲۵ میلی مولار): ۲۵۲ میلی لیتر فاز متحرک قوی و ۳۶ میلی لیتر HCl ۱ نرمال را تا ۴ لیتر با آب دیونیزه رقیق نمایید. برای هر بار استفاده تازه تهیه نمایید. ۸. تترامتیل آمونیوم هیدروکسید (TMAOH)، ۲۵ درصد در آب

۹. ترازو (با حساسیت ۰/۰۱ میلی گرم)	۹. محلول احیا کننده: ۵۷/۴ میلی لیتر از TMAOH ۲۵ درصد را تا ۴ لیتر با آب دیونیزه رقیق نمایید. ۱۰. محلول استوک آمونیاک، ۱۰۰۰ میکروگرم/میلی لیتر به عنوان آمونیاک (۱۰۵۹ میکروگرم/لیتر به عنوان NH_4^+): ۳/۱۴۰۹ گرم آمونیوم کلرید را در آب دیونیزه حل نمایید. تا ۱ لیتر رقیق سازی نمایید.
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه برداری فردی را کالیبره نمایید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. نمونه برداری در یک دبی مشخص بین ۰/۵ - ۰/۱ لیتربر دقیقه برای عبور حجم هوای ۰/۱ تا ۹۶ لیتر انجام گیرد. ۳. در پوش پلاستیکی (نه لاستیکی) لوله های نمونه برداری بلافاصله بعد از نمونه برداری گذاشته شود. ۴. برای انتقال ایمن آماده نمایید.	
آماده سازی نمونه ۵. در پوش نمونه بردار را بردارید. بخش های جلویی و عقبی نمونه بردار (سیلیکاژل آغشته به اسید سولفوریک) را به لوله های سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری جداگانه ای انتقال دهید. <u>توجه:</u> ضربه محکم به لوله ممکن است برای انتقال کامل سیلیکاژل آغشته با اسید سولفوریک لازم باشد. ۶. ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه نمایید. در پوش آن را ببندید و به شدت تکان دهید. به مدت ۴۵ دقیقه نمونه ها را رها کنید، البته گهگاهی آن را تکان دهید (در طی ۴۵ دقیقه عمل واجذب کامل می شود). <u>توجه:</u> آنالیز آمونیاک باید تا ۱ روز بعد از واجذب آن انجام شود. ۷. برای تزریق مستقیم نمونه یا انتقال آن به ویال اتوسمپلر، نمونه را به سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری انتقال دهید.	
کالیبراسیون و کنترل کیفی ۸. روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاری که گستره ی ۱ تا ۱۱۰ میکروگرم آمونیاک را در هر میلی لیتر نمونه پوشش دهد (تقریباً ۱۲ - ۰/۱۱ میکروگرم/میلی لیتر NH_4^+) کالیبره نمایید. ۹. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون آمونیاک را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با اسید سولفوریک ۰/۰۱ نرمال به حجم برسانید. <u>توجه:</u> استانداردها را درست قبل از استفاده تهیه نمایید. ۱۰. استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۹ تا ۱۱) ۱۱. منحنی کالیبراسیون را رسم نمایید (ارتفاع پیک در برابر میکروگرم آمونیاک).	
اندازه گیری ۱۲. یون کروماتوگراف را با توجه با قسمت اندازه گیری در صفحه ۱، بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید. ۱۳. ۵۰ میکرولیتر از نمونه را به طور دستی یا توسط اتوسمپلر تزریق کنید. در تزریق دستی برای اطمینان از شسته شدن کامل لوپ نمونه ۳ تا ۲ میلی لیتر نمونه را تزریق کنید. ۱۴. ارتفاع پیک را اندازه نمایید. <u>توجه:</u> اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با اسید سولفوریک ۰/۰۱ نرمال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب رقت سازی مناسب را اعمال نمایید.	
محاسبات ۱۵. جرم آمونیاک، بر حسب میکروگرم، موجود در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) جاذب نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد مدیا را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید. ۱۶. محاسبه غلظت (C) آمونیاک در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:	

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$$

ارزیابی روش

این متد ترکیبی از روش‌های نمونه‌برداری متدهای NIOSH 347 و NIOSH 6015 با روش آنالیتیکال یون کروماتوگراف متد 6701 NIOSH و متد OSHA ID-188 است. در این متد از جداکننده کاتیون HPIC-CS3، محافظ کاتیون HPIC-CG3 و مهارکننده میکرو غشایی کاتیون CMMS-1 استفاده شده است. این روش به عنوان یک روش آنالیزی جایگزین برای روش اسپکتروفتومتری اتومات در متد NIOSH 6015 عمل می‌کند. اگرچه متدهایی که این متد از آنها مشتق شده است، متدهای کاملاً ارزیابی شده‌ای هستند، ترکیب نمونه‌بردار سیلیکاژل آغشته شده با اسید سولفوریک و آنالیز IC مورد ارزیابی کاملی قرار نگرفته‌اند. در طی توسعه روش مانیتور غیرفعال برای آمونیاک (۶۷۰۱)، لوله‌های سیلیکاژل آغشته شده با اسید سولفوریک به عنوان یکی از روش‌های رفرنس استفاده شده است. نمونه‌های سیلیکاژل با آنالیز IC تطابق خوبی با سایر متدهای رفرنس، جمع‌آوری‌کننده‌های بابلر با آنالیز رنگ‌سنجی با استفاده از معرف نسلر (Nessler's) و جمع‌آوری‌کننده‌های بابلر با آنالیز IC نشان دادند. یک مطالعه با ثبات خوب، لوله سیلیکاژل آغشته شده با اسید سولفوریک و دانه‌های کربنی آغشته شده با اسید سولفوریک را در روش OSHA ID-188 مقایسه کرده است. هنگامی که نمونه‌های سیلیکاژل در دمای اتاق به مدت پنج روز نگهداری شدند و سپس به مدت ۲۱ روز در یخچال قرار گرفتند، نمونه‌های سیلیکاژل میانگین ریکواری $102 \pm 3\%$ درصد (n = ۸) داشتند، در حالی که دانه‌های کربن میانگین ریکواری $95 \pm 1\%$ (n = ۸) درصد داشته‌اند. نمونه‌های ذخیره شده روی دانه‌های کربن به مدت ۳۵ روز ریکواری قابل توجهی کمتری (اگرچه هنوز قابل قبول است) در مقایسه با نمونه‌های ذخیره شده به مدت ۱۴ روز نشان دادند: برای سیلیکاژل $103 \pm 3\%$ درصد (n = ۱۲)، و $108 \pm 7\%$ درصد برای دانه‌های کربن (n = ۱۲).

منابع

- [1] NIOSH [1977]. Ammonia: Backup data report No. S347. Ten NIOSH analytical methods, set 6. SRI International Contract No. 210-76-0123. (NTIS PB-288629)
- [2] Copenhafer RB, Dearden PA [1995]. User check of method 6015 for ammonia. Sequence 8321-J, K, L, M. Salt Lake City, UT: DataChem Laboratories. Unpublished.
- [3] OSHA [1991]. Ammonia in workplace atmospheres - solid sorbent: Method ID-188. In: OSHA analytical methods manual, 2nd ed., Part 2, Inorganic substances. Salt Lake City, UT: U.S. Department of Labor, Occupational Safety and Health Administration.
- [4] NIOSH [1979]. Ammonia: Method S347. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods, 2nd ed., volume 5. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 79-141.
- [5] NIOSH [1994]. Ammonia: Method 6015. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH manual of analytical methods, 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS(NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam].
- [6] NIOSH [1984]. Ammonia: Method 6701. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH manual of analytical methods, 3rd ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 84-100.

نویسنده روش:

Mary Ellen Cassinelli, NIOSH

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

	سرب Lead	شماره روش: ۷۰۸۲ تاریخ انتشار:
CAS: 7439-92-1 (Pb)/ 1317-36-8 (PbO) RTECS: OF7525000 (Pb)/ OG1750000 (PbO)	فرمول شیمیایی: Pb وزن مولکولی: ۲۰۷/۱۹ (Pb)/۲۲۳/۱۹ (PbO)	
اسامی مترادف: سرب عنصری و ترکیبات سرب، به جز آلکیل سرب ویژگی ها: فلز نرم؛ چگالی ۱۱/۳ mg/cm ³ ؛ نقطه جوش ۳۲۷/۵ °C؛ ظرفیت شیمیایی +۲، +۴ در نمک ها نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز مواجهه		
OSHA: ۰,۰۵۰ میلی گرم بر مترمکعب NIOSH: ۰,۰۵۰ میلی گرم بر مترمکعب		
سنجش روش سنجش: طیف سنج جذب اتمی، شعله آنالیت: سرب خاکستر کردن: HNO₃، ۶ میلی لیتر + ۳۰ درصد H₂O₂، ۱ میلی لیتر؛ ۱۴۰ درجه سانتی گراد محلول نهایی: ۱۰۰ درصد HNO₃، ۱۰ میلی لیتر شعله: هوا-استیلن، اکسید کننده طول موج: ۲۸۳,۳ نانومتر تصحیح پس زمینه: لامپ D₂ یا H₂ یا Zeeman گستره: ۱۰ تا ۲۰۰ میکروگرم در نمونه [۶،۷] کالیبراسیون: Pb⁺² در اسید نیتریک ۱۰ درصد حد تشخیص (LOD): ۲/۶ میکروگرم/نمونه دقت نمونه بردار ($\bar{S}_r$): ۰/۰۳ [۳]	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر (غشایی سلولز استر ۰/۸ میکرومتری) یا کپسول داخلی، سلولز استات با دهانه ورودی متصل به فیلتر دبی: ۱ تا ۴ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه: ۲۰۰ لیتر حداکثر حجم نمونه: ۱۵۰۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: کمتر از ۷ هفته پایدار است [۴] نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ شاهد فیلد در هر ست اندازه گیری	

احتیاط‌های ویژه از وسایل حفاظت فردی مناسب در طی فعالیت های نمونه برداری و تجزیه استفاده کنید. استفاده از دستکش مناسب، عینک های محافظ، روپوش آزمایشگاهی و... ضروری است. اسید نیتریک غلیظ یک محرک است و ممکن است باعث سوزش پوست شود. تمامی هضم اسیدی زیر هود انجام شوند. هیدروژن پراکساید یک عامل اکسید کننده، تحریک کننده و خورنده قوی پوست است. دستکش و عینک محافظ استفاده نمایید.	صحت محدوده مطالعه: $1/1-3/7 \text{ mg/m}^3$ تورش: ۳/۱- درصد دقت کلی: ۰/۰۷ [۵، ۶] صحت: $17/6 \pm$ درصد
کاربرد در محدوده غلظت $0/05 \text{ mg/m}^3$ تا ۱ در ۲۰۰ لیتر نمونه کاربرد دارد. این روش برای عنصر سرب، از جمله فیوم سرب و تمام آئروسول های حاوی سرب قابل استفاده است. این روش یک تجزیه عنصری است نه برای ترکیب خاص. بخش دیگر نمونه ها را می توان به صورت جداگانه برای عناصر دیگر تجزیه کرد. این روش به روز شده است تا شامل نمونه بردارهای کپسول داخلی باشد.	
مداخله گر ها از تصحیح زمینه پیوسته D_2 (دوتریوم) یا H_2 یا تصحیح زمینه زیمنه برای کنترل شعله یا جذب مولکولی استفاده کنید. از کلسیم، سولفات، کربنات، فسفات، یدید، فلوراید و استات با غلظت بالا می توان برای اصلاح استفاده کرد.	
روش های دیگر این روش ترکیب و جایگزین روش های $P\&CAM$ [۷] و $S1341$ [۸] برای سرب است. روش های $NIOSH 7300$ (ICP-AES)، $NIOSH 7505$ مخصوص سولفید سرب است. روش $7701(ASV)$ و $7105(GFAAS)$ روش های تجزیه ای جایگزین هستند. روش $ASTM D6785$ یک روش مورد توافق منتشر شده است [۹].	
تجهیزات ۱. نمونه بردار: فیلتر سلولز استر یا کپسول اینترنال سلولز استات چسبیده به فیلتر میکس غشایی سلولز استر با پور سایز ۰/۸ میکرومتر؛ قطر ۳۷ میلی متر؛ در کاست نگهدارنده فیلتر ۲ تکه ۲. پمپ نمونه برداری فردی بادبی ۴ - ۱ لیتر بر دقیقه، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف. ۳. دستگاه طیف سنج جذب اتمی با شعله استیلن-هوا و تصحیح زمینه ۴. لامپ کاتد توخالی یا لامپ تخلیه بدون الکتروود سرب ۵. رگلاتور (تنظیم کننده) دو مرحله ای برای هوا و آرگون ۶. بشر فیلپس ۱۲۵ میلی لیتری یا بشر گریفین ۵۰ میلی لیتری، به همراه شیشه ساعت ۷. بالن ژوژه ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتر ۸. پیپت های حجم سنجی مناسب در صورت نیاز	ممواد شیمیایی مصرفی ۱. اسید نیتریک (HNO_3) غلیظ، با خلوص بالا ۲. اسید نیتریک ۱۰ درصد حجمی/حجمی: با اضافه کردن ۱۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ به ۵۰۰ میلی لیتر آب و رساندن آن به حجم ۱ لیتر تهیه می گردد. ۳. هیدروژن پراکساید (H_2O_2) ۳۰ درصد وزنی/وزنی ۴. محلول استوک کالیبراسیون، $1000 \text{ } \mu\text{g/mL}$: استاندارد تجاری یا با حل کردن ۱ گرم فلز سرب در حداقل حجم هیدروکلریک اسید (HCl) (۱+۱) و رساندن حجم به ۱ لیتر با HCl ۱ درصد حجمی/حجمی تهیه می گردد. در بطری پلی اتیلن نگه داری گردد. به مدت بیش از یک سال پایدار است. ۵. هوا فشرده فیلتر شده ۶. استیلن ۷. آب مقطر یا دیونیزه

۹. هیتر با دمای 140°C ۱۰. بطری پلی اتیلن ۱۰۰ میلی لیتر <u>توجه:</u> قبل از استفاده از ظروف شیشه ای آن ها را با اسید نیتریک غلیظ تمیز کرده و کاملاً با آب مقطر بشوئید.	
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه برداری فردی را کالیبره کنید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. <u>توجه:</u> جهت توضیحات در مورد نمونه گیری به فصل های راهنمای NMAM مراجعه کنید. ۲. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۴ - ۱ لیتر بر دقیقه تا ۸ ساعت برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۵۰۰ لیتر برای اندازه گیری TWA انجام دهید. گرد و غبار کلی جمع شده بر روی فیلتر نباید از ۵ میلی گرم تجاوز کند. <u>توجه:</u> با توزین فیلتر و محاسبه اختلاف وزن آن با وزن اولیه فیلتر می توانید این مورد را بررسی کنید. برای بحث بیشتر در مورد ظرفیت فیلتر، به فصل های راهنمای NMAM مراجعه کنید.	
آماده سازی نمونه ۳. کاست فیلتر نمونه و شاهد را از هولدر آن خارج کرده و هر کدام را به یک بشر تمیز انتقال دهید. <u>توجه:</u> اگر از کپسول های داخلی استفاده نمی شود، سطوح داخلی کاست را با دستمال مرطوب پلی وینیل الکل یا دستمال مرطوب سلولزی خیس شده با آب دیونیزه پاک کنید و دستمال مرطوب را به ظرف هضم اضافه کنید (برای انتقال رسوبات آئروسول بدون فیلتر به ظروف هضم) [۱۰]. <u>توجه:</u> مراحل ۴ تا ۹ روش ۷۳۰۰ یا سایر روش های کمی Ashing ممکن است جایگزین شوند، به خصوص اگر هدف تعیین چندین فلز روی یک فیلتر باشد. <u>توجه:</u> ضمیمه ۱ روش هضم مایکروویو را ارائه می دهد که ممکن است برای ریکواری کامل سرب از برخی ماتریس ها، به ویژه رنگ های مبتنی بر اپوکسی، ضروری باشد. ۴. ۳ میلی لیتر HNO_3 غلیظ و ۱ میلی لیتر پراکسید هیدروژن ۳۰ درصد به بشرها اضافه کرده، دهانه آن را با شیشه ساعت بپوشانید. معرف های شاهد را در این مرحله اضافه نمایید. <u>توجه:</u> اگر PbO_2 در نمونه وجود ندارد نیازی به اضافه نمودن پراکسید هیدروژن ۳۰ درصد نیست. ۵. نمونه ها را بر روی هیتر (140°C) آنقدر حرارت دهید تا ۵/۰ میلی لیتر از محلول ته ظرف باقی بماند. ۶. هر بار ۲ میلی لیتر HNO_3 غلیظ و ۱ میلی لیتر پراکسید هیدروژن ۳۰ درصد به بشرها اضافه کرده و مرحله ۲ را تکرار کنید. ۷. نمونه ها را بر روی هیتر (140°C) آنقدر حرارت دهید تا ۵/۰ میلی لیتر محلول Ca باقی بماند.	

۸. هنگامی که نمونه خشک شد، شیشه ساعت و دیواره بشر را با ۳ تا ۵ میلی لیتر محلول اسید نیتریک ۱۰ درصد شستشو داده شود. اجازه دهید محلول تبخیر و خشک گردد.

۹. بشرها را خنک نمایید و و باقی مانده را در ۱ میلی لیتر HNO_3 غلیظ حل نمایید.

۱۰. محلول ها را به بالن ژوژه های ۱۰ میلی لیتری انتقال دهید و تا با آب دیونیزه به حجم برسانید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۱۱. مجموعه ای از استاندارد کاربردی که محدوده غلظت ۰/۲۵ تا ۲۰ میکرو گرم/میلی لیتر سرب را پوشش می دهد، تهیه نمایید (۲/۵ تا ۲۰۰ میکروگرم سرب/نمونه).

آ. بخشی از محلول کالیبراسیون را در بالن های ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری اضافه نمایید و با محلول اسید نیتریک ۱۰ درصد به حجم برسانید. استانداردهای کاری را در بطری های پلی اتیلن نگهداری نمایید و به صورت هفتگی تازه تهیه شوند.

ب. استاندارد های کاری را به همراه نمونه شاهد و اصلی آنالیز نمایید (مراحل ۱۴ و ۱۵).

ج. منحنی کالیبراسیون را براساس جذب در برابر غلظت (میکروگرم/میلی لیتر) رسم نمایید.

۱۲. به ازای هر ۱۰ نمونه یک استاندارد را مورد آنالیز قرار دهید.

۱۳. میزان بازیافت ها را با استفاده از حداقل ۱ شاهد مدیای اسپایک شده به ازای هر ۱۰ نمونه مورد بررسی قرار دهید. گاهی اوقات برای بررسی مداخله گر ها از روش افزایش استاندارد استفاده نمایید.

سنجش

۱۴. دستگاه طیف سنج را بر اساس دستورات سازنده و شرایط موجود در صفحه اول روش ۷۰۸۲ تنظیم نمایید.

توجه: طول موج جایگزین ۲۱۷ نانومتر است [۱۱]. آنالیز در طول موج ۲۱۷ نانومتر حساسیت نسبتا بالاتری در مقایسه با ۲۸۲/۳ دارد اما نسبت سیگنال به نویز در مقایسه با ۲۸۲/۳ ضعیف تر است. همچنین، جذب غیر اتمی به طور قابل توجهی در ۲۱۷ نانومتر بیشتر است، و استفاده از D_2 یا H_2 پیوسته یا تصحیح زمینه زیمن در آن طول موج اجباری است.

۱۵. استاندارد ها و نمونه ها و شاهد ها را مورد آنالیز قرار دهید.

توجه: اگر مقدار نمونه بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با HNO_3 نمونه ها را رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد نمایید.

محاسبات

۱۶. غلظت محلول برای هر نمونه اصلی (C_s) و میانگین شاهد مدیا (C_b) را بر حسب میکروگرم/میلی لیتر توسط دستگاه تعیین کنید.

۱۷. با استفاده از حجم محلول نمونه اصلی (V_s) و شاهد مدیا (V_b) بر حسب میلی لیتر، غلظت (C) سرب را بر حسب mg/m^3 در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید:

$$C = \frac{C_s V_s - C_b V_b}{V} \text{ mg/m}^3$$

توجه: $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

ارزیابی روش

قبل از روش NIOSH 7082، روش S341 [۸]، در ۲۴ اکتبر ۱۹۷۵ مورد قبول بود و در محدوده mg/m^3 ۰/۱۳ تا ۰/۴ برای نمونه هوای

۱۸۰ لیتری، با استفاده از اتمسفرهای تولید شده از نیترات سرب تایید گردید. ریکآوری در محدوده ۱۸ تا ۷۲ میکروگرم سرب در هر نمونه

۹۸ درصد بود و راندمان جمع آوری فیلترهای استر سلولز مخلوط ۰/۸ میکرومتر برای آئروسول ها در حد تشخیص mg/m^3 ۰/۰۱۳ برابر با

۱۰۰ درصد بود. متعاقبا، مطالعات بر روی ریکآوری آنالیزی ۲۰۰ میکروگرم سرب در هر نمونه نتایج زیر را نشان داد [۸، ۶]:

گونه ها	شیوه هضم	درصد ریکاوری تجزیه ای
فلز سرب	HNO ₃ فقط	±۴/۹۲ ۴
فلز سرب	HNO ₃ + H ₂ O ₂	±۱۰۳ ۳
PbO	HNO ₃ فقط	±۹۳ ۴
PbS	HNO ₃ فقط	±۹۳ ۵
PbO ₂	HNO ₃ فقط	±۸۲ ۳
PbO ₂	HNO ₃ + H ₂ O ₂	±۱۰۰ ۱
Pb in paint*	HNO ₃ فقط	±۹۵ ۶
Pb in paint*	HNO ₃ + H ₂ O ₂	±۹۵ ۶

* مرجع استاندارد شماره ۱۵۷۹، موسسه ملی استانداردها و فناوری ایالات متحده

مطالعات کارایی جمع آوری دیگری نیز با استفاده از فیلترهای غشایی استات سلولز متریک Gelman GN-4 جهت جمع آوری فیوم سرب که دارای قطر متوسط هندسی ۰/۱ میکرومتر بود، انجام گرفت [۵]. میانگین راندمان جمع آوری برای نمونه برداری ۲۴ ساعته با سرعت جریان بین ۰/۱۵ و ۴ لیتر/دقیقه بیشتر از 97 ± 2 درصد بود. دقت کل، S_{IT} ، ۰/۰۷۲ برای آئروسول نیترات سرب [۵، ۸] و ۰/۰۶۸ برای فیوم سرب بود [۸، ۶].

اطلاعات ارزیابی در مورد سمپلرهای کپسول داخلی در NIOSH 7306 یافت می‌شود.

منابع

- [1] ACGIH [2016]. TLVs® and BEIs® based on the documentation of the Threshold Limit Values for chemical substances and physical agents and Biological Exposure Indices. Cincinnati, Ohio: American Conference of Governmental Industrial Hygienists.
- [2] Permanent Senate Commission for the Investigation of Health Hazards of Chemical Compounds in the Work Area [2016]. List of MAK and BAT values 2016; Maximum Concentrations and Biological Tolerance Values at the Workplace. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., <http://dx.doi.org/10.1002/9783527805983>.
- [3] Institute for Occupational Safety and Health of the German Social Accident Insurance (IFA) [no date]. GESTIS international limit values, <http://limitvalue.ifa.dguv.de/>. Date accessed: July 12, 2017.
- [4] Marks GE, Knutsen EO [1975]. Complete testing of the NIOSH method for the determination of trace metals by atomic absorption spectrophotometry. Chicago, IL: IIT Research Institute, NIOSH contract no. CDC-99-74-48.
- [5] Taylor DG, Kupel RE, Bryant JM. [1977]. Documentation of the NIOSH validation tests. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-185. Available from www.ntis.gov as accession no. PB274248
- [6] Gutknecht WF, Ranade MH, Grohse PM, Damle A, O'Neal D [1981]. Heavy metal aerosols: Collection and dissolution efficiencies. Research Triangle Park, NC: Research Triangle Institute, Contract 210-79-0058, Available from www.ntis.gov as accession no. PB83-106740.

- [7] NIOSH [1979]. Method P&CAM 173. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-157-A.
- [8] NIOSH [1982]. Method S341. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods. 2nd ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 82-100.
- [9] ASTM International [2013]. ASTM D6785, Standard test method for determination of lead in workplace air using flame or graphite furnace atomic absorption spectrometry. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- [10] Ashley K, Harper M [2013]. Closed-face filter cassette (CFC) sampling - Guidance of procedures for inclusion of material adhering to internal sampler surfaces. J Occup Environ Hyg 10:D29-D33.
- [11] Perkin-Elmer Corporation [1976]. Analytical methods for atomic absorption spectrophotometry. Norwalk, CT: Perkin-Elmer Corporation.
- [12] NIOSH [2015]. Method 7306. In: Ashley K, O'Connor PF, eds. NIOSH manual of analytical methods. 5th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 14-151.
- [13] DataChem Laboratories [no date]. In-house procedure for microwave sample digestion. Salt Lake City, UT: DataChem Laboratories. Unpublished.
- [14] EPA [1986]. SW-846: Test methods for evaluating solid waste, Physical and chemical methods, 3rd ed. Washington, DC: U.S. Environmental Protection Agency.
- [15] Kingston HM, Jassie LB, eds. [1988]. Safety guidelines for microwave systems in the analytical laboratory. In: Introduction to microwave acid decomposition: Theory and practice. Washington, DC: American Chemical Society.
- [16] ASTM International [2011]. ASTM D1193, Standard specification for reagent water. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- [17] Kingston HM, Jassie LB, eds. [1988]. Introduction to microwave acid decomposition: Theory and practice. Washington, DC: American Chemical Society.
- [18] Kingston HM [1988]. Quarterly Report, EPA IAG #DW1-393254-01-1.
- [19] Binstock DA, Yeager WM, Grohse PM, Gaskill A [1989]. Validation of a method for determining elements in solid waste by microwave digestion, Draft technical report for RTI Project number 321U-3579-24. Research Triangle Park, NC: Research Triangle Institute.

نویسنده روش:

Mark Millson, R. DeLon Hull, PhD, and Ronnee N. Andrews, PhD, NIOSH. S341 originally validated under NIOSH contract CDC-94-74-45; additional studies under NIOSH contract 210-79-0058. James B. Perkins, David L. Wheeler, and Keith Nicholson, Ph.D., DataChem Laboratories, Salt Lake City, UT, prepared the microwave digestion procedure described in the Appendix.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

ضمیمه: هضم میکروویو برای سرب در تراشه های رنگ (و سایر ماتریس ها)

این روش جایگزینی برای روش ارائه شده در بخش Sample Preparation این روش است. این روش یک هضم اسیدی سریع و کامل را برای آنالیز توسط جذب اتمی شعله (FAA)، جذب اتمی کوره گرافیت گرم شده (HGFAA) و طیف سنجی پلاسمای جفت شده القایی (ICP) فراهم می کند [۱۳].

تجهیزات و مواد [۱۴-۱۹]

۱. واحد میکروویو، برای ارائه توان قابل برنامه ریزی با حداقل ۵۷۴ وات و قابل برنامه ریزی تا ± ۱۰ وات توان مورد نیاز.
۲. حفره واحد میکروویو باید مقاوم در برابر خوردگی و همچنین دارای تهویه باشد. تمام وسایل الکترونیکی برای عملکرد ایمن، در برابر خوردگی محافظت می شوند.
۳. این سیستم به مخازن شفاف و مقاوم در برابر واکنشگر میکروویو، مانند مخازن هضم پرفلوروآلکوکسی آلکان (PFA) (ظرفیت ۱۲۰ میلی لیتر) نیاز دارد که قادر به تحمل فشار تا $۷,۵ \pm ۰,۷$ اتمسفر (۷۶۰ ± ۷۰ کیلو پاسکال) هستند. مخازن همچنین باید قادر به کاهش فشار کنترل شده در فشارهای بیش از $۷,۵ \pm ۰,۷$ اتمسفر (۷۶۰ ± ۷۰ کیلو پاسکال) باشند. همچنین، انواع مشابه از مخازن طراحی شده برای کار در دما و فشار مورد نیاز و توصیه شده توسط سازنده می تواند استفاده شود.
۴. برای اطمینان از توزیع همگن تشعشعات میکروویو در داخل واحد، از یک میز دوار استفاده می شود. سرعت چرخش باید حداقل ۳ دور در دقیقه باشد.
۵. یک نگرانی ایمنی مربوط به استفاده از ظروف مهر و موم شده بدون شیرهای فشار شکن در واحد است. دما متغیر مهمی است که واکنش را کنترل می کند. فشار برای رسیدن به دماهای بالا مورد نیاز است اما باید به طور ایمن مهار شود [۱۵].
۶. ظروف حجمی پلیمری پلاستیکی (PTFE یا پلی اتیلن)، با ظرفیت ۵۰ یا ۱۰۰ میلی لیتر.
۷. کیف فیلتر پلی پروپیلن یکبار مصرف.
۸. تعادل آنالیز، ظرفیت ۳۰۰ گرم و حداقل $\pm ۰,۰۰۱$ گرم.

مواد شیمیایی مصرفی

۱. اسید نیتریک، غلیظ، درجه طیف سنجی.
 ۲. آب معرف. آب معرف باید بدون تداخل باشد. تمام ارجاعات به آب در این روش، به آبی اشاره دارد که استاندارد ASTM نوع II را برآورده می کند.
- رویه

۱. کالیبراسیون تجهیزات میکروویو
- آ. تجهیزات میکروویو را مطابق با دستورالعمل سازنده کالیبره کنید. اگر دستورالعمل های کالیبراسیون در دسترس نیست، به روش EPA 3051 [۱۴] مراجعه کنید.
۲. تمام ظروف هضم و ظروف حجمی باید با دقت با اسید شسته شده و با آب معرف آبکشی شوند. تمام مخازن هضم باید با شستشو با اسید نیتریک داغ (۱:۱) به مدت حداقل ۱۵ دقیقه تمیز شوند، با آب معرف آبکشی شده و در محیطی تمیز خشک شوند.
 ۳. هضم نمونه
- آ. ظرف هضم PFA را وزن کنید (وزن ظرف خالی).
- ب. ۰,۱ گرم نمونه تراشه رنگ را با دقت $۰,۰۰۱$ گرم در ظرف نمونه PFA وزن کنید. با نمونه های تراشه رنگ بزرگ، یک قطعه ۲ سانتی متر مربعی را اندازه گیری کنید، با دقت $۰,۰۰۱$ گرم وزن کنید و به طور کمی آن را به ظرف منتقل کنید.
 - ج. $۵,۰ \pm ۰,۱$ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را به ظرف نمونه در هود بخار اضافه کنید. اگر واکنش شدیدی رخ داد، قبل از بستن ظرف، اجازه دهید واکنش متوقف شود. درب ظرف را ببندید و طبق دستورالعمل سازنده درپوش را تا ۱۶ نیوتن متر بچرخانید. ظرف نمونه

ممکن است با استفاده از لوله های اتصال PFA به یک مخزن سرریز متصل شود. ظروف را در کاروسل میکروویو قرار دهید. مخازن سرریز را به چاه مرکزی واحد وصل کنید.

د. ظروف را که به طور مساوی در صفحه چرخان واحد میکروویو توزیع شده اند قرار دهید. هر ظرفی که حاوی ۵ میلی لیتر اسید نیتریک برای اهداف شاهد معرف باشد به عنوان ظرف نمونه شمارش می شود. هنگامی که کمتر از تعداد نمونه توصیه شده هضم شود، یعنی سه نمونه به اضافه یک نمونه شاهد، ظروف باقیمانده باید با ۵ میلی لیتر اسید نیتریک پر شوند تا مکمل کامل ظرف ها به دست آید. این یک تعادل انرژی را فراهم می کند زیرا نیروی میکروویو جذب شده متناسب با جرم کل در حفره است [۱۷]. هر گروه از نمونه ها را تحت تابش قرار دهید تا دمای ۱۸۰ درجه سانتیگراد بدست آید. زمان رمپ دما باید برای شناورهای مورد استفاده مناسب باشد. یک برنامه هضم نمونه برای ۱۲ نمونه در جدول A1 ارائه شده است. مقادیر توان را بسته به تعداد نمونه های موجود در میکروویو در یک زمان تنظیم کنید.

جدول A1. متغیرهای برنامه برای هضم نمونه تراشه های رنگ با اسید نیتریک^۱

	Stage 1	Stage 2	Stage 3
Power	90%	90%	0%
Pressure (kPa)	375	750	---
Run time (min)	10	20	5
Time @ P (min)	5	15	---
Temperature (°C)	180	180	None applied

آ. برای ۱۲ ظرف میکروویو که حاوی ۰.۱ گرم نمونه و ۵ میلی لیتر مایع در هر ظرف است. ه. در پایان برنامه میکروویو، قبل از اینکه ظروف را از واحد میکروویو خارج کنید، اجازه دهید تا دمای کمتر از نقطه جوش اسید نیتریک غلیظ (یا مخلوط اسید مورد استفاده) خنک شوند. اگر از دست رفتن نمونه تشخیص داده شد (مثلاً، مواد در ظرف جمع آوری سرریز، مایع بیرونی آستر)، دلیل از دست رفتن را تعیین کنید (به عنوان مثال، از بین رفتن یکپارچگی آب بندی ظرف، استفاده از زمان هضم بیش از ۳۰ دقیقه، یک نمونه بیش از حد بزرگ، یا شرایط گرمایش نامناسب). هنگامی که منبع تلفات تصحیح شد، نمونه جدیدی از مرحله ۲ آماده کنید. اگر مواد کافی برای آنالیز مجدد در دسترس نیست، هضم باقیمانده را رقیق کنید و توجه داشته باشید که ممکن است مقداری از دست دادن نمونه رخ داده باشد.

ی. درپوش را بردارید و هر ظرف را در یک هود بخار تخلیه کنید. نمونه را به یک بطری پلی اتیلن تمیز شده با اسید منتقل کنید. با استفاده از آب معرف تا ۲۵ میلی لیتر رقیق کنید. اگر نمونه هضم شده حاوی ذراتی است که ممکن است نبولایزرها را مسدود کند یا در تزریق نمونه به دستگاه اختلال ایجاد کند، اجازه دهید نمونه ته نشین شود یا آن را فیلتر کند:

ته نشینی: اجازه دهید نمونه بماند تا مایع رویی شفاف شود (معمولاً یک شب کافی است). اگر نمونه را فیلتر نکرد.

فیلتر کردن: با استفاده از فیلترهای سرنگ یکبار مصرف، دستگاه فیلتر و غیره فیلتر کنید. دستگاه فیلتر باید کاملاً از قبل تمیز شده و با اسید نیتریک رقیق شسته شود. نمونه را از طریق کاغذ صافی کمی در ظرف دوم تمیز شده با اسید فیلتر کنید.

اکنون هضم برای آنالیز عناصر مورد نظر با استفاده از روش مناسب آماده است.

۴. محاسبات: غلظت ها را بر اساس وزن واقعی نمونه اصلی گزارش کنید.

	شماره روش: ۶۶۰۴ تاریخ انتشار: ۱۶-۰۳-۲۰۱۶
مونوکسید کربن CARBON MONOXIDE	
CAS: 630-08-0 RTECS: FG3500000	فرمول شیمیایی: CO وزن مولکولی: ۲۸
اسامی مترادف: مونوکسید؛ کربن اکسید؛ کربنیک اکسید؛ گاز دودکش ویژگی ها: گاز بی رنگ و بی بو؛ نقطه جوش °C -۱۹۲؛ نقطه ذوب °C -۲۰۷؛ چگالی بخار ۰/۹۷ (air=1)؛ حد اشتعال (انفجار) در هوا ۱۲/۵ تا ۷۴/۲ درصد نوع ارزیابی: کامل	
حدود مجاز مواجهه شغلی OSHA: ۵۰ پی پی ام NIOSH: ۳۵ پی پی ام؛ ۲۰۰ پی پی ام حدسقفی	
سنجش روش سنجش: سنسور الکتروشیمیایی آنالیت: مونوکسید کربن (CO) کالیبراسیون: صفر: هوای بدون CO. اسپان: سیلندرهایی استاندارد اسپان گاز در محدوده مورد نظر حد تشخیص (LOD): ۱ ppm دقت نمونه بردار ($\bar{S}_r$): ۰/۰۳۵ در ۲۰ ppm، ۰/۰۱۲ در ۵۰ ppm، ۰/۰۰۸ در ۱۰۰ ppm گستره: ۰ تا ۲۰۰ پی پی ام	نمونه برداری نمونه بردار: پایشگر قرائت مستقیم الکتروشیمیایی پورتابل مونوکسید کربن دبی: وابسته به مدیا حداقل حجم نمونه: ۱۰ لیتر حداکثر حجم نمونه: - روش انتقال نمونه: با استفاده از ابزار معمولی پایداری نمونه: حداقل هفت روز در دمای ۲۵ درجه سلسیوس در (کیسه هوا آلومینایزه) نمونه های شاهد: هوای تازه یا هوای فشرده بدون CO از سیلندر

احتیاط‌های ویژه CO شدیداً قابل اشتعال بوده و ریسک بالای حریق و انفجار دارد. همچنین در صورت مواجهه تنفسی سمی است. حمل و نقل گازهای کالبراسیون فشرده باید با مقررات 49 CFR 1992 مطابقت داشته باشد.	صحت محدوده مطالعه: ۲۰۰-۰ ppm تورش: ۱/۷ - درصد دقت کلی (S_{rT}): ۰/۰۲۲ صحت: ۶ ± درصد
کاربرد پایشگرهای قرائت مستقیم و قابل حمل CO در هر محیط کاری جهت پایش فردی یا محیطی قابل استفاده هستند.	
مداخله گر‌ها تعدادی از آلاینده‌های گازی شکل (مانند SO₂، NO₂ و ...) می‌توانند در غلظت‌های بالاتر از ۵ ppm ایجاد تداخل کنند. اگر به وجود این ترکیبات مظنون هستید از پایشگر مجهز به سیستم تصفیه کننده مداخله گر‌ها استفاده کنید. آلاینده‌های ناشناخته ممکن است نیاز به آزمایش‌های بیشتری برای تعیین اثرشان بر حسگر داشته باشند. بر اساس آزمایشات، SO₂ (۵ ppm)، CO₂ (۵۰۰ ppm)، متیلن کلرید (۵۰۰ ppm)، سوخت دیزل (۶ میکرولیتر/لیتر، حدود ۰/۳ ppm بنزن) و بخار بنزین (۱ میکرولیتر/لیتر، حدود ۱ ppm بنزن) تاثیری روی اکثر پایشگرها ندارد. برخی از پایشگرها به اسکرابر تداخل شیمیایی مجهز هستند در حالی که برخی دیگر این را به عنوان یک گزینه ارائه می‌دهند.	
روش‌های دیگر روش‌های OSHA ID 209 (با پایشگر قرائت مستقیم) و ID 210 (CO با نمونه برداری کیسه گاز) از لحاظ تکنیک مشابه هستند.	
تجهیزات ۱. پایشگر مونوکسید کربن: Envirocheck I single sensor CO Monitor؛ CO262 یا STX70؛ یا سایر پایشگرهای الکتروشیمیایی مونوکسید کربن با عملکرد مشابه ۲. پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲۵ لیتربر دقیقه، دارای ورودی و خروجی، جهت پر کردن کیسه نمونه و آنالیز آن به هنگامی که لازم است آنالیز در خارج از محل صورت گیرد. ۳. کیسه هوا، آلومینایزه؛ ۲ لیتری یا سایر اندازه‌های مناسب (اختیاری) ۴. باطری جایگزین یا شارژر برای پایشگر	مواد شیمیایی مصرفی گاز کالبراسیون مونوکسید کربن، ۵۰ - ۲۰ ppm؛ به صورت سیلندر گاز فشرده به همراه تنظیم کننده فشار مناسب.
نمونه برداری ۱. (اگر امکان پذیر است) پایشگر را در همان شرایط دمایی و رطوبت نسبی محل نمونه برداری، توسط هوای فاقد CO در حالت صفر تنظیم کنید. <u>توجه ۱:</u> حساسیت پایشگرها نسبت به دما بیشتر از حساسیت آن به رطوبت نسبی است. اکثر پایشگرها دارای مدار جبران دما هستند. <u>توجه ۲:</u> در صورت امکان، نمونه‌های کیسه‌ای را می‌توان در کیسه‌های آلومینایزه (۲ لیتری یا بزرگ‌تر) جمع‌آوری کرد و بعداً با قرار دادن در پوش کالبراسیون روی سنسور و پمپ کردن نمونه در سراسر سنسور با سرعت ۰/۲۵ لیتربر دقیقه با یک پمپ نمونه برداری فردی آنالیز کرد. ۲. اگر امکان پذیر است جهت پایش فردی، پایشگر را نزدیک ناحیه تنفسی کارگر نگه دارید. ۳. جهت پایش محیطی، پایشگر را در محیطی که دارای گردش هوای مناسبی است و در ارتفاع ۶۰ تا ۷۰ اینچی سطح زمین قرار دهید. <u>توجه:</u> مطمئن شوید که سنسور پایشگر در هیچ کدام از موارد مورد استفاده (فردی، محیطی) مسدود نشده باشد.	

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۴. پایشگر را توسط ترکیب استاندارد کالیبراسیون CO در هوا (به عنوان مثال، در نمونه های کیسه گاز با غلظت های شناخته شده) در سیلندر گاز فشرده شده در غلظت توصیه شده توسط سازنده پایشگر (معمولاً ۵۰ - ۲۰ ppm CO) کالیبره کنید. پایشگر باید در دما و رطوبت نسبی تا حد امکان نزدیک به محیط کاری که در آن استفاده می شود کالیبره شود.

۵. کالیبراسیون را روزانه چک کرده و در صورتی که پایشگر در نمایش دادن (قرائت) اسپان گاز بیش از ۵ درصد تغییر (خطا) داشت (بر اساس توصیه سازنده دستگاه) دوباره کالیبره کنید.

سنجش

۶. غلظت CO را (بر حسب ppm) مستقیماً از نمایشگر دستگاه پایشگر CO بخوانید.

برخی از مانیتورها (مدل های دیتالاگر) یک ثبت پیوسته از داده ها را در حین جمع آوری نگه می دارند و میانگین، TWA، پیک، غلظت ها و غیره را محاسبه می کنند. این داده ها ممکن است در هر زمان از صفحه نمایش خوانده شوند. برخی از پایشگرها همچنین این اطلاعات را برای دانلود کردن در کامپیوتر یا چاپگر در پایان دوره پایش ذخیره می کنند. سایر مانیتورها فقط قرائت فعلی را نمایش می دهند و اپراتور باید داده ها را به صورت دستی ثبت کند. همه مدل های پایشگر مجهز به آلامر هایی هستند که هر زمان که غلظت CO از سطح از پیش تعیین شده هشدار بیشتر شود، به کاربر هشدار می دهند (به صورت شنیداری، دیداری یا هر دو). بسیاری از آنها مجهز به آلامر دو سطحی هستند.

ارزیابی روش

عملکرد شش CO قرائت مستقیم در طی یک دوره ۱۲ ماهه در غلظت CO تا ۲۰۰ ppm و محدوده دمای محیط و رطوبت نسبی مورد ارزیابی قرار گرفت. اکثر آزمایشات در PEL یا نزدیک آن انجام شد. برای مطالعات میانگین ریکآوری، از شش پایشگر مختلف استفاده شد و قرائت با فاصله تقریباً ۱ ساعت انجام شد. ریکآوری در غلظت ۲۰ ppm برابر با ۱۰۵ درصد ($n=42$)، در ۵۰ ppm برابر با ۹۹/۶ درصد (۳۶) و در ۱۰۰ ppm برابر با ۹۹/۹ درصد ($n=30$) بود. بنابراین، تورش کلی ۱/۷- درصد محاسبه شد. دقت در ۲۰ ppm برابر با ۰/۳۵ بود (۳۵ قرائت از ۵ پایشگر در یک دوره ۷ ساعته). در ۵۰ ppm، دقت ۰/۱۲ بود (۳۰ قرائت از ۵ پایشگر در یک دوره ۶ ساعته)، و در ۱۰۰ ppm، دقت ۰/۰۸ بود (۳۶ قرائت از ۶ پایشگر در یک دوره ۶ ساعته). همچنین آزمایش هایی برای تعیین زمان پاسخ، دریافت صفر و اسپان، سطح دسی بل هشدار، عمر باتری، عمر حسگرها و همچنین اثرات مداخله گرهای انتخاب شده (گازها، بخارات و rf) و اثرات جابجایی و انتقال به مکان های دیگر انجام شد. جهت کارهای مقدماتی پایش CO را مشاهده نمایید [۶].

منابع

- [1] Stanford Research Institute [1977]. Backup Data Report: Method S340. Menlo Park, CA: Stanford Research Institute. NIOSH contract no. 210-76-0123.
- [2] Woodfin WJ, Woebkenberg ML [1985]. Evaluation of portable direct-reading carbon monoxide monitors. Unpublished.
- [3] OSHA [1993]. Method ID 209, Carbon monoxide in workplace atmospheres (Direct-reading monitor); In: Sampling and analytical methods. Salt Lake City, UT: U.S. Department of Labor, Occupational Safety and Health Association.
- [4] OSHA [1991]. Method ID 210, Carbon monoxide in workplace atmospheres (Gas bag sampling); In: Sampling and analytical methods. Salt Lake City, UT: U.S. Department of Labor, Occupational Safety and Health Association.
- [5] Ashley K [1994]. Electroanalytical applications in occupational and environmental health. Electroanalysis 6:805-820.
- [6] Woebkenberg ML [1983]. Monitoring methodology for gaseous hazards – Passive monitors and portable instruments. Scand J Work Environ Health 9:223-229.

W. James Woodfin, NIOSH

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

		شماره روش: ۷۳۰۴ تاریخ انتشار: ۲۵-۰۵-۲۰۱۴
عناصر توسط هضم مایکروویو ICP ELEMENTS by ICP Microwave Digestion		
جدول ۲: CAS	جدول ۲: RTECS	وزن مولکولی: جدول ۱
حدود مجاز مواجهه		
OSHA: جدول ۲ NIOSH: جدول ۲		
سنجش روش سنجش: پلاسمای آرگون جفت شده القایی، طیف‌سنجی نشر اتمی (ICP-AES) ترکیبات آنالیت: عناصر ذکر شده در جدول ۱ کالیبراسیون: عناصر موجود در ۲۰HNO ₃ درصد حد تشخیص (LOD): جدول ۴ دقت نمونه بردار ($\bar{S}_r$): جدول ۳ مواد: ۱۲ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ ۵:۱ و آب ASTM نوع II محلول نهایی: ۲۰ درصد HNO ₃ ، ۵۰ میلی لیتر طول موج: بستگی به عنصر دارد. جدول ۳ تصحیح پس‌زمینه: تغییر طول موج طیفی گستره: جدول ۴		نمونه برداری نمونه‌بردار: فیلتر، (پلی وینیل کلرید با قطر ۳۷ میلی متر و اندازه منافذ ۰٫۵ میکرومتر) دبی: ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه حداکثر حجم نمونه: جدول ۱ روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: پایدار نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ مورد برای هر مجموعه
احتیاط‌های ویژه هنگام کار با تمام مواد شیمیایی از دستکش، روپوش آزمایشگاهی و عینک ایمنی استفاده کنید. تمام کارها باید در شرایط تهویه مناسب برای پرسنل و تجهیزات انجام شود. از آنجایی که این روش شامل استفاده از ظروف هضم درپوش دار است، از استفاده از اسیدهای دیگر مانند اسید پرکلریک در ترکیب با اسید نیتریک که می تواند باعث واکنش شدید شود، اجتناب کنید [۱،۹]. در تهیه اسید هضم و اسید رقیق سازی، ضروری است که اسید به آب اضافه شود تا از واکنش شدید گرمازا جلوگیری شود.		صحت محدوده مطالعه: جدول ۴ تورش: جدول ۴ دقت کلی ($\bar{S}_{rT}$): جدول ۴ صحت: جدول ۴
کاربرد محدوده کاری این روش از عنصری به عنصر دیگر متفاوت است. این روش برای آنالیز گرد و غبار فلزی و غیرفلزی جمع آوری شده روی فیلترهای پی‌وی‌سی است که برای آنالیز وزنی نیز استفاده می شود. این روش یک آنالیز عنصری همزمان با استفاده از روش هضم مایکروویو		

به منظور سهولت و تسريع آناليز است. برخي از عناصر مانند آنتيموان، نقره و قلع در صورت وجود کلريد در فیلترهای PVC، محلول پايدار در اسيد نيتريك تشکيل نمی دهند، در چنين مواردی یک فیلتر استر سلولز مخلوط (MCE) ضروری است (به NMAM 7302 مراجعه کنید). یک محیط اسیدی متفاوت نیز می تواند موثر باشد، تکنیک مذکور در اين روش توضيح داده نشده است.

مداخله گر ها

تداخل های طیفی، نخستين و اصلی ترين تداخلاتی هستند که در آناليز ICP-AES روی می دهند. اين تداخل ها با انتخاب دقيق طول موج، عوامل تصحيح بين عنصری و تصحيح زمینه کمتر می شوند [۳،۴،۵،۶].

روش های ديگر

اين روش مکمل روش های هضم هات پليت NIOSH 7300 و ۷۳۰۱ برای عناصر کمیاب است. طيفسنجی جذب اتمی شعله ای (به عنوان مثال، روش های XXV۰) یک روش آناليز جایگزین برای بسياری از اين عناصر است. [۷] کوره گرافيت AAS (به عنوان مثال، ۷۱۰۲ برای Be، ۷۱۰۵ برای Pb) معمولاً حساس تر است. [۷] NMAM 7301 و ۷۳۰۳ حاوی روش های استخراج جایگزین هستند.

تجهيزات

۱. نمونه بردار: فیلتر پلی وینیل کلريد، اندازه منافذ ۰.۵ میلی متر، قطر ۳۷ میلی متر؛ در نگهدارنده کاست فیلتر ۲ تکه
۲. پمپ نمونه برداری فردی، ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه، با لوله ای اتصال قابل انعطاف
۳. طيفسنج نشر پلاسما-اتمی جفت القایی، مجهز به تعيين کننده توسط سازنده برای آناليز عناصر مد نظر
۴. تنظيم کننده، دو مرحله ای برای آرگون
۵. میکروویو، قدرت قابل برنامه ریزی، کنترل دمای فعال، حداقل ۵۷۴ وات، اجاق مجهز به تهويه، مقاوم در برابر خوردگی و صفحه گردان
۶. مخازن هضم میکروویو، فشار بالا، PTFE بسته، ظرفيت ۱۰۰ میلی لیتر
۷. فلاسک های حجمی، ۵۰ میلی لیتر
۸. پيپت های حجمی متنوع در صورت نیاز قبل از استفاده، تمام لوله ها و ظروف شیشه ای را با اسيد بشوئيد.

مواد شیمیایی مصرفی

۱. اسيد نيتريك، غلیظ، درجه فلز کمیاب*
 ۲. محلول های موجود کالبراسيون، ۱۰۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر و ۱۰۰۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر به صورت تجاری در دسترس است، یا بر اساس توصیه سازنده ابزار تهيه شده است. (مرحله ۱۰ را ببينيد)
 ۳. آرگون، مایع
 ۴. آب یونیزه، ASTM نوع II [8]
 ۵. اسيد رقيق سازی: اسيد نيتريك ۲۰ درصد در آب ASTM نوع II
- * به احتیاط های ویژه مراجعه کنید.

نمونه برداری

۱. پمپ نمونه برداری فردی را با یک نمونه بردار مبنای متصل به پمپ (در خط) کالبره کنید.
 ۲. با دبی دقیق معینی بين ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه نمونه برداری کنید. برای حجم نمونه برداری تخمین زده شده به جدول ۱ مراجعه کنید.
- توجه: بارگذاری بیش از حد فیلتر را می توان با بررسی های بصری دوره ای ارزیابی کرد. برای بحث بیشتر در مورد ظرفيت فیلتر، به فصل - های راهنمای NMAM مراجعه کنید.

آماده سازی نمونه

- توجه:** اگر وزن کل مورد نظر است، بایستی در این مرحله انجام شود. از روش NIOSH 0500 برای آنالیز وزنی پیروی کنید [۱۲].
۳. نگهدارنده های فیلتر کاست را باز کنید و نمونه های اصلی، نمونه های شاهد و فیلترهای کنترل کیفیت (QC) را به ظروف هضم PTFE تمیز منتقل کنید. سطوح داخلی کاست را با یک فیلتر پی وی سی ۳۷ میلی متری مرطوب شده با آب یونیزه پاک کنید و به ظرف هضم اضافه کنید تا رسوبات آبروسل غیر فیلتری به ظروف هضم منتقل شود.
۴. ۲ میلی لیتر آب ASTM نوع II اضافه کنید و سپس ۱۰ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ (به آرامی) بیفزایید، سپس در ظرف را ببندید.
- توجه:** برای جلوگیری از واکنش شدید گرمازا، آب را به اسید نیتریک غلیظ اضافه نکنید. اسید باید پس از افزودن آب، به ظرف اضافه شود.
۵. ظروف هضم را در مایکروویو قرار دهید و روش هضم پی وی سی از پیش برنامه ریزی شده را اجرا کنید. به عنوان مثال شرایط مایکروویو برای هضم ۱۲ لوله ای: قدرت ۱۲۰۰ وات، افزایش دما تا ۲۱۵ درجه سانتیگراد در مدت ۲۰ دقیقه، به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۲۱۵ درجه سانتیگراد نگه دارید و سپس حداقل ۵ دقیقه خنک کنید (قدرت برای ظرف های کمتر تنظیم می شود).
۶. اجازه دهید نمونه ها تا دمای اتاق خنک شوند.
۷. درب ظرف را بردارید و محتویات را در فلاسک های حجمی ۵۰ میلی لیتری با آب ASTM نوع II بشویید.
۸. با آب ASTM نوع II تا حد علامت ترقیق و مخلوط کنید.
۹. نمونه ها را برای آنالیز ارسال کنید.
- توجه:** ممکن است پس از هضم یک جامد مازاد (رسوبی) وجود داشته باشد. در صورت لزوم، نمونه ها را قبل از آنالیز، فیلتر/سانتریفیوژ کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۱۰. طیف سنج را طبق توصیه های سازنده کالیبره کنید.
- توجه:** معمولاً از یک اسید خالی و یک استاندارد کاربردی تک یا چند عنصری استفاده می شود. ترکیبات چند عنصری زیر از نظر شیمیایی در ۲۰ درصد HNO_3 سازگار هستند.
- آ. Al, As, Ba, Be, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Se, Sr, Ti, V, Y, Zn, Zr
- ب. B, K, P, Te, Ti;
- ج. cd;
- د. Pt.
۱۱. تمام استانداردهای قابل اجرا را حداقل هر بیست بار (۲۰) یک مرتبه آنالیز کنید (حداقل فرکانس ۵ درصد).
۱۲. بازیابی ها را حداقل با یک نمونه شاهد و دو نمونه اسپایک شده به ازای هر بیست نمونه بررسی کنید. از سطح اسپایکی استفاده کنید که در محدوده ۱۰ تا ۲۰ برابر حد کمیت (LOQ) باشد.
- توجه:** در صورت امکان، نمونه های QA/QC باید از مواد مرجع تایید شده از ماتریسی مشابه مواد نمونه برداری شده تهیه شوند. فیلترهای اسپایک شده مایع، تنها جایگزین نمونه های واقعی هستند و داده های QC بر اساس نمونه های تایید شده ایده آل خواهد بود.

سنجش

۱۳. طیف سنج ICP-AES را روی شرایط تعیین شده توسط سازنده تنظیم کنید.
۱۴. استانداردها و نمونه ها را در طول موج های قابل اجرا برای هر عنصر آنالیز کنید (آنالیت های هدف در جدول ۳ آمده است).
- توجه:** اگر مقدار نمونه ها بالاتر از محدوده خطی دستگاه است، آن ها را رقیق کنید، محلول ها را با اسید رقیق سازی ترقیق کنید، مجدداً آنالیز کنید، و ضریب رقت مناسب را در محاسبات اعمال کنید.

محاسبات

۱۵. غلظت محلول نمونه، $Cs (\mu g/mL)$ ، و متوسط نمونه شاهد، $Cb (\mu g/mL)$ ، را از دستگاه بدست آورید.

۱۶. با استفاده از حجم محلول نمونه، V_s (mL)، و نمونه شاهد، V_b (mL)، غلظت نمونه را، C (mg/m^3)، برای هر عنصر در حجم هوای نمونه برداری شده، V (L)، محاسبه کنید. به شرح زیر:

توجه: میکروگرم در لیتر تقریباً برابر mg/m^3 است.

$$C = \frac{(C_s V_s) - (C_b V_b)}{V}, \text{mg}/\text{m}^3$$

ارزیابی روش

این روش نسبت به روش اسید هات پلیت به زمان کمتری نیاز داشته و راحت تر است. حذف اسید پرکلریک در روش هضم نمونه به بهبود ایمنی روش کمک می کند. [۹] استفاده از فیلترهای PVC امکان محاسبه جرم کل در هر فیلتر را بعلاوه غلظت کل فلزات فراهم می کند. ارزیابی این روش، ۷۳۰۴، برای فیلترهای PVC در شش سطح غلظت بر اساس LOQ، برای عناصر فهرست شده در جدول ۱ روش انجام شد [۱۳]. تمام داده های دقت، از نظر همگنی برای تمام سطوح غلظت تست شده با استفاده از آزمون بارتلت ارزیابی شدند و نتایج در گزارش داده های پشتیبان متد [۱۲] ذکر شده و در جداول ۳ و ۴ خلاصه شده است. در بسیاری از موارد بالاترین سطح غلظت (۳۰۰ برابر LOQ) به دلیل دقت بسیار کم نسبت به سایر مقادیر، معمولاً کمتر از $CV = 0.001$ قابل ادغام نبود. بنابراین، دقت کلی ($\hat{S}$) و صحت همانطور که در جدول ۴ ارائه شده است حد بالایی تعیین کننده دقت است. دقت در سطوح غلظت بیشتر از ۳۰۰ برابر LOQ (به جدول ۳ مراجعه کنید) احتمالاً بسیار کوچکتر خواهد بود.

برای بسیاری از فلزات، دقت در سطوح ۳ یا ۱ برابر LOQ معقول بود (CV کمتر از ۱۰ درصد) اما به دلیل دقت بسیار کوچکتر در سطوح غلظت بالاتر، قابل ادغام نبود. در یک مورد (استرانسیوم) حد پایینی قابل ادغام نبود زیرا CV آن درونی تر (کمتر از ۱ درصد) بود و بسیار کوچکتر از سطوح غلظت بالاتر بود. در اکثر موارد دقت تابعی از غلظت است. این مسئله در جدول ۳ قابل مشاهده است، که در آن CV ها برای سطوح ۱۰ برابر LOQ (سطح پایین تر) و ۳۰۰ برابر LOQ (بالاتر) مقایسه شده اند.

سه عنصر آنتیموان، نقره و قلع بازیابی ضعیفی داشتند. اعتقاد بر این است که یون های کلرید تولید شده در هضم فیلترهای PVC باعث تشکیل رسوب می شود. این فلزات ترجیحاً بر روی فیلترهای MCE نمونه برداری می شوند. مقادیر جداول ۳ و ۴ با استفاده از چندین ابزار مختلف ICP-AES و همچنین چندین اجاق مایکروویو مختلف تعیین شدند. همگی مطابق دستورالعمل تولید کننده عمل می کردند.

منابع

- [1] ACGIH [2013]. TLVs and BEIs based on the documentation of the Threshold Limit Values for chemical substances and physical agents and Biological Exposure Indices. Cincinnati, Ohio: American Conference of Governmental Industrial Hygienists. [www.acgih.org]. [Data accessed April 2014.]
- [2] Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung [2013]. GESTIS database on hazardous substances (German Social Accident Insurance). Sankt Augustin, FRG: [https://www.dguv.de/ifa/index-2.jsp]. [Data accessed April 2014.]
- [3] Hull, RD [1981]. Multi-element analysis of industrial hygiene samples, NIOSH internal report presented at the American Industrial Hygiene Conference, Portland, Oregon, May.
- [4] NIOSH [1994]. Elements: Method 7300 (Supplement Issued 3/15/2003). In: Schlecht PC, O'Connor PF, eds. NIOSH Manual of analytical methods, 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- [5] Harrison, GR [1969]. Massachusetts Institute of Technology wavelength tables, 2nd ed. West Hanover, MA: Halliday Lithograph, Volume 1.
- [6] ASTM International [2010]. ASTM D7035, Standard test method for the determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. West Conshohocken, PA: ASTM International [www.astm.org].
- [7] NIOSH [1994]. NIOSH manual of analytical methods (NMAM®). 4th ed. Schlecht PC, O'Connor PF, eds. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- [8] ASTM [1983]. ASTM D1193-77, Standard specification for reagent water. West Conshohocken, PA: ASTM International [www.astm.org]

- [9] Furr KA [1995]. CRC Handbook of Laboratory Safety, 4th ed. Boca Raton, FL: CRC Press.
- [10] NIOSH [1973]. The industrial environment - its evaluation & control. 3rd ed. U.S. Department of Health Education and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health. DHEW (NIOSH) Publication No. 74-117.
- [11] NIOSH [1994]. Particulates not otherwise regulated: Method 0500. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health. DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- [12] Stone LC, Perkins JB, Rogers DM [2003]. Backup data report NMAM 7304: Elements by ICP on PVC filters using microwave digestion. Cincinnati OH: DataChem Laboratories, Inc. under NIOSH contract CDC-200-2001-08000. Unpublished.
- [13] Lide DR [1993]. Handbook of chemistry and physics. 74th ed. Boca Raton FL: CRC Press.
- [14] NIOSH pocket guide to chemical hazards. Barsan ME, ed. Cincinnati, OH: US Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 2005-149. [www.cdc.gov/niosh/ npg].
- [15] Code of Federal Regulations, 29 CFR Part 1910.1000, Table Z-1[2013]. Limits for air standards. National occupational safety and health standards. [https://www.osha.gov/pls/oshaweb/owadisp.show_document?p_table=STANDARDS&p_id=9992] Website accessed on December 13, 2013.

نویسنده روش:

David M. Rogers, Lee C. Stone, John M. Reynolds, James B. Perkins, DataChem Laboratories, Salt Lake City, Utah; Yvonne Gagnon, Ronnee Andrews, Ph.D., DART/CEMB.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

جدول ۱. خواص و حجم نمونه

Element (Symbol)	Properties [13]		Air Volume, L @ OSHA PEL [4]	
	Atomic Weight	MP, °C	MIN	MAX
Aluminum (Al)	26.98	660	5	100
Arsenic (As)	74.92	817	5	2000
Barium (Ba)	137.3	727	5 ⁽²⁾	200 ⁽²⁾
Boron (B) ⁽¹⁾	10.81	2076	5	2000
Beryllium(Be)	9.01	1287	1250	2000
Calcium (Ca) ⁽¹⁾	40.08	842.5	5	200
Cadmium (Cd) ⁽³⁾	112.40	321	13	2000
Cobalt (Co)	58.93	1495	25	2000
Chromium (Cr)	52.00	1907	5	1000
Copper (Cu)	63.54	1083	5	1000
Iron (Fe)	55.85	1538	5	100
Potassium (K) ⁽¹⁾	39.10	64	5	2000
Lithium (Li) ⁽¹⁾	6.94	181	100	2000
Magnesium (Mg)	24.31	651	5	67
Manganese (Mn)	54.94	1246	5	200
Molybdenum (Mo)	95.94	2623	5	67
Sodium (Na) ⁽¹⁾⁽³⁾	22.99	97.72	13	2000
Nickel (Ni)	58.71	1455	5	1000
Phosphorus (P)	30.97	44	25	2000
Lead (Pb)	207.19	327.2	50	2000
Platinum (Pt) ⁽³⁾	195.1	1772.2	1250	2000
Selenium (Se)	78.96	221	13	2000
Strontium (Sr) ⁽¹⁾	87.62	777	5	2000
Tellurium (Te)	127.60	450	25	2000
Titanium (Ti)	47.90	1668	5	100
Thallium (Tl)	204.37	304	25	2000
Vanadium (V)	50.94	1910	5	2000
Yttrium (Y)	88.91	1522	5	1000
Zinc (Zn)	65.37	419	5	200
Zirconium (Zr)	91.22	1855	5	200

(۱) هیچ داده‌ای درباره REL, PEL یا STEL این عناصر یافت نشد [۱,۱۴].

(۲) حجم هوا تخمین زده شده از TWA و LOQ (جداول ۲ و ۳ را ببینید) [۱۰].

(۳) این فلزات، و همچنین قلع و آنتیموان، در صورت وجود کلرید ناشی از فیلترهای PVC، در اسید نیتریک رسوب ایجاد می کنند.

Element (Symbol)	CAS #	RTECS #	Exposure Limits, mg/m ³ (C = ceiling limit)	
			OSHA	NIOSH
Aluminum (Al)	7429-90-5	BD0330000	15 (total dust) 5 (respirable)	10 (total dust) 5 (respirable, fume)
Arsenic (As)	7440-38-2	CG0525000	0.010 (inorganic)	C 0.002 ⁽¹⁾
Barium (Ba)	7440-39-3	CQ8370000	0.5 (soluble)	0.5 (soluble)
Beryllium (Be)	7440-41-7	DS1750000	0.002, C 0.005	C 0.0005 ⁽¹⁾
Cadmium (Cd)	7440-43-9	EU9800000	0.005	lowest feasible conc. ⁽¹⁾
Calcium (Ca)	7440-70-2		No OEL	No OEL
Cobalt (Co)	7440-48-4	GF8750000	0.1	0.05 (dust, fume)
Chromium (Cr)	7440-47-3	GB4200000	0.5 (II & III), 0.005 (VI)	0.5 (II & III), 0.0002 (VI)
Cobalt (Co)	7440-48-4	GF8750000	0.1	0.05 (dust, fume)
Copper (Cu)	7440-50-8	GL5325000	1 (dust, mists) 0.1 (fume)	1 (dust, mists) 0.1 (fume)
Iron (Fe)	7439-89-6	NO4565500	10 (fume) as oxide	5 (dust, fume) as oxide
Magnesium (Mg)	7439-95-4	OM2100000	15 (dust) as oxide	--
Manganese (Mn)	7439-96-5	OO9275000	C 5	1; STEL 3
Molybdenum (Mo)	7439-98-7	QA4680000	5 (soluble) 15 (total insoluble)	--
Nickel (Ni)	7440-02-0	QR5950000	1	0.015 ⁽¹⁾
Phosphorus (P)	7723-14-0	TH3500000	0.1	0.1
Lead (Pb)	7439-92-1	OF7525000	0.05	0.05
Platinum (Pt)	7440-06-4	TP2160000	0.002 (soluble)	1 (metal)
Selenium (Se)	7782-49-2	VS7700000	0.2	0.2
Silver (Ag)	7440-22-4	VW3500000	0.01 (soluble, metal)	0.01 (soluble, metal)
Tellurium (Te)	13494-80-9	WY2625000	0.1	0.1
Titanium (Ti)	7440-32-6	XR1700000	15 (as TiO ₂)	lowest feasible ⁽¹⁾
Thallium (Tl)	7440-28-0	XG3425000	0.1 (soluble)	0.1(soluble)
Vanadium (V)	7440-62-2	YW1355000	C 0.5 (respirable) as V ₂ O ₅ C 0.1 (fume) as V ₂ O ₅	C 0.05
Yttrium (Y)	7440-65-5	ZG2980000	1	1
Zinc (Zn)	7440-66-6	ZG8600000	5 (ZnO fume) 15 (ZnO dust) 5 (ZnO respirable)	5; STEL 10 (ZnO fume) 5; C 15 (ZnO dust)
Zirconium (Zr)	7440-67-7	ZH7070000	5	5, STEL 10

(۱) سرطانزا

جدول ۳. طول موج های اندازه گیری و داده های بازیابی

Element ⁽¹⁾	Wavelength (nm)	LOD (µg/sample)	Lower Level ^(4,5)				Higher Level ⁽⁵⁾			
			µg/sample	N =	Percent Recovery	Precision (S _p)	µg/sample	N =	Percent Recovery	Precision (S _p)
Ag	328.07	0.1	3.00	5	63.01	0.0739	300	6	3.92	0.0865
Al	308.22	2	50.25 ⁽⁴⁾	6	89.78	0.0565	1500	6	100.71	0.0055
Al ⁽²⁾	308.214	0.5	15.0	5	115.05	0.0199	1500	6	105.17	0.0056
As	193.76	2	15.0	5	93.29	0.0570	1500	6	115.84	0.0174
Ba	493.41	0.2	1.50	5	107.16	0.0295	150	6	102.22	0.0104
B	249.68	0.4	7.50	5	86.38	0.0277	750	6	101.19	0.0082
Be	313.04	0.008	0.152	6	102.38	0.0861	15.2	6	107.71	0.0091
Ca	315.89		151 ⁽⁴⁾	6	94.64	0.0512	4500	6	116.25	0.0153
Ca ⁽²⁾	315.88	2	45.0	5	104.82	0.0090	4500	6	98.13	0.0066
Cd	228.80	0.2	3.00	5	109.65	0.0316	300	6	111.68	0.0152
Co	228.62	0.7	7.50	5	89.87	0.0338	750	6	114.15	0.0141
Cr	267.72	0.7	7.50	5	112.65	0.0233	750	6	118.65	0.0136
Cr ⁽²⁾	267.71	0.3	7.50	5	102.60	0.0048	750	6	92.98	0.0066
Cu	324.75	0.08	1.50	5	106.84	0.0364	150	6	100.42	0.0058
Cu ⁽²⁾	324.75	0.08	1.50	5	117.16	0.0361	150	6	103.13	0.0150
Fe	259.94	15	30	5	120.58	0.0405	3000	6	112.41	0.0083
Fe ⁽²⁾	259.94	5	30	5	112.55	0.0489	3000	6	97.20	0.0085
K	766.49	3	100 ⁽⁴⁾	6	85.57	0.0254	3000	6	86.46	0.0260
K ⁽²⁾	766.49		100 ⁽⁴⁾	6	99.40	0.0300	3000	6	90.02	0.0205
Li	670.78	0.06	1.50	5	97.51	0.0253	150	6	81.96	0.0378
Mg	279.08	0.9	15.0	5	105.25	0.0088	1500	6	97.47	0.0077
Mg ⁽²⁾	279.07	0.4	15.0	5	107.33	0.0043	1500	6	101.75	0.0058
Mn	257.61	0.09	1.50	5	110.24	0.0150	150	6	115.56	0.0090
Mo	202.03	0.4	4.50	5	87.79	0.0433	450	6	120.57	0.0093
Mo ⁽²⁾	202.029	0.3	4.50	5	89.75	0.0215	450	6	100.44	0.0154
Na	589.00	5	75.0	6	124.56	0.0859	7500	6	83.07	0.0248
Ni	231.60	0.3	4.50	5	102.93	0.0475	450	6	110.59	0.0080
Ni ⁽²⁾	231.60	0.2	4.50	5	109.91	0.0047	450	6	101.77	0.0139
P	214.92	2	30.0	5	81.82	0.0511	3000	6	107.20	0.0103
P ⁽²⁾	214.91	2	30.0	5	86.36	0.0077	3000	6	103.33	0.0174
Pb	220.35	1	15.0	5	95.85	0.0308	1500	6	100.54	0.0154
Pt	203.65	9	150	5	104.67	0.0182	15000	6	105.19	0.0088
Sb ⁽³⁾	206.84	0.7	15.0	6	25.29	0.5861	1500	6	111.95	0.0086

Se	196.09	5	75.0	5	102.05	0.0531	7500	6	111.35	0.0063
Se ⁽²⁾	196.02	2	75.0	5	99.93	0.0051	7500	6	99.72	0.0082
Sn	189.9		75.0	5	30.82	0.0502	7500	6	79.56	0.0124
Sn ^(2,3)	189.9	0.4	75.0	5	37.87	0.0816	7500	6	92.34	0.0129
Sr	421.55	0.04	75.0	5	100.00	0.0049	750	6	99.54	0.0055
Te	214.27	4	30.0	5	95.80	0.0624	3000	6	110.81	0.0094
Te ⁽²⁾	214.28	2	30.0	5	97.18	0.0100	3000	6	99.64	0.0074
Ti	337.28	0.2	3.00	5	81.66	0.0392	300	6	103.42	0.0101
Ti ⁽³⁾	334.94	0.1	3.00	5	82.68	0.0374	300	6	96.13	0.0121
Tl	190.86	2	15.0	5	96.38	0.0605	1500	6	97.25	0.0148
Tl ⁽³⁾	190.79	1	15.0	5	97.75	0.0032	1500	6	92.04	0.0119
V	292.40	0.1	1.50	5	104.54	0.0528	150	6	111.15	0.0160
V ⁽²⁾	292.40	0.09	1.50	5	100.99	0.0146	150	6	99.38	0.0232
Y	371.03	0.07	0.752	5	105.98	0.0245	75.2	6	105.03	0.0073
Zn	213.85	0.2	3.00	5	110.76	0.0327	300	6	116.84	0.0153
Zn ⁽²⁾	213.86	0.4	3.00	5	93.45	0.0351	300	6	94.01	0.0055
Zr	339.20	0.2	1.50	5	102.61	0.0242	150	6	101.56	0.0144

(۱) مقادیر گزارش شده با یک Fisons ARL Accuris ICP-AES به دست آمد، مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. عملکرد ممکن

است با ابزار متفاوت باشد و باید به طور مستقل تأیید شود.

(۲) مقادیر گزارش شده با Perkin Elmer Optima 3000 DV ICP-AES به دست آمد.

(۳) عناصری که مورد ارزیابی قرار گرفتند و برای آنالیز با این روش مناسب نبودند.

(۴) مقادیر داده شده (سطح پایین) برای سطح ۱۰ برابر LOQ هستند؛ به دلیل بازیابی کم در سطح سه برابر LOQ.

(۵) LOQ = حد تخمینی کمیت

جدول ۴. داده های صحت و دقت کلی [۱۳]

Element	Instrument ⁽¹⁾	Range Studied (µg/sample)		Bias	Range of Bias		Precision S _{rt}	Accuracy (%)	Lowest Level ⁽²⁾
		From	To		From	To			
Aluminum	Fisons	5.025	1500	-0.0318	-0.1022	0.0240	0.0419	9.9	50.25
Aluminum	P-E Optima	5.025	1500	0.0833	0.0567	0.1505	0.0379	15.1	15
Antimony	Fisons	5.025	1500	Poor and variable recoveries across study range.					
Arsenic	Fisons	5.025	1500	0.0630	-0.0671	0.1584	0.0461	14.3	15
Barium	Fisons	0.5038	150.4	0.0433	0.0222	0.0716	0.0182	7.6	0.5
Beryllium	Fisons	0.0509	15.2	0.0652	0.0366	0.0980	0.0163	9.5	0.0509
Boron	Fisons	2.514	750.4	-0.0387	-0.1362	0.0118	0.0164	6.4	7.504
Cadmium	Fisons	1.005	300.0	0.0923	0.0718	0.1167	0.0307	14.8	1.005
Calcium	Fisons	15.08	4500	0.0779	-0.0536	0.1624	0.0313	13.4	150.75
Calcium	P-E Optima	15.08	4500	0.0453	0.0098	0.0963	0.0245	8.8	15.08
Chromium	Fisons	2.514	750.4	0.1395	0.0974	0.1865	0.0214	18	2.514
Chromium	P-E Optima	2.514	750.4	-0.0018	-0.0701	0.1245	0.0131	<5	2.514
Cobalt	Fisons	2.514	750.4	0.0592	-0.1013	0.1508	0.0264	10.4	7.504
Copper	Fisons	0.5038	150.4	0.0475	0.0272	0.0684	0.0240	8.9	0.5038
Copper	P-E Optima	0.5038	150.4	0.0829	0.0313	0.1716	0.0217	12.1	1.504
Iron	Fisons	10.05	3000	0.1101	0.0630	0.2057	0.0397	18.6	30
Iron	Fisons	10.05	3000	0.0836	0.0630	0.0974	0.0396	15.4	100.5
Iron	P-E Optima	10.05	3000	0.0445	-0.0205	0.1255	0.0404	11.4	30
Lead	Fisons	5.025	1500	-0.0241	-0.0668	0.0124	0.0279	6.9	5.025
Lithium	Fisons	0.5038	150.4	-0.0690	-0.1804	0.0132	0.0276	11.1	0.5038
Magnesium	Fisons	5.025	1500	0.0156	-0.0253	0.0524	0.0171	<5	5.025
Magnesium	P-E Optima	5.025	1500	0.0715	0.0421	0.1372	0.0249	11.5	5.025
Manganese	Fisons	0.5038	150.4	0.1357	0.1005	0.1755	0.0201	17.3	0.5038
	Fisons	1.509	450.4	-0.0388	-0.1597	0.1353	0.0795	16.7	1.509
	P-E Optima	1.509	450.4	-0.0489	-0.2033	0.0969	0.0179	7.7	1.509
Nickel	Fisons	1.509	450.4	0.0787	0.0293	0.1274	0.0338	13.8	4.504
Nickel	P-E Optima	1.509	450.4	0.0645	0.0177	0.1406	0.0159	9.2	1.509
Phosphorus	Fisons	10.05	3000	-0.0546	-0.1818	0.0011	0.0417	12	30
Phosphorus	P-E Optima	10.05	3000	-0.0163	-0.1364	0.0333	0.0124	<5	10.05
Platinum	Fisons	50	15000	0.0423	0.0097	0.0671	0.0226	8.2	150
Potassium	Fisons	10.05	3000	-0.0909	-0.1443	-0.0316	0.0265	13.1	100.5
Potassium	P-E Optima	10.05	3000	-0.0499	-0.0998	-0.0060	0.0249	8.8	100.5
Selenium	Fisons	25.12	7500	0.0941	0.0675	0.1150	0.0150	12.1	25.12
Selenium	P-E Optima	25.12	7500	0.0026	-0.0027	0.0115	0.0127	<5	25.12
Silver	Fisons	1.005	300	Poor and variable recoveries across study range.					
Sodium	Fisons	25.12	7500	-0.0492	-0.1694	0.0718	0.0246	8.8	251.2
Strontium	Fisons	2.514	750.4	0.0172	-0.00002	0.0373	0.0153	<5	2.514
Tellurium	Fisons	10.05	3000	0.0295	-0.0420	0.1037	0.0404	9.8	30

(۱) مقادیر گزارش شده با Fisons ARL Accuris ICP-AES یا Perkin Elmer Optima 3000 DV ICP-AES به دست آمد.

(۲) کمترین سطح در محدوده مورد مطالعه که در آن بازیابی ها بین ۸۱ تا ۱۲۱ درصد بازیابی و انحراف معیار نسبی (Sr) کمتر از

۰,۱۱۰۰ در ۵ یا ۶ تکرار بود. عملکرد ممکن است بسته به ابزار متفاوت باشد و باید به طور مستقل تأیید شود.

Tellurium	P-E Optima	10.05	3000	-0.0043	-0.0282	0.0163	0.0155	<5	10.05
Thallium	Fisons	5.025	1500	-0.0081	-0.0362	0.0334	0.0407	8.2	15
Thallium	P-E Optima	5.025	1500	-0.0505	-0.0688	-0.0048	0.0250	9	5.025
Tin	Fisons	25.12	7500	Poor and variable recoveries across study range.					
Tin	P-E Optima	25.12	7500	Poor and variable recoveries across study range.					
Titanium	Fisons	1.005	300	-0.0827	-0.1834	0.0342	0.0269	12.3	3
Titanium	P-E Optima	1.005	300	-0.1072	-0.1732	-0.0387	0.0321	15.3	1.005
Vanadium	Fisons	0.5038	150.4	0.0704	0.0438	0.1114	0.0195	10.5	0.5038
Vanadium	P-E Optima	0.5038	150.4	-0.0063	-0.0217	0.0099	0.0198	<5	0.5038
Yttrium	Fisons	0.2519	75.2	0.0598	0.0466	0.0795	0.0164	8.9	0.2519
Zinc	Fisons	1.005	300	0.1452	0.0630	0.2976	0.0340	22	1.005
Zinc	Fisons	1.005	300	0.1190	0.0630	0.1683	0.0356	18.7	3
Zinc	P-E Optima	1.005	300	-0.0502	-0.0655	-0.0388	0.0295	9.6	3
Zirconium	Fisons	0.5025	150	0.0164	-0.0096	0.0350	0.0175	<5	0.5025

		شماره روش: ۷۳۰۶ تاریخ انتشار: ۲۰۱۵-۰۹-۱۰
عناصر با نمونه‌بردار کپسول داخلی سلولزی ELEMENTS by Cellulosic Internal Capsule Sampler		
CAS: جدول ۲	RTECS: جدول ۲	وزن مولکولی: جدول ۱
حدود مجاز مواجهه		
OSHA: جدول ۲ NIOSH: جدول ۲		
سنجش روش سنجش: پلاسمای جفت شده القایی - طیف سنجی نشر اتمی (ICP-AES) ترکیبات آنالیت: عناصر ذکر شده در جدول ۱ کالیبراسیون: عناصر موجود در ۲۰٪ HNO ₃ درصد حد تشخیص (LOD): بسته به عنصر متفاوت است. دقت نمونه بردار ($\bar{S}_r$): جدول ۴ جداسازی: هضم با هات پلیت (NIOSH 7300 یا ۷۳۰۱)، هضم مایکروویو (NIOSH 7302) یا استخراج هات بلاک (NIOSH 7303) حلال: بستگی به روش آماده سازی نمونه دارد طول موج: بستگی به عنصر دارد. جدول ۳ را ببینید تصحیح پس زمینه: تغییر طول موج طیفی		نمونه‌برداری نمونه‌بردار: کپسول داخلی، استات سلولز با دهانه ورودی، متصل به فیلتر غشایی مخلوط استر سلولزی (MCE) با اندازه منافذ ۰٫۸ میکرومتر که در یک نگهدارنده فیلتر ۲ تکه، با کاست فیلتر بسته (CFC) با قطر ۳۷ میلی متر قرار دارد. دبی: ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه حداقل حجم نمونه: جدول ۱ حداکثر حجم نمونه: جدول ۱ روش انتقال نمونه: معمولی پایداری نمونه: پایدار نمونه‌های شاهد: حداقل ۲ نمونه شاهد در هر مجموعه
احتیاط‌های ویژه تمام هضم های اسید پرکلریک باید در هود بخار پرکلریک اسید انجام شود. هنگام کار با اسیدهای غلیظ، لباس محافظ، عینک ایمنی و دستکش بپوشید. تمام کارها باید با تهویه مناسب برای پرسنل و تجهیزات انجام شود. برای جلوگیری از واکنش شدید گرمازا، ضروری است که اسید به آب اضافه شود.		صحت محدوده مطالعه: جداول ۳ و ۴ تورش: جدول ۴ دقت کلی ($\bar{S}_{rT}$): جدول ۴ صحت: جدول ۴
کاربرد محدوده کاری این روش ۴×۱۰ ^{-۵} تا ۱۰ mg/m ³ برای هر عنصر در یک نمونه هوای ۵۰۰ لیتری است. این آنالیز عنصری بصورت همزمان انجام می‌شود و برای یک عنصر خاص و منفرد انجام نمی‌شود. بررسی کنید که ترکیبات موجود در نمونه‌ها با فرایند انحلال انتخاب شده انحلال پذیر هستند. برخی از ترکیبات این عناصر نیاز به عملیات آماده سازی خاصی دارند.		
مداخله‌گرها		

تداخل های طیفی نخستین و اصلی ترین تداخلاتی هستند که در آنالیز ICP-AES روی می دهند. این تداخل ها با انتخاب دقیق طول موج، عوامل تصحیح بین عنصری و تصحیح زمینه کمتر می شوند [۳،۴،۵،۶].

روش های دیگر

نمونه بردار کپسول داخلی مورد استفاده در این روش، جایگزینی توصیه شده برای نمونه برداری صرفاً با فیلتر [۵] از روش های NIOSH 7300 [6]، [7] 7301، [8] 7302 و [9] 7303 است. استفاده از نمونه بردار کپسول داخلی، وسیله ای کارآمد برای محاسبه رسوبات دیواره نمونه گیر است که در صورت نمونه برداری با فیلتر حذف می شوند. به جز مواردی که از ابزارهای دیگری برای محاسبه رسوبات غیرفیلتر در داخل کاست ها استفاده شود (مانند استخراج درون کاست، شستشو یا پاک کردن)، باید از نمونه گیرهای کپسول داخلی استفاده شود. روش OSHA ID- [10] 125G آنالیز چند عنصری ICP-AES را پس از هضم در هات پلیت با استفاده از اسید نیتریک، اسید سولفوریک و پراکسید هیدروژن توصیف می کند. [11] ASTM D7035 و [12] ISO 15202 روشهای اجماع داوطلبانه استاندارد مرتبط متدهای ICP-AES برای نمونه برداری چند عنصری و آنالیز هوای محیط کار هستند.

تجهیزات	مواد شیمیایی مصرفی
۱. نمونه بردار: کپسول داخلی استات سلولز متصل به فیلتر غشایی استر سلولز مخلوط، اندازه منافذ ۰٫۸ میکرومتر. هولدر فیلتر کاست ۲ تکه با قطر ۳۷ میلی متر	۱. اسید نیتریک (HNO_3) ، غلیظ، درجه فلز کمیاب
۲. پمپ نمونه برداری فردی ، ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه، با لوله اتصال قابل انعطاف، قادر به حفظ جریان ثابت	۲. اسید کلریدریک (HCl) ، غلیظ، درجه فلز کمیاب (فقط در صورتی لازم است که هضم اسید کلریدریک انجام شود)
۳. طیف سنج انتشار پلاسما-آتمی جفت القایی ، مجهز به تعیین کننده توسط سازنده برای آنالیز عناصر مورد نظر	۳. اسید پرکلریک ($HClO_4$, Optima, conc.) (فقط در صورتی لازم است که هضم اسید پرکلریک انجام شود)
۴. تنظیم کننده ، دو مرحله ای، برای آرگون	۴. محلول های آماده کالیبراسیون ، ۱۰۰۰ میکروگرم در لیتر: به صورت تجاری در دسترس است. یا طبق توصیه سازنده ابزار تهیه شده است
۵. بشر ، فیلیپس، ۱۲۵ میلی لیتر، یا گریفین، ۵۰ میلی لیتر، با پوشش شیشه ای ساعت**	۵. اسید رقیق: ۲۰ درصد اسید نیتریک* (۷۳۰۲)؛ ۴ درصد اسید نیتریک: ۱ درصد اسید پرکلریک* (۷۳۰۰)؛ ۵ درصد aqua regia (۷۳۰۱)*؛ یا ۵ درصد اسید نیتریک: ۵ درصد اسید کلریدریک* (۷۳۰۳) [اسید رقیق سازی بستگی به روش تهیه نمونه مورد استفاده دارد]
۶. فلاسک های حجمی ۱۰، ۲۵، ۱۰۰ میلی لیتری و ۱ لیتری**	۶. آرگون ، همانطور که توسط سازنده ICP-AES معین شده است
۷. پیپت های حجمی مختلف، در صورت نیاز**	۷. آب دیونیزه ، ASTM نوع II [13] یا معادل آن
۸. فورسپس ، پلاستیکی یا با نوک پلاستیکی	* به احتیاط های ویژه مراجعه کنید
۹. هات پلیت (NIOSH 7300 یا ۷۳۰۱)، اجاق میکروویو	
۱۰. لوله های سانتریفیوژ ، ۵۰ میلی لیتری با اندازه مناسب برای دستگاه هات بلاک.	
** تمام ظروف شیشه ای را با اسید نیتریک غلیظ تمیز کنید و قبل از استفاده به طور کامل در آب دیونیزه بشویید.	

نمونه برداری

- هر پمپ نمونه برداری فردی را درحالی که یک نمونه بردار موردنظر به آن متصل است، کالیبره کنید.
- توجه:** برای بحث در مورد نمونه گیری، به فصل های راهنمای NMAM مراجعه کنید.
- بادبی معینی بین ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه (± 5 درصد) برای اندازه کل نمونه بیشتر از ۱ تا ۲۰۰۰ L (به جدول ۱ مراجعه کنید) جهت اندازه گیری TWA نمونه برداری کنید. از بارگیری نمونه بردار تقریباً ۵ میلی گرم کل گرد و غبار تجاوز نکنید.

توجه: بارگیری بیش از حد فیلتر را می توان با بررسی های بصری دوره ای ارزیابی کرد. برای بحث بیشتر در مورد ظرفیت فیلتر، به فصل های راهنمای NMAM مراجعه کنید.

آماده سازی نمونه

۳. نگهدارنده های فیلتر کاست را باز کرده و با استفاده از پنس غیر فلزی، نمونه ها و شاهد ها را به ظروف هضم تمیز منتقل کنید.
توجه: نمونه ها ممکن است به راحتی در ظروف هضم قرار نگیرند. باید مراقب بود که هیچ نمونه ای در طول قرار دادن نمونه ها در ظروف هضم از بین نرود.

۴. انحلال نمونه را مطابق با یکی از روش های آماده سازی نمونه شرح داده شده در NIOSH 7300، 7301، 7302، یا 7303 انجام دهید [۶-۹].

توجه: سطح اسید انحلال داخل ظرف باید سطح داخلی را بپوشاند.

۵. پس از خنک شدن تا دمای اتاق، محلول ها را به صورت کمی به شیشه های حجمی ۲۵ میلی لیتری منتقل کنید.

۶. تا حجم رقیق شود.

توجه: در صورت نیاز به حساسیت بیشتر، حجم نمونه نهایی را می توان تا ۱۰ میلی لیتر نگه داشت.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۷. طیف سنج را طبق توصیه های سازنده کالیبره کنید.

توجه: معمولاً از استانداردهای کالیبراسیون چند عنصری ۱،۰ میکروگرم بر میلی لیتر اسید استفاده می شود. ترکیبات چند عنصری زیر از نظر شیمیایی در ۵ درصد HNO_3 سازگار هستند:

آ. Na، In، La، Fe، Cu، Cr، Co، Cd، Ca، Be، Ba، As، Al.

ب. Sc، Zn، Y، V، Tl، Sr، Se، Pb، P، Ni، Mn، Mg، Li، K، Ag.

ج. Zr، W، Ti، Te، Sn، Sb، Mo.

۸. به ازای هر ده نمونه حداقل یک استاندارد کالیبراسیون را آنالیز کنید.

۹. بازیابی ها را حداقل با یک نمونه شاهد و دو نمونه اسپایک شده به ازای هر بیست نمونه بررسی کنید.

نمونه ها باید با آنالیت های مدنظر اسپایک شوند.

توجه: در صورت امکان، نمونه های QA/QC باید از مواد مرجع تایید شده از ماتریسی مشابه مواد نمونه برداری شده تهیه شوند. فیلترهای اسپایک شده مایع، تنها جایگزین نمونه های واقعی هستند و داده های QC بر اساس نمونه های تایید شده ارجح می باشند.

سنجش

۱۰. طیف سنج ICP-AES را روی حالت تعیین شده توسط سازنده تنظیم کنید.

۱۱. آنالیز استانداردها و نمونه ها توسط ICP-AES مطابق با توصیه های سازنده انجام شود.

توجه: اگر مقدار نمونه ها بالاتر از محدوده استاندارد است، محلول ها را رقیق کنید (مطمئن شوید که نمونه ها مطابق با ماتریس اسیدی با استانداردهای کالیبراسیون هستند)، دوباره آنالیز کنید و ضریب رقت مناسب را در محاسبات اعمال کنید.

محاسبات

۱۲. غلظت محلول نمونه، C_s ($\mu g/mL$)، و متوسط غشای درونی، C_b ($\mu g/mL$)، را از دستگاه بدست آورید.

۱۳. با استفاده از حجم محلول نمونه V_s (mL) و نمونه شاهد V_b (mL)، غلظت C (mg/m^3) هر عنصر را در حجم هوای نمونه برداری شده V (L) محاسبه کنید:

توجه: میکروگرم در لیتر تقریباً برابر mg/m^3 است.

$$C = \frac{(C_s V_s) - (C_b V_b)}{V}, mg/m^3$$

ارزیابی روش

یک بررسی بین آزمایشگاهی قبلی در مورد کپسول‌های سلولزی حاوی آئروسول (ارائه شده توسط SKC, Inc., Eighty-Four, PA) اطلاعاتی زمینه‌ای را برای توسعه این روش ارائه کرده است [۱۴]. این تحقیق داده‌هایی را برای کادمیوم، کروم، کبالت، مس، آهن، منگنز، نیکل و سرب فراهم کرده است [۱۴]. ارزیابی برای این عناصر کمی بود و مقادیر انحراف استاندارد نسبی کلی برابر با > 0.20 بود [۱۴]، که به طور مطلوبی با تنوعی معمول در آنالیز چند عنصری بین آزمایشگاهی نمونه‌های هوا قیاس شد [۱۵، ۱۶].

برای به دست آوردن داده‌های کاربردی برای عناصر دیگر، داده‌های عملکردی بین آزمایشگاهی با استفاده از کپسول‌های داخلی استات سلولز با قطر ۳۷ میلی متر متصل به فیلترهای استر سلولز مخلوط (TM Solu-sert از Zefon International، Ocala، FL) به دست آمد. غشاهای TM Solu-sert با ۳۳ عنصر در سه سطح مختلف اسپایکینگ (سطوح معرف تایید شده توسط استانداردهای با خلوص بالا، نورث چارلستون، SC)، که در جدول ۳ ذکر شده است، طبقه بندی شدند. مجموعه‌ای از نمونه‌های اسپایک شده به آزمایشگاه‌های داوطلب شرکت‌کننده منتقل شد و پس از انحلال نمونه توسط ICP-AES آنالیز شد. انواع روش‌های آماده‌سازی نمونه توسط آزمایشگاه‌ها از جمله NIOSH 7300، 7301، 7302، 7303، هضم‌ها با پلیت با استفاده از اسید نیتریک، اسید سولفوریک و پراکسید هیدروژن (NIOSH 7300)، و هضم به کمک میکروویو با استفاده از اسید نیتریک و پراکسید هیدروژن استفاده شد (NIOSH 7302 اصلاح شده). نتایج از ۹ آزمایشگاه دریافت شد. با این حال، گزارش تمام عناصر اسپایک شده توسط آزمایشگاه‌ها اعلام نشده است. نتایج نمونه فردی ممکن است در گزارش داده‌های پشتیبان [۱۷] یافت شود. محاسبات آماری با استفاده از نرم افزار SAS (نسخه ۹.۲، SAS Institute Inc., Cary, NC) انجام شد. برای هر زیر مجموعه داده، از آزمون گرابز در سطح اطمینان ۱ درصد برای شناسایی موارد پرت استفاده شد که در صورت شناسایی، قبل از محاسبات آماری بیشتر حذف شدند. هیچ تفاوت آماری معنی داری بین نتایج آزمایشگاهی برای نمونه‌های مشخصی یافت نشد. بنابراین، تمام داده‌های گزارش شده (صرف نظر از روش آماده‌سازی نمونه) در جدول ۳ و ۴ گنجانده شده است. ارزیابی‌ها کمی بودند (همانطور که در کندی و همکاران [۱۸] تعریف شد) و تنوع بین آزمایشگاهی برای اکثر عناصر و سطوح بارگیری > 0.20 بود. میانگین ارزیابی کلی زیر ۹۰ درصد فقط برای Cr، K و W در سطوح اسپایک شده کم و برای Ag در سطوح اسپایک شده متوسط و بالا و برای In در سطح اسپایک شده بالا یافت شد. مقادیر $RSD > 0.20$ فقط برای Sn در سطح اسپایک شده پایین، Ag در سطوح اسپایک شده متوسط و بالا، و In و K در همه سطوح یافت شد. نتایج مربوط به دقت، انحراف و صحت در جدول ۴ خلاصه شده است.

قرار دادن کپسول داخلی با برآمدگی بالا و گنبدی شکل در مخازن هضم نمونه استاندارد دشوار است. یکی از راه‌های رسیدن به این هدف این است که نمونه‌گیرها را با کمی خم کردن به داخل (با استفاده از فورسپس‌های پوشش داده‌شده) در مخازن قرار دهید و آنها را به پایین ظرف فشار دهید تا مطمئن شوید که با اسیدهای هضم پوشانده شده‌اند. باید مراقب بود که نمونه در این فرآیند گم نشود. راهنمای اضافی از سازنده غشای داخلی در دسترس است [۱۹].

در حالی که هیچ تفاوت آماری معنی داری بر اساس آماده‌سازی نمونه یافت نشد، توجه به این نکته مهم است که تغییرات بین آزمایشگاهی در آن محاسبات گنجانده شده است. برخی از تفاوت‌ها در روش‌های آماده‌سازی نمونه ممکن است بدون این تنوع از نظر آماری معنی دار باشد. ارزیابی کمتر از کمی برای Sn، Sb و Ti با استفاده از NIOSH 7300 از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. اگرچه این روش چندین گزینه را برای آماده‌سازی نمونه فهرست می‌کند، ضروری است که مناسب بودن روش آماده‌سازی نمونه خاص برای آنالیت‌های مد نظر در نظر گرفته شود.

سطوح قابل ملاحظه (< 0.5 میکروگرم) زمینه نمونه توسط ارائه دهنده رسمی مواد مرجع (CRM) و/یا آزمایشگاه‌های شرکت کننده برای چندین عنصر، به ویژه Al، Ca، Cr، Fe، In، K، Mg، P، Sb، Se و Tl، گزارش شده است. سطوح اثر زمینه‌ای چند عنصر دیگر، به عنوان مثال، Ba، Cu و Zn نیز به دست آمد. این سطوح به طور مؤثری چنانکه با ارزیابی‌های کمی به دست آمده برای اکثریت قریب به اتفاق عناصر و سطوح بارگذاری مشهود است تصحیح شد. جایی که سطح زمینه‌ای ممکن است تأثیر بیشتری داشته باشد در محاسبه روش LOD است. روش LOD (محاسبه شده با استفاده از انحراف استاندارد نمونه‌های شاهد) برای نمونه‌های کپسول داخلی بیشتر از مواردی بود که برای فیلترهای MCE که به تنهایی برای بسیاری از عناصر به کار رفته بود، محاسبه شده بود [۱۷]. باید در انتخاب محیط مناسب در هماهنگی با غلظت نمونه مورد انتظار دقت شود.

منابع

- [1] ACGIH [2014]. TLVs and BEIs based on the documentation of the Threshold Limit Values for chemical substances and physical agents and biological exposure indices. Cincinnati, Ohio: American Conference of Governmental Industrial Hygienists [www.acgih.org]. Date accessed May 2015.
- [2] Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung [2013]. GESTIS database on hazardous substances (German Social Accident Insurance). Sankt Augustin, FRG: [http://www.dguv.de/ifa/GESTIS]. Date accessed May 2015.
- [3] Dean JA [1995]. Atomic spectroscopy. In: Analytical Chemistry Handbook; Section 7. New York, NY: McGraw-Hill.
- [4] Montaser A, Golightly DW, eds. [1992]. Inductively coupled plasmas in analytical atomic spectrometry. 2nd ed. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, Inc.
- [5] Ashley K, Harper M [2013]. Closed-face filter cassette (CFC) sampling – Guidance on procedures for inclusion of material adhering to internal sampler surfaces. J Occup Environ Hyg 10:D29-D33.
- [6] NIOSH [1994]. Elements by ICP (Nitric/Perchloric Acid Ashing): Method 7300. In: Schlecht PC, O'Connor PF, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- [7] NIOSH [1994]. Elements by ICP: Method 7301. In: Schlecht PC, O'Connor PF, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- [8] NIOSH [2014]. Elements by ICP (Microwave Digestion): Method 7302. In: Ashley K, O'Connor PF, eds. NIOSH manual of analytical methods. 5th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 2014-151 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- [9] NIOSH [1994]. Elements by ICP (Hot Block/HCl/HNO₃ Digestion): Method 7303. In: Schlecht PC, O'Connor PF, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/].
- [10] OSHA [2002]. Metal and metalloid particulates in workplace atmospheres (ICP analysis). In: OSHA Sampling and Analytical Methods. Sandy, UT: Occupational Safety and Health Administration.
- [11] ASTM International [2010]. ASTM D7035, Standard test method for the determination of metals and metalloids in workplace air by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- [12] ISO [2011]. ISO 15202, Workplace air – Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (3 parts). Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization.
- [13] ASTM [2011]. ASTM D1193, Standard specification for reagent water. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- [14] Harper M, Ashley K [2013]. Acid-soluble internal capsules for closed-face cassette elemental sampling and analysis of workplace air. J Occup Environ Hyg 10:297-306.
- [15] Ashley K, Shulman SA, Brisson MJ, Howe AM [2012]. Interlaboratory evaluation of trace element determination in workplace air samples by inductively coupled plasma mass spectrometry. J Environ Monit 14:360-367.
- [16] Stacey P, Butler OT [2008]. Performance of laboratories analysing welding fume on filter samples – Results from the WASP Proficiency Testing Scheme. Ann Occup Hyg 52:287-295.
- [17] Ashley K, Andrews RN, Feng HA [2014]. Elements by cellulosic internal sampler and ICP-AES, NIOSH 7306, Backup Data Report. Cincinnati, OH, Unpublished.
- [18] NIOSH [1995]. Guidelines for air sampling and analytical method development and evaluation. By Kennedy ER, Fischbach TJ, Song R, Eller PM, Shulman SA. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 95-117.
- [19] Zefon International. Operating instructions Solu-Sert™ soluble filter capsule. Ocala, FL: Zefon International. [https://www.zefon.com/Content/Products/SamplingMedia/Solu-Sert_IFU.pdf] Date accessed: May 2015.
- [20] NIOSH [1994]. Measurement uncertainty and NIOSH method accuracy: Chapter P. In: Schlecht PC, O'Connor PF, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and

Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113 [www.cdc.gov/niosh/nmam/]. gov/niosh/npg].
[21] Lide DR [2014]. Handbook of Chemistry and Physics, 94th ed. Boca Raton: FL, CRC Press
[22] NIOSH [2005]. NIOSH pocket guide to chemical hazards. Barsan ME, ed. Cincinnati, OH: US Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 2005-149. [www.cdc.

نویسنده روش:

Kevin Ashley, Ph.D., Ronnee N. Andrews, Ph.D., and H. Amy Feng, NIOSH/DART.

رفع مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

جدول ۱. خواص و حجم نمونه [۲۱]

Element (Symbol)	Atomic Weight (AW)	MP, °C	Volume, L @ OSHA PEL ^A	
			MIN ^B	MAX ^C
Silver (Ag)	107.87	961	6	>2000 ^D
Aluminum (Al)	26.98	660	<1	330
Arsenic (As)	74.92	817	32	>2000
Barium (Ba)	137.34	727	3	>2000
Beryllium (Be)	9.01	1287	10	>2000
Calcium (Ca)	40.08	842	--	--
Cadmium (Cd)	112.41	321	3	>2000
Cobalt (Co)	58.93	1495	<1	>2000
Chromium (Cr)	52.00	1907	1	>2000
Copper (Cu)	63.54	1083	<1	>2000
Iron (Fe)	55.85	1538	2	500
Indium (In)	114.82	156	8	>2000
Potassium (K)	39.10	64	--	--
Lanthanum (La)	138.91	920	--	--
Lithium (Li)	6.94	181	--	--
Magnesium (Mg)	24.31	651	<1	330
Manganese (Mn)	54.94	1246	<1	1000
Molybdenum (Mo)	95.94	2623	<1	330
Nickel (Ni)	58.71	1455	2	>2000
Phosphorus (P)	30.97	44	9	>2000
Lead (Pb)	207.19	328	4	>2000
Antimony (Sb)	121.75	631	1	>2000
Selenium (Se)	78.96	221	2	>2000
Tin (Sn)	118.69	232	<1	>2000
Strontium (Sr)	87.62	777	--	--
Tellurium (Te)	127.60	450	7	>2000
Titanium (Ti)	47.87	1668	--	--
Thallium (Tl)	204.37	304	1	>2000
Vanadium (V)	50.94	1910	--	--
Tungsten (W)	183.85	3422	--	--
Yttrium (Y)	88.91	1522	<1	>2000
Zinc (Zn)	65.37	419	--	--
Zirconium (Zr)	91.22	1855	<1	1000

A. حدود مجاز مواجهه مندرج در جدول ۲.

B. حداقل، با استفاده از محدودیت های کمی روش، پس از آماده سازی نمونه براساس NIOSH 7302 محاسبه شد.

C. حداکثر با استفاده از ۵ میلی گرم نمونه جمع آوری شده محاسبه شد.

D. نشان می دهد که حداکثر حجم محاسبه شده بیشتر از حجم جمع آوری شده در حداکثر دبی (۴ لیتر در دقیقه) روش برای یک شیفت ۸ ساعته است.

جدول ۲. حدود مجاز مواجهه، CAS#، RTECS [۲۲]

Element (Symbol)	CAS #	RTECS #	Exposure Limits	
			OSHA PEL (mg/m ³)	NIOSH REL (mg/m ³)
Silver (Ag)	7440-22-4	VW3500000	0.01 (dust, fume, metal)	0.01 (metal, soluble)
Aluminum (Al)	7429-90-5	BD0330000	15 (total dust) 5 (respirable)	10 (total dust) 5 (respirable fume) 2 (soluble)
Arsenic (As)	7440-38-2	CG0525000	0.010	C ^E 0.002 (15 min), Ca ^F 0.5
Barium (Ba)	7440-39-3	CQ8370000	0.5	
Beryllium (Be)	7440-41-7	DS1750000	0.002, C 0.005	C 0.0005, Ca
Calcium (Ca)	7440-70-2	--	--	--
Cadmium (Cd)	7440-43-9	EU9800000	0.005	lowest feasible, Ca
Cobalt (Co)	7440-48-4	GF8750000	0.1 (dust, fume)	0.05 (dust, fume)
Chromium (Cr)	7440-47-3	GB4200000	1 (metals, insoluble salts) 0.5 (Cr II & Cr III)	0.5
Copper (Cu)	7440-50-8	GL5325000	1 (dust, mists) 0.1 (fume)	1 (dust, mists) 0.1 (fume)
Iron (Fe)	7439-89-6	NO4565500	10 (fume) as oxide	5 (dust, fume) oxide as Fe
Indium (In)	7440-74-6	NL1050000	0.1	0.1
Potassium (K)	7440-09-7	TS6460000	--	--
Lanthanum	7439-91-0	--	--	--
Lithium (Li)	7439-93-2	OJ5540000	--	--
Magnesium (Mg)	7439-95-4	OM2100000	15 (dust) as oxide	--
Manganese (Mn)	7439-96-5	OO9275000	C 5	C 1; STEL ^G 3
Molybdenum (Mo)	7439-98-7	QA4680000	5 (soluble) 15 (total insoluble dust)	--
Nickel (Ni)	7440-02-0	QR5950000	1	0.015, Ca
Phosphorus (P)	7723-14-0	TH3500000	0.1	0.1
Lead (Pb)	7439-92-1	OF7525000	0.05	0.05
Antimony (Sb)	7440-36-0	CC4025000	0.5	0.5
Selenium (Se)	7782-49-2	VS7700000	0.2	0.2
Tin (Sn)	7440-31-5	XP7320000	2	2
Strontium (Sr)	7440-24-6	WK7700000	--	--
Tellurium (Te)	13494-80-9	WY2625000	0.1	0.1
Titanium (Ti)	7440-32-6	XR1700000	15 as dioxide	Ca as the oxide
Thallium (Tl)	7440-28-0	XG3425000	0.1 (skin) (soluble)	0.1 (skin) (soluble)
Vanadium (V)	7440-62-2	YW1355000	C 0.5 (respirable) as pentoxide	C 0.05 as pentoxide
Tungsten (W)	7440-33-7	YO7175000	--	5; STEL 10
Yttrium (Y)	7440-65-5	ZG2980000	1	1
Zinc (Zn)	7440-66-6	ZG8600000	5 (fume, respirable dust) as oxide 15 (total dust) as oxide	5 (dust, fume) as oxide C 15 (dust) as oxide STEL 10 (fume) as oxide
Zirconium (Zr)	7440-67-7	ZH7070000	5	5; STEL 10

E. C: سقف

F. Ca: سرطان زا

G. STEL: حد مواجهه کوتاه مدت

جدول ۳. طول موج های اندازه گیری (λ)، حدود تشخیص (LOD) و داده های بازیابی از نتایج بین آزمایشگاهی

Element	Wavelength ^H (λ), nm	LOD ^I (ug/sample)	Low Level (ug/sample)	% Recovery (%RSD; N ^J)	Medium level (ug/ sample)	% Recovery (%RSD; N ^J)	High Level (ug/ sample)	% Recovery (%RSD; N ^J)
Ag	328.068	0.020	5.0	93.2 (17; 7)	10.1	83.5 (26; 7)	20.1	68.2 (52; 7)
Al	396.152	0.38	10.6	95.7 (6.1; 7)	30.9	95.7 (3.1; 7)	60.8	96.2 (2.4; 7)
As	189.042	0.099	5.0	99.4 (7.3; 7)	20.2	103 (5.3; 8)	40.1	102 (5.8; 8)
Ba	455.404	0.55	2.21	97.0 (8.4; 8)	7.3	96.9 (2.5; 7 ^K)	15.2	99.9 (5.0; 8)
Be	313.042	0.0064	2.01	101 (4.4; 9)	7.0	101 (6.8; 9)	14.9	100 (5.1; 9)
Ca	315.887	3.9	114	95.8 (16; 8)	165	97.4 (15; 8)	215	95.8 (13; 8)
Cd	226.502	0.0052	2.01	101 (3.6; 9)	7.0	101 (4.0; 9)	14.9	102 (1.9; 8)
Co	228.616	0.0090	2.01	103 (6.8; 9)	7.0	102 (5.7; 9)	14.9	102 (5.8; 9)
Cr	267.716	0.28	2.91	80.2 (16; 8)	7.9	96.3 (7.2; 9)	15.8	97.2 (3.5; 9)
Cu	324.754	0.15	3.16	100 (4.5; 8 ^K)	15.1	101 (4.0; 9)	29.9	100 (3.2; 9)
Fe	259.941	5.3	21.3	107 (15; 9)	41.0	104 (5.5; 9)	80.5	103 (5.4; 9)
In	230.606	0.26	5.0	92.1 (33; 5)	14.9	90.8 (27; 5 ^K)	39.7	86.2 (32; 5)
K	766.491	0.70	10.6	89.0 (36; 5)	15.7	98.0 (24; 6)	20.7	106 (20; 6)
La	408.672	0.026	3.01	101 (8.1; 4)	10.1	102 (7.2; 4)	20.1	99.9 (7.9; 4)
Li	670.780	0.010	2.01	93.0 (8.5; 7)	7.0	94.9 (7.0; 7)	14.9	98.6 (5.2; 7)
Mg	279.079	1.1	12.7	93.9 (16; 7)	27.9	98.7 (9.1; 7)	103	101 (7.2; 7)
Mn	294.921	0.031	2.01	99.8 (7.6; 9)	7.0	100 (6.1; 9)	14.9	100 (5.7; 9)
Mo	202.095	0.021	2.01	101 (6.2; 9)	7.1	102 (4.8; 9)	15.0	102 (5.2; 9)
Ni	231.604	0.56	2.01	108 (9.6; 9)	7.0	104 (7.4; 9)	14.9	103 (7.0; 9)
P	178.287	0.27	10.1	104 (9.0; 5)	24.9	103 (8.9; 6)	99	102 (1.7; 5 ^K)
Pb	220.353	0.062	10.0	101 (6.2; 9)	25.2	100 (5.3; 9)	100	100 (7.3; 9)
Sb	206.833	0.11	5.0	99.1 (6.7; 8)	25.1	99.0 (5.7; 9)	40.2	100 (3.6; 8 ^K)
Se	196.090	0.14	3.0	112 (15; 6)	15.1	109 (8.7; 8)	30.1	104 (10; 8)
Sn	189.991	0.065	2.01	98.7 (26; 4)	7.0	96.9 (18; 6)	14.9	103 (5.0; 5 ^K)
Sr	407.771	0.014	2.01	100 (1.9; 6 ^K)	7.1	102 (7.5; 7)	15.0	101 (6.1; 7)
Te	214.281	0.22	3.0	104 (18; 5)	12.6	103 (7.7; 5)	20.1	101 (12; 5)
Ti	334.941	0.042	2.01	105 (5.7; 7)	7.0	101 (10; 7)	14.9	103 (3.4; 6 ^K)
Tl	190.864	0.046	3.0	102 (7.1; 6)	10.1	99.6 (5.8; 7)	20.1	98.3 (7.5; 7)
V	311.071	0.0091	3.02	101 (5.7; 9)	7.0	102 (6.2; 9)	14.9	102 (5.8; 9)
W	207.911	0.055	10.1	83.0 (12; 5)	25.1	97.6 (12; 5)	40.2	96.4 (16; 5)
Y	371.030	0.0039	2.01	101 (3.8; 5)	7.1	102 (5.9; 5)	15.0	101 (4.8; 5)
Zn	213.856	0.69	5.2	101 (6.0; 9)	25.1	101 (4.9; 9)	59.7	101 (4.8; 9)
Zr	339.198	0.0099	2.01	101 (6.2; 5)	7.0	99.5 (9.2; 6)	14.9	93.1 (19; 6)

H. طول موج معمولاً استفاده می شود. طول موج مناسب برای تنظیمات ابزار خود را انتخاب کنید [۳،۴]

I. مقادیر LOD با استفاده از پاسخ های ۷ مدیای شاهد، تهیه شده براساس آماده سازی نمونه مایکروویو در NIOSH 7302، محاسبه شده است.

J. میانگین بازیابی و انحراف استاندارد نسبی برای N = تعداد آزمایشگاههایی که نتایج را برای هر عنصر گزارش می کنند

K. عدم شمول داده های پرت (آزمون گرابز)

جدول ۴. داده‌های گستره، تورش، دقت (و دقت کل) و صحت، بدست‌آمده از نتایج بین آزمایشگاهی

Element	n ^L	Range, ug/sample	Bias	$\bar{S}_r^M$	$\hat{S}_{rT}^N$	Accuracy (%)
Ag	21	5.0 to 20.1	-0.184	0.041	0.065	29.0
Al	21	10.6 to 60.8	-0.0414	0.006	0.050	12.4
As	23	5.0 to 40.1	0.0141	0.016	0.052	10.7
Ba	23	2.21 to 15.2	-0.0206	0.036	0.062	12.8
Be	27	2.01 to 14.9	0.00536	0.025	0.056	11.0
Ca	24	114 to 215	-0.0367	0.001	0.050	11.9
Cd	26	2.01 to 14.9	0.0133	0.022	0.055	11.1
Co	27	2.01 to 14.9	0.0238	0.036	0.062	12.9
Cr	26	2.91 to 15.8	-0.0281	0.046	0.068	14.4
Cu	26	3.16 to 29.9	0.00347	0.017	0.053	10.4
Fe	27	21.3 to 80.5	0.0476	0.011	0.051	13.2
In	15	5.0 to 39.7	-0.103	0.056	0.075	22.6
K	17	10.6 to 20.7	-0.0239	0.029	0.058	12.3
La	12	3.01 to 20.1	0.0119	0.025	0.056	11.2
Li	21	2.01 to 14.9	-0.0447	0.039	0.064	14.9
Mg	21	12.7 to 103	-0.0219	0.012	0.051	10.9
Mn	27	2.01 to 14.9	0.00127	0.039	0.063	12.4
Mo	27	2.01 to 15.0	0.0169	0.032	0.060	12.1
Ni	27	2.01 to 14.9	0.0498	0.055	0.074	17.2
P	16	10.1 to 99	0.0310	0.010	0.051	11.5
Pb	27	10.0 to 100	0.00439	0.006	0.050	9.9
Sb	25	5.0 to 40.2	-0.00631	0.013	0.052	10.2
Se	22	3.0 to 30.1	0.0864	0.055	0.075	20.9
Sn	15	2.01 to 14.9	-0.00541	0.117	0.128	25.0
Sr	20	2.01 to 15.0	0.00930	0.011	0.051	10.2
Te	15	3.0 to 20.1	0.0256	0.063	0.081	16.6
Ti	20	2.01 to 14.9	0.0305	0.032	0.059	13.1
Tl	20	3.0 to 20.1	0.00128	0.030	0.058	11.4
V	27	3.02 to 14.9	0.0143	0.020	0.054	10.9
W	15	10.1 to 40.2	-0.0240	0.010	0.051	11.0
Y	15	2.01 to 15.0	0.00971	0.020	0.054	10.7
Zn	27	5.2 to 59.7	0.00873	0.013	0.052	10.3
Zr	17	2.01 to 14.9	-0.0206	0.033	0.060	12.4

L. n = تعداد کل نتایج گزارش شده برای هر عنصر توسط حداکثر ۹ آزمایشگاه شرکت کننده منهای نقاط پرت (آزمون گرابز، سطح اطمینان ۱ درصد)

M. $\bar{S}_r$ = دقت [۱۷]

N. $\hat{S}_{rT}$ = دقت کل = $\sqrt{\bar{S}_r^2 + (0.05)^2}$ همان دقت کل تعریف شده در [۱۸، ۲۰]

	شماره روش: ۷۴۰۰ تاریخ انتشار: ۱۴۰۶-۲۰-۱۹	آزبست و سایر الیاف توسط PCM ASBESTOS and OTHER FIBERS by PCM
جدول ۳: CAS RTECS: مختلف		فرمول شیمیایی: مختلف وزن مولکولی: مختلف
اسامی مترادف: اکتینولیت یا فرواکتینولیت؛ آموزیت؛ آنتوفیلیت؛ کریزوتیل؛ کروسیدولیت؛ ترمولیت؛ آزبست آمفیبول؛ الیاف سرامیکی نسوز؛ شیشه فیبری ویژگی ها: جامد، فیبری، کریستالی، ناهمسان نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز مواجهه OSHA: ۰/۱ فیبر آزبست (بیش از ۵ میکرومتر طول و $\leq 3:1$ نسبت ظاهری)/اسی سی. ۱ فیبر/اسی سی، زمان ۳۰ دقیقه ای؛ سرطان زا NIOSH: ۰/۱ فیبر (بیش از ۵ میکرومتر طول و $\leq 3:1$ نسبت ظاهری)/اسی سی، برای نمونه ۴۰۰ لیتری. سرطان زا MSHA: OSHA همانند		
سنجش روش سنجش: میکروسکوپ نوری، کنتراست فازی ترکیبات آنالیت: الیاف (شمارش دستی) آماده سازی نمونه: آماده سازی فیلتر توسط استون یا دی متیل فرمامید (DMF)/اسید استیک و به دنبال آن تری استین یا محیط پایه گذاری Euparal [۲-۴] قواعد شمارش: در نسخه قبلی این روش به عنوان قواعد "A" شرح شده است [۱،۵] تجهیزات: ۱. میکروسکوپ کنتراست فاز مثبت. ۲. گراتیکول (میدان دید ۱۰۰ میکرومتری). ۳. اسلاید آزمایشی تغییر فاز کالیبراسیون: لام آزمایشی تغییر فاز گستره: ۱۰۰ تا ۱۳۰۰ الیاف/میلی متر مربع سطح فیلتر حد تشخیص (LOD): ۷ فیبر/میلی متر مربع سطح فیلتر دقت ($\bar{S}_r$): ۰/۱۰ تا ۰/۱۲ [۱]؛ به ارزیابی روش مراجعه کنید.	نمونه برداری نمونه بردار: فیلتر، غشایی استر سلولز مخلوط ۰/۴۵ تا ۱/۲ میکرومتری، ۲۵ میلی متری؛ کلاهک رسانا روی کاست دبی: ۰/۵ تا ۱۶ لیتر در دقیقه حداقل حجم نمونه: ۴۰۰ لیتر - ۰/۱ فیبر/اسی سی حداکثر حجم نمونه: (مرحله چهارم، نمونه برداری) * به نحوی تنظیم کنید که ۱۰۰ تا ۱۳۰۰ فیبر/میلی متر مربع بدهد روش انتقال نمونه: عادی (برای کاهش شوک الکتریکی مکانیکی و ساکن بسته بندی شود.) (مرحله ۶، نمونه برداری) پایداری نمونه: پایدار نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد میدانی در هر مجموعه	

احتیاط‌های ویژه در طول فعالیت‌های نمونه برداری و آنالیز، از حفاظت فردی مناسب استفاده کنید. استفاده از دستکش مناسب، محافظ چشم، روپوش آزمایشگاهی و غیره هنگام کار با مواد شیمیایی ضروری است. استون در مواجهه‌های زیاد، سمی است و بسیار قابل اشتعال است. اقدامات احتیاطی را انجام دهید تا آتش نگیرد. گرم کردن استون در حجم‌های بیشتر از ۱ میلی لیتر باید در یک هود آزمایشگاهی دارای تهویه با استفاده از منبع حرارتی بدون شعله و بدون جرقه انجام شود. DMF هنگام استنشاق سمی است. گرم کردن در یک اجاق خشک کن یا صفحه گرم کننده واقع در هود خروجی دود عامل، مواجهه احتمالی را کاهش می‌دهد. DMF همچنین از طریق جذب از طریق پوست سمی است.	صحت محدوده مطالعه: ۸۰ تا ۱۰۰ فیبر شمارش شده بایاس: به ارزیابی روش مراجعه کنید. دقت کلی (S_{RT}): ۰/۱۵ تا ۰/۱۳ [۱] صحت: به ارزیابی روش مراجعه کنید.
کاربرد محدوده کاری کمی ۰/۰۴ تا ۰/۵ فیبر در سی سی برای یک نمونه هوای ۱۰۰۰ لیتری است. LOD به حجم نمونه و مقدار گرد و غبار مداخله گر بستگی دارد و اگر مداخله وجود نداشته باشد، کمتر از ۰/۰۱ فیبر در سی سی است. این روش شاخصی از الیاف هوابرد را نشان می‌دهد. این روش را می‌توان همراه با میکروسکوپ الکترونی (به عنوان مثال، روش ۷۴۰۲) برای کمک به شناسایی الیاف استفاده کرد. برای الیاف با قطر بیش از ۱ میکرومتر، میکروسکوپ نوری پلاریزه (مانند روش NIOSH 7403) ممکن است برای شناسایی و حذف الیاف غیر کریستالی مداخله گر استفاده شود [۶]. الیاف آزبست نازکتر از قطر حدود ۰/۱۵-۰/۰۵ میکرومتر، بسته به نوع آزبست، با این روش شناسایی نمی‌شوند [۷-۱۰]. این روش ممکن است برای سایر مواد با قوانین شمارش متناوب استفاده شود.	
مداخله‌گرها اگر این روش برای تشخیص نوع خاصی از فیبر استفاده شود، هر فیبر دیگری ممکن است تداخل داشته باشد زیرا تمام ذرات واجد معیارهای شمارش، شمارش می‌شوند. ذرات زنجیره‌مانند ممکن است فیبری به نظر برسند. سطوح بالای ذرات غبار غیر فیبری ممکن است الیاف را در میدان دید پنهان کرده و حد تشخیص را افزایش دهند.	
روش‌های دیگر این بازبینی جایگزین روش ۷۴۰۰، شماره ۲ (تاریخ ۱۹۹۴/۰۸/۱۵) می‌شود.	
تجهیزات ۱. نمونه بردار: پایش میدانی، کاست ۲۵ میلی‌متری، ۳ تکه با کلاهک اضافی رسانای الکتریکی ۵۰ میلی‌متری و فیلتر ترکیبی استر سلولزی (MCE)، اندازه منافذ ۰/۴۵ تا ۱/۲ میکرومتر، و لایه پشتیبان. توجه ۱: فیلترهای نماینده را برای فیبر پس زمینه قبل از استفاده برای بررسی وضوح و پس زمینه آنالیز کنید. اگر میانگین ≤ 5 فیبر در هر ۱۰۰ میدان گراتیکول است، این گروه فیلترها را دور بریزید. این فیلترها به عنوان نمونه‌های شاهد آزمایشگاهی تعریف می‌شوند. بررسی‌های تضمین کیفیت ارائه شده توسط سازنده روی فیلترهای شاهد تا زمانی که نمونه‌های شاهد میدانی به شرح زیر آنالیز شوند، معمولاً کافی است.	مواد شیمیایی مصرفی ۱. استون*، درجه معرف. توجه: دی متیل فرمامید (DMF)*، درجه معرف/اسید استیک یخی می‌تواند به عنوان یک ماده پاک‌کننده فیلتر جایگزین استفاده شود. ۲. تری استین (گلیسرول تری استات)، درجه معرف. توجه: Euparal (بلاسان مصنوعی کانادا) می‌تواند به عنوان یک مدیا پایه جایگزین استفاده شود. * به احتیاط‌های ویژه مراجعه کنید.

توجه ۲: کلاhek اضافی، رسانای الکتریکی اثرات الکترواستاتیکی را کاهش می دهد [۱۱]. در صورت امکان در حین نمونه برداری برای کلاhek اتصال به زمین برقرار کنید.

توجه ۳: فیلترهای با اندازه منافذ $0.8/\mu$ میکرومتر معمولاً برای نمونه برداری فردی استفاده می شوند. با این حال، فیلترهای $0.45/\mu$ میکرومتری برای نمونه برداری هنگام انجام آنالیز TEM روی نمونه های یکسان توصیه می شود. پمپ های نمونه برداری فردی را قبل از استفاده با فیلترهای $0.45/\mu$ میکرومتری بررسی کنید تا مطمئن شوید که می توانند در افت فشار بالاتر کار کنند. کالیبراسیون را با همان نوع فیلتری که برای نمونه برداری استفاده می شود انجام دهید.

۲. پمپ نمونه برداری، با مکش با نیروی باتری یا اتصال مستقیم، با ظرفیت کافی برای برآوردن الزامات میزان دبی و برای پمپ های نمونه برداری فردی، مطابق با استاندارد ISO [12]، با لوله اتصال قابل انعطاف.

توجه: برای میزان دبی به مرحله ۴ در بخش نمونه برداری مراجعه کنید.

۳. سیم، چند رشته ای، ۲۲ گیج؛ بست لوله ۱ اینچی برای اتصال سیم به کاست برای اتصال به زمین، در صورت نیاز.

۴. نوارچسب، نوارهای سلولزی کوچک یا چسبنده.

۵. لام ها، شیشه ای، از قبل تمیز شده، 75×25 میلی متری.

۶. کاغذ (ورقه) های پوششی، 22×22 میلی متری، شماره ۱ $1/2$ ، مگر اینکه توسط سازنده میکروسکوپ تعیین شده باشد.

۷. کاغذ (ورقه) های پوششی، مانند بالا، با یک شبکه منقوش قابل جابجایی، در صورت لزوم برای تضمین کیفیت یا اهداف آموزشی.

۸. لاک یا لاک ناخن.

۹. چاقو، تیغه فولادی جراحی شماره ۱۰، تیغه خمیده یا قیچی.

۱۰. انبرک (موچین).

۱۱. سیستم تبخیر فلاش برای پاکسازی فیلترها روی لام های شیشه ای با استفاده از استون. (به مرجع [۱۱] برای مشخصات رجوع کنید یا دستورالعمل های سازنده برای دستگاه های معادل را ببینید). در صورت استفاده از DMF/اسید استیک یخ زده از یک آون خشک کن یا صفحه گرم کننده واقع در کابین دود (فیوم) استفاده کنید.

۱۲. میکروپیپت یا میکروسرنج، ۵ میکرولیتر و ۱۰۰ تا ۵۰۰ میکرولیتر.

۱۳. میکروسکوپ، کنتراست فاز مثبت (تاریک)، با فیلتر سبز یا آبی، عنبیه میدانی قابل تنظیم، چشمی ۸ تا ۱۰ برابر و لنز شیئی فازی ۴۰ برابر تا ۴۵ برابر (بزرگنمایی کل حدود ۴۰۰ برابر). دیافراگم (روزنه) عددی (NA) = 0.65 تا 0.75 .

۱۴. گراتیکول، نوع والتون-بکت (نوع ۲۲G و ۲۴G برای قواعد شمارش مختلف در پیوست C بهینه سازی شده اند.) با میدان دایره ای با قطر پیش بینی شده ۱۰۰ میکرومتر (مساحت = ۰/۰۷۸۵ میلی متر مربع) در صفحه نمونه. در مواردی که عملکرد مشابهی نشان داده شده است، می توان از گراتیکول های جایگزین استفاده کرد؛ به عنوان مثال، گراتیکول RIB. <u>توجه:</u> گراتیکول به صورت سفارشی برای هر میکروسکوپ ساخته شده است. برای فرآیند ساخت سفارشی به پیوست A مراجعه کنید. ۱۵. لام آزمایش کنتراست فاز. لام با توده هایی از خطوط خط کشی شده قابل مشاهده که در آن حداقل یک توده از خطوط تحت شرایط تنظیم میکروسکوپ شرح داده شده در ذیل بعنوان غیرقابل مشاهده دارای گواهی است. ۱۶. تلسکوپ، تمرکز حلقه فاز چشمی. ۱۷. ریزسنج صفحه (تقسیمات ۰/۰۱ میلی متر).	
--	--

نمونه برداری

۱. هر پمپ نمونه برداری فردی را با یک نمونه بردار در مدار کالیبره کنید. از یک فلومتر که کالیبراسیون آن بر اساس استانداردهای ملی یا بین المللی قابل ردیابی است، استفاده کنید.

توجه: برای بحث در مورد نمونه برداری، به فصل های راهنمای NMAM مراجعه کنید.

۲. مجموعه کاست ها باید برای اطمینان از عدم احتمال جدا شدن آنها در طول نمونه برداری تست شوند (این تست می تواند توسط سازنده انجام شود). یک فشار ممکن است برای اطمینان از اتصال محکم مفید باشد، اما نباید باعث بریده شدن فیلتر شود. برای کاهش آلودگی، چین بین پایه کاست و کلاهک را با یک نوار کوچک یا نوار چسب رنگ روشن ببندید. کاست های از پیش مونتاژ شده تجاری ممکن است قبلاً دارای مهر و موم نواری باشند. برای نمونه برداری فردی، کاست روباز بدون درپوش را به یقه کارگر ببندید. طرف باز باید به سمت پایین باشد.

توجه: در طول نمونه برداری میدانی، در صورت امکان، به ویژه در شرایط رطوبت نسبی کم، ارت برقی کلاهک به شدت توصیه می شود. از یک گیره شلنگ برای محکم کردن یک سر سیم (تجهیزات، مورد ۳) به کلاهک پایش استفاده کنید. سر دیگر را به یک اتصال زمین (مثلاً لوله آب سرد) وصل کنید. مشخص است که شرایط همیشه اجازه انجام این روش را نمی دهد.

۳. حداقل دو نمونه شاهد (یا ۱۰ درصد از کل نمونه ها، هر کدام بیشتر است) برای هر مجموعه از نمونه ها ارسال کنید. نمونه های شاهد را به گونه ای مدیریت کنید که نشان دهنده کارکرد واقعی نمونه های مرتبط در مجموعه باشد. کاست های نمونه شاهد را همزمان با سایر کاست ها، درست قبل از نمونه برداری، باز کنید. درپوش ها و کاست های بالایی را در یک مکان تمیز (مانند یک کیسه یا جعبه بسته) با درپوش های بالایی کاست های نمونه برداری در طول دوره نمونه برداری نگهداری کنید.

۴. نمونه برداری را با دبی ۰/۵ لیتر در دقیقه یا بیشتر انجام دهید [۱۳]. میزان دبی نمونه برداری، Q [L/min]، و زمان، t (دقیقه)، را برای ایجاد چگالی فیبر، E ، بین ۱۰۰ تا ۱۳۰۰ فیبر در میلی متر مربع ($۳/۸۵ \times ۱۰^۴$ تا ۵×۱۰^۵ فیبر در هر فیلتر ۲۵ میلی متری با سطح جمع آوری موثر $A_c = 385 \text{ mm}^2$) برای شمارش بهینه، تنظیم کنید. این متغیرها مربوط به غلظت الیاف در هوا، L (الیاف / سی سی)، آئروسول فیبری نمونه برداری شده توسط فرمول ذیل هستند:

$$t = \frac{A_c * E}{Q * L * 10^3}$$

توجه ۱: هدف از تنظیم زمان های نمونه برداری، به دست آوردن بارگذاری فیبر بهینه روی فیلتر است. به نظر نمی رسد راندمان جمع آوری تابعی از میزان دبی در محدوده ۰/۵ تا ۱۶ لیتر در دقیقه برای الیاف آریست باشد [۱۴]. با این حال، راندمان شمارش تابعی از بارگذاری فیلتر است، که بارهای کمتر معمولاً منجر به غلظت های متناسب بالاتر می شود [۱۴-۱۶]. میزان نمونه برداری ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه برای ۸ ساعت

در اتمسفرهای حاوی حدود ۰/۱ فیبر در سی سی در غیاب مقادیر قابل توجهی گردوغبار غیرآزبستی مناسب می باشد. اتمسفرهای غبارآلود به حجم های نمونه کمتری (≥ 400 L) برای به دست آوردن نمونه های قابل شمارش نیاز دارند. در چنین مواردی نمونه های کوتاه و متوالی بگیرید و نتایج را در کل زمان جمع آوری میانگین بگیرید. برای ثبت مواجهات گاه به گاه، از میزان دبی بالا (۷ تا ۱۶ لیتر در دقیقه) در زمان های نمونه برداری کوتاه تر استفاده کنید. در اتمسفرهای نسبتاً تمیز، جایی که غلظت فیبر مورد نظر بسیار کمتر از ۰/۱ فیبر در سی سی است، از حجم های نمونه بزرگتر (۳۰۰۰ تا ۱۰۰۰۰ لیتر) برای دستیابی به بارهای قابل اندازه گیری استفاده کنید. با این حال مراقب باشید که فیلتر را با گردوغبار پس زمینه بیش از حد بارگذاری نکنید. اگر ≤ 50 درصد سطح فیلتر با ذرات پوشیده شده باشد، فیلتر ممکن است برای شمارش بسیار بیش از حد بارگذاری شده باشد و غلظت فیبر اندازه گیری شده را تحت تاثیر قرار خواهد داد.

توجه ۲: مقررات OSHA حداقل حجم نمونه برداری ۴۸ لیتری را برای اندازه گیری عمومی و حداکثر نرخ نمونه برداری ۲.۵ لیتر در دقیقه را برای تمام نمونه برداری های فردی آزمون تعیین می کند [۵].

۵. در پایان نمونه برداری، پمپ را خاموش کنید، زمان را ثبت کنید، کاست را از لوله متصل به پمپ خارج کنید و درپوش بالایی و تویی های انتهایی را تعویض کنید. بستن کاست قبل از خاموش کردن پمپ و برداشتن لوله باعث ایجاد خلأ در داخل کاست و آسیب به فیلتر می شود. ۶. نمونه ها را با کلاهک رسانای متصل به یک محفظه محکم با مواد بسته بندی ارسال کنید تا از کاست ها در برابر ضربه یا آسیب محافظت شود.

توجه: از فوم پلی استایرن تصفیه نشده در ظرف حمل و نقل استفاده نکنید زیرا نیروهای الکترواستاتیک ممکن است باعث ازدست رفتن فیبر از فیلتر نمونه شوند.

آماده سازی نمونه

دو روش قابل قبول برای شفاف سازی کل فیلتر یا بخشی از فیلتر در زیر توضیح داده شده است. این روش ها روش پاکسازی استون و روش پاکسازی DMF/اسید استیک هستند. در هر دو روش، مواد فیلتر روی یک لام میکروسکوپ شیشه ای قرار می گیرد. سپس شفاف (روشن) می شود. سپس تری استین یا یوپارال روی فیلتر شفاف شده قرار می گیرد و یک کاغذ پوششی در بالای آن قرار می گیرد.

توجه ۱: هدف تولید نمونه هایی با زمینه صاف (غیر دانه ای) در محیطی با ضریب شکست ≥ 1.46 است. یک روش اولیه (P&CAM 239 در ضمیمه F) از دی متیل فتالات و دی اتیل اگزالات استفاده می کرد [۱۷]. این روش ممکن است همچنان به عنوان جایگزینی برای مواردی که در زیر توضیح داده شده است مورد استفاده قرار گیرد، اما از آنجایی که آماده سازی ها فقط برای یک تا دو روز پایدار است، این روش بیشتر مورد بحث قرار نمی گیرد.

توجه ۲: سایر روش ها از تکنیکی برای پاکسازی فیلتر استفاده می کنند، یا استون (بخش A) یا DMF/اسید استیک یخی (بخش B)، و به دنبال آن آماده سازی زوده (بخش C یا D) را قرار می دهند. استون فیلتر را به صورت ژل درمی آورد و این مزیت را دارد که سریع ترین روش برای آماده سازی فیلتر برای محیط پایه است. با این حال، استون می تواند ساختارهای پلیمری باقی مانده ای را در فیلتر به جای بگذارد که ممکن است به عنوان الیاف در نظر گرفته شوند. DMF/اسید استیک فیلتر را حل می کند و ساختارهای باقیمانده ای را به اندازه فروپاشی استون باقی نمی گذارد.

توجه ۳: پس از شفاف شدن فیلتر، تری استین (بخش C) یا Euparal (بخش D) محیط های پایه جایگزین قابل قبولی هستند. تری استین زمانی که مقدار مورد استفاده به $\geq 3/5$ میکرولیتر محدود می شود، پایه های دائمی قابل قبولی ارائه می دهد، در غیر این صورت مهاجرت فیبر در اسلایدهای ساخته شده با مقادیر بیشتر مشاهده شده است [۴]. Euparal بدون توجه به مقدار استفاده، پایه های دائمی را برای ذخیره سازی طولانی مدت (بیش از ۵ سال) فراهم می کند. هر یک از محیط های پایه را می توان با هر یک از روش های آماده سازی فیلتر استفاده کرد، و همه ترکیب ها نشان داده اند که شمارش فیبر برابری را ارائه می دهند [۴].

۷. نمونه ها را در یک منطقه تمیز و دور از نمونه های حجیم که ممکن است نمونه ها را آلوده کنند آماده سازی کنید. اطمینان حاصل کنید که لام های شیشه و لام های پوششی عاری از گرد و غبار و الیاف هستند.

۸. منطقه موثر نمونه برداری یا فیلتراسیون را تعیین و ثبت کنید و اطلاعات ارجاع شده در برابر شماره شناسایی (ID number) نمونه را ثبت کنید.

۹. برای جلوگیری از پارگی با استفاده از یک چاقوی فولادی جراحی با تیغه خمیده، گوه های حدود یک چهارم را برای یک فیلتر با قطر ۲۵ میلی متر با حرکات تکانه ای برش دهید. از تیغه ای که برای باز کردن کاست استفاده شده است استفاده نکنید. قیچی گزینه ای برای برش

فیلتر است. می توان از کل فیلتر به جای گوه استفاده کرد، اما با این درک که در صورت بروز مشکل در آماده سازی، کل نمونه از بین می رود. گوه یا کل فیلتر را، سمت گرد و غبار به سمت بالا، با استفاده از انبرک روی لام قرار دهید. برای جلوگیری از آلودگی متقابل نمونه ها، تیغه ها یا قیچی ها باید بین نمونه ها تمیز شوند.

توجه ۱: فیلترها را می توان در حالی که هنوز در پایه نوار کاست هستند برش داد یا جدا کرد و روی یک پایه برش مخصوص برش داد. اگر از پایه برش استفاده می شود باید بین فیلترها تمیز شود تا از عدم آلودگی متقابل اطمینان حاصل شود.

توجه ۲: الکتريسيته ساكن معمولاً گوه را روی لام نگه می دارد.

A. روش زدودگی استون

توجه ۱: «توده گرم» آلومینیوم یا تکنیک های تبخیر فلاش مشابه ممکن است در خارج از آزمایشگاه استفاده شود [۲].

توجه ۲: وجود آب بیش از حد در استون ممکن است باعث کند شدن پاکسازی فیلتر شود. همچنین فیلترهایی که قبل از پاکسازی در معرض رطوبت یا آب زیاد قرار گرفته اند ممکن است زمینه دانه ای داشته باشند.

توجه ۳: «توده گرم» را روی یک صفحه سرامیکی قرار دهید و آن را از هر سطحی که در معرض آسیب حرارتی است جدا کنید، مگر اینکه با ویژگی های ایمنی مناسب برای جلوگیری از آتش سوزی یا آسیب طراحی شده باشد.

A1. اگر دما را می توان تغییر داد، «توده گرم» را روی حدود ۷۰ درجه سانتیگراد تنظیم کنید [۲]، در غیر این صورت تا زمانی که آماده شود روشن نگه دارید.

A2. برش گوه ای از فیلتر نمونه را روی یک لام شیشه ای تمیز قرار کنید. لام را با گوه در شکاف گیرنده در پایه «توده گرم» قرار دهید. فوراً نوک میکروپیت یا میکروسرنج حاوی حدوداً ۲۵۰ میکرولیتر استون (از حداقل حجم مورد نیاز برای پاکسازی مداوم بخش های فیلتر استفاده کنید) در درگاه ورودی در پوش PTFE در بالای «توده داغ» قرار دهید و در حالی که میکروپیت یا میکروسرنج را محکم در جای خود نگه داشته اید، استون را آهسته و پیوسته روی دکمه پیستون به محفظه تبخیر تزریق کنید. پس از ۳ تا ۵ ثانیه منتظر ماندن برای پاک شدن فیلتر، میکروپیت یا میکروسرنج و لام شیشه ای را از درگاه های آنها خارج کنید.

توجه: استفاده از استون بیش از حد، یا رساندن آن با سرعت زیاد در «توده گرم» ممکن است باعث شسته شدن مواد از سطح فیلتر شود. استفاده از استون ناکافی ممکن است باعث پیچ خوردن فیلتر شود.

احتیاط: اگرچه حجم استون مصرفی کم است، نکات ایمنی را بکار ببندید. در یک منطقه دارای تهویه مناسب (به عنوان مثال، هود فیوم آزمایشگاهی) کار کنید. مراقب باشید که استون مشتعل نشود. استفاده مداوم از این دستگاه در یک فضای بدون تهویه ممکن است سطوح ناسالم یا حتی غلظت های بخار استون انفجاری ایجاد کند.

B. روش پاکسازی DMF/اسید استیک

B1. مخلوطی از ۱/۴ میلی لیتر (۳۵ درصد حجم) DMF، ۰/۶ میلی لیتر (۱۵ درصد حجم) اسید استیک یخی و ۲ میلی لیتر (۵۰ درصد حجم) آب مقطر را در یک ویال قهوه ای تیره بسازید [۳]. برای به حداقل رساندن مواجهه با مواد شیمیایی، این کار باید در هود فیوم انجام شود. این محلول باید حداقل یک بار در هفته ساخته شود و ویال باید مطابق با رویه های ایمنی آزمایشگاهی مربوطه نگهداری شود (به عنوان مثال، در یک کابینت مواد شیمیایی دارای تهویه مناسب برای مواد قابل اشتعال نگهداری شود).

B2. آون خشک کن یا صفحه گرم کن (دارای تهویه یا قرار گرفته در هود فیوم آزمایشگاهی) را روشن کنید و اجازه دهید به دمای کار برسد. یک گوه فیلتر برش خورده را با استفاده از انبرک روی یک لام شیشه ای قرار دهید. با استفاده از محلول DMF 5 ± 20 میکرولیتر، چندین قطره را در امتداد لبه گوه بریزید و اجازه دهید محلول روی فیلتر جذب شود تا از شستن الیاف از فیلتر جلوگیری شود. لام را در دمای ۶۰ (۲/-۵) درجه سانتیگراد به مدت ۳۰ دقیقه در آون خشک کن یا روی صفحه گرم کن گرم کنید.

C. پایه های تریاستین پس از پاکسازی و فروپاشی

C1. با استفاده از یک میکروپیت یا میکروسرنج ۵ میکرولیتری، بلافاصله ۳،۰ تا ۳/۵ میکرولیتر تری استین را روی گوه قرار دهید. به آرامی یک کاغذ پوشش تمیز را با زاویه کمی روی گوه پایین بیاورید تا تشکیل حباب کاهش یابد. از فشار و حرکت بیش از حد شیشه پوشش خودداری کنید. قبل از استفاده از کاغذ پوشش، بیش از ۳۰ ثانیه صبر نکنید.

توجه: اگر حباب های زیادی تشکیل شود یا مقدار تری استین کافی نباشد، ممکن است کاغذ پوشش ظرف چند ساعت جدا شود. اگر تری استین بیش از حد در لبه فیلتر زیر کاغذ پوشش باقی بماند، مهاجرت فیبر ممکن است رخ دهد [۴].

C2. برای کمک به ارزیابی میکروسکوپی و اطمینان از دوری لبه در آزمایش، نمای کلی قسمت فیلتر را دقیقاً در داخل لبه بخش با یک خودکار علامت گذاری شیشه (مانند ماژیک با جوهر دائمی) علامت گذاری کنید. علامت گذاری ها در پایین لام قابل مشاهده هستند، اما خارج از عمق کانون الیاف و این باید در هنگام تثبیت موقعیت میکروسکوپ برای شمارش در نظر گرفته شود. با این حال، علامت گذاری قسمت پایین باعث می شود از هرگونه فشار بر روی کاغذ پوشش جلوگیری شود. اگر علامت گذاری روی کاغذ پوشش ترجیح داده می شود، باید بسیار سبک و با دقت انجام شود.

C3. لبه های کاغذ پوشش را با استفاده از لاک یا لاک ناخن به لام بچسبانید [۱۸]. شمارش ممکن است بلافاصله پس از تکمیل پاکسازی و پایه گذاری انجام شود.

توجه: اگر پاکسازی کند است، لام را روی یک صفحه داغ (دمای سطح ۵۰ درجه سانتیگراد) تا ۱۵ دقیقه گرم کنید تا سریعتر پاکسازی شود. برای جلوگیری از تشکیل حباب گاز با احتیاط حرارت دهید.

D. پایه های EUPARAL پس از پاکسازی

D1. یک قطره محلول Euparal را در وسط گوه و ۱ قطره را به مرکز یک کاغذ پوششی اضافه کنید. به منظور جلوگیری از به دام افتادن حباب های هوا، کاغذ پوششی را به آرامی با زاویه کمی روی لام پایین بیاورید. لام را در دمای (۵-/+۲) ۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱ ساعت گرم کنید تا رزین Euparal پلیمریزه شود.

D2. برای کمک به ارزیابی میکروسکوپی و اطمینان از دوری لبه در آزمایش، نمای کلی قسمت فیلتر را دقیقاً در داخل لبه بخش با یک خودکار علامت گذاری شیشه (مانند ماژیک با جوهر دائمی) علامت گذاری کنید. علامت گذاری ها در پایین لام قابل مشاهده هستند، اما خارج از عمق کانون الیاف و این باید در هنگام تثبیت موقعیت میکروسکوپ برای شمارش در نظر گرفته شود. با این حال، علامت گذاری قسمت پایین باعث می شود از هرگونه فشار بر روی کاغذ پوشش جلوگیری شود. اگر علامت گذاری روی کاغذ پوشش ترجیح داده می شود، باید بسیار سبک و با دقت انجام شود.

D3. در صورت استفاده از Euparal نیازی به درزگیری کردن کاغذ پوشش با لاک ناخن نیست. شمارش ممکن است بلافاصله پس از پاکسازی و نصب انجام شود.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

۱۰. تنظیمات میکروسکوپ. دستورالعمل های سازنده را برای در مرکز قرار گرفتن و به کانون آوردن، کندانسور، صفحه و لامپ، در صورت وجود، دنبال کنید. حداقل یک بار در روز، و ترجیحاً در فواصل منظم در طول روز، از یک چشمی تلسکوپ فازی (یا لنز برتراند، برای برخی میکروسکوپ ها) استفاده کنید تا مطمئن شوید که حلقه های فاز (دیافراگم حلقوی و عناصر تغییر فاز) متحدالمرکز هستند. با هر میکروسکوپ، یک دفترچه یادداشت کاغذی یا الکترونیکی داشته باشید که در آن تاریخ تمیز کردن میکروسکوپ و سرویس های اصلی را ثبت کنید. آ. هر بار که نمونه ای بررسی می شود، موارد زیر را انجام دهید:

i. منبع نور را برای روشنایی یکنواخت در سراسر میدان دید در عنبیه کندانسور تنظیم کنید. در صورت وجود از نورپردازی کوهلر استفاده کنید. در برخی از میکروسکوپ ها، ممکن است قبل از تراز کردن عناصر کنتراست فاز، روشنایی با اپتیک میدان روشن تنظیم شود.

ii. بر روی ذرات مورد بررسی متمرکز شوید (روی خط علامت گذاری متمرکز نشوید).

iii. با استفاده از کانون کندانسور، مطمئن شوید که عنبیه میدان در کانون است، در مرکز نمونه قرار دارد و فقط به اندازه ای باز است که میدان دید را کاملاً روشن کند.

ب. حد تشخیص تغییر فاز میکروسکوپ را به صورت دوره ای برای هر ترکیب میکروسکوپی/میکروسکوپ بررسی کنید:

i. لام تست کنتراست فاز تایید شده را زیر لنز شیئی فازی قرار دهید.

ii. توده های خطوط شیاردار را در ناحیه گراتیکول متمرکز کنید.

توجه: لام شامل هفت توده شیار (حدود ۲۰ شیار در هر توده) به ترتیب دید نزولی است. برای شمارش آریست، در زمان قرارگیری توده های خطوط شیاردار در مرکز، مورد نظر است که برخی از توده های خطوط به طور کامل قابل مشاهده باشند و یک یا چند توده کاملاً نامرئی باشند (توده های بین آنها ممکن است تا حدی قابل مشاهده باشند). قابلیت مشاهده توده ها باید با عبارات موجود در گواهی همراه مطابقت داشته باشد [۱۹]. میکروسکوپی که نتواند این الزامات را برای یک لام آزمایشی برآورده کند، برای شمارش فیبر وضوح بسیار کم یا خیلی زیاد دارد.

iii. اگر کیفیت تصویر بدتر شد، اپتیک میکروسکوپ را تمیز کنید. اگر مشکل همچنان ادامه داشت، با سازنده میکروسکوپ مشورت کنید.

ج. قطر پیش بینی شده گراتیکول نوع والتون بکت را اندازه بگیرید تا مطمئن شوید که 100 ± 2 میکرومتر است. از مقدار اندازه گیری شده برای محاسبه مساحت واقعی گراتیکول استفاده کنید. مقدار اندازه گیری شده را در حداقل و حداکثر فاصله بین مردمکی چشمی ها بررسی کنید. اگر قطر تغییر کند، آنگاه قطر ممکن است هر زمانی که یک فرد متفاوت از میکروسکوپ استفاده می کند و فاصله بین مردمکی را تغییر می دهد تغییر کند. اگر سرویس روی میکروسکوپ انجام می شود یا اجزای میکروسکوپ تغییر می کنند، قطر پیش بینی شده را دوباره اندازه گیری کنید زیرا در صورت تغییر طول لوله یا محل گرتیکول در چشمی، ممکن است تغییراتی رخ دهد.

i. مرکزیت میکرومتر صفحه را زیر لنز شیئی $\times 40$ میکروسکوپ قرار دهید.

ii. مقیاس را در ناحیه گرتیکول متمرکز کنید

iii. خطوط در مقیاس گسترده ظاهر می شوند. با استفاده از صفحه مکانیکی میکروسکوپ، لام را دستکاری کنید تا گراتیکول در یک لبه خط اصلی میکرومتر صفحه قرار گیرد.

iv. قطر گرتیکول را با استفاده از لبه های خطوط میکرومتر صفحه تخمین بزنید. سعی نداشته باشید که از مرکز خطوط میکرومتر استفاده کنید.

v. اگر قطر بزرگتر از 102 میکرومتر یا کمتر از 98 میکرومتر است، تعیین کنید که آیا فاصله بین مردمک برای تحلیلگر صحیح است یا خیر. اگر چنین است، پس باید میکروسکوپ توسط فردی واجد شرایط برای سرویس میکروسکوپ تنظیم شود، یا گراتیکول با گراتیکول دیگری مطابق مشخصات قطر پیش بینی شده جایگزین شود.

۱۱. توانایی میکروسکوپیست را برای مشاهده، اندازه گیری و شمارش الیاف تعیین کنید.

توجه: قبل از بررسی نمونه ها، کاربران میکروسکوپ باید برای مشاهده، اندازه گیری و شمارش الیاف آموزش ببینند و نتایج این آموزش ها باید برای بازرسی در دسترس باشد. روشی برای چنین آموزشی، که اجازه می دهد مهارت به صورت کمی نشان داده شود را می توان در ضمیمه B یافت.

۱۲. دقت آزمایشگاه را برای هر کاربر میکروسکوپ برای شمارش فیبرهای تکراری مستند کنید.

آ. به عنوان بخشی از برنامه تضمین کیفیت آزمایشگاه، مجموعه ای از لام های مرجع را برای استفاده روزانه نگهداری کنید [۲۰]. این لام ها باید از آماده سازی فیلتر شامل طیف وسیعی از بارگیری ها و سطوح گرد و غبار زمینه از منابع مختلف از جمله نمونه های میدانی و مرجع (مانند PAT, AAR یا نمونه های تجاری) تشکیل شوند. افسر تضمین کیفیت باید لام های مرجع را حفاظت کند و به هر کاربر میکروسکوپ حداقل یک لام مرجع در روز کاری ارائه دهد. برچسب های روی لام های مرجع را به صورت دوره ای تغییر دهید تا کاربر میکروسکوپ با نمونه ها آشنا نشود.

ب. از شمارش های تکراری ناپیدا در لام های مرجع، دقت درون و بین کاربران میکروسکوپی آزمایشگاه را تخمین بزنید. مقادیر جداگانه ای از انحراف استاندارد نسبی (Sr) را برای هر ماتریس نمونه آنالیز شده در هر یک از محدوده های زیر بدست آورید: ۵ تا ۲۰ فیبر در 100 میدان گراتیکول، $20 <$ تا 50 فیبر در 100 میدان گرتیکول و $50 <$ تا 100 فیبر در 100 میدان گرتیکول. نمودارهای کنترلی برای هر یک از این فایل های داده را حفظ کنید.

ج. بطور جایگزین، یک آزمایشگاه ممکن است یک مدل عدم قطعیت تحلیلی از اندازه گیری های دقت درون و بین کاربران میکروسکوپی آزمایشگاه ایجاد کند (اما، در عمل، اکثر آزمایشگاه ها گزینه ب را انتخاب می کنند).

توجه: برخی از ماتریس های نمونه (مانند آزیست سیمان) دقت ضعیفی را نشان داده اند [۲۳].

۱۳. نمونه های شاهد را به همراه نمونه های میدانی آماده سازی و شمارش کنید. شمارش های هر نمونه شاهد را گزارش کنید.

توجه ۱: تا زمانی که تمام شمارش ها تکمیل می شود، هویت فیلترهای شاهد باید برای کاربر میکروسکوپ ناشناخته باشد.

توجه ۲: اگر یک نمونه شاهد بیش از 7 فیبر در هر 100 میدان گرتیکول تولید کرد، آلودگی احتمالی نمونه ها را گزارش کنید.

۱۴. بازشماری های ناپیدا را توسط همان کاربر میکروسکوپ روی 10 درصد فیلترهای شمارش شده انجام دهید (لام هایی که توسط فردی غیر از کاربر میکروسکوپ دوباره برچسب گذاری شده اند). از آزمون زیر برای تعیین اینکه آیا یک جفت شمارش ها توسط کاربر میکروسکوپ یکسان روی فیلتر یکسان باید به دلیل سوگیری احتمالی رد شود یا نه استفاده کنید: اگر مقدار مطلق اختلاف بین ریشه های مربع دو شمارش فیبرها (بر حسب فیبر/میلی متر مربع) از $2.77XS_r'$ (در آن X میانگین ریشه های مربع دو شمارش فیبرها (بر حسب فیبر/ میلی متر مربع))

است و $Sr' = (Sr/2)$ که در آن Sr انحراف استاندارد نسبی درون کاربر میکروسکوپ برای محدوده شمارش مناسب (بر حسب فیبر) تعیین شده در مرحله ۱۲ است) بیشتر باشد، داده‌ها را دور بریزید. برای بحث‌های کامل‌تر به مرجع [۲۰] مراجعه کنید.

توجه ۱: شمارش فیبر به عنوان اندازه‌گیری الیافی که به طور تصادفی قرار گرفته‌اند، ممکن است با توزیع پواسون توصیف شود، به طوری که تبدیل ریشه مربع داده‌های شمارش فیبر منجر به ایجاد داده‌هایی با توزیع تقریباً نرمال می‌شود [۲۰].

توجه ۲: اگر یک جفت شمارش توسط این آزمون رد شد، تمام نمونه‌های دیگر در مجموعه را بازشماری کنید و شمارش‌های جدید را با شمارش‌های اول آزمایش کنید. همه شمارش‌های جفت رد شده را کنار بگذارید. استفاده از این آمار برای شمارش‌های شاهد ضروری نیست.

توجه ۳: برای این آزمایش از تغییرات درون کاربر میکروسکوپ محاسبه شده از لام‌های تست قابل جابجایی استاندارد (پیوست B) استفاده نکنید.

۱۵. میکروسکوپیست بخش مهمی از این روش آنالیز است. باید مراقب بود که محیطی بدون استرس و راحت برای شمارش فیبر فراهم شود. از یک صندلی با طراحی ارگونومیک استفاده کنید که چشمی میکروسکوپ در ارتفاعی راحت برای مشاهده قرار دارد. برای کاهش خستگی چشم، نور خارجی را در اندازه‌ای مشابه با اندازه روشنائی در میکروسکوپ تنظیم کنید. علاوه بر این، برای محدود کردن خستگی کاربران میکروسکوپ باید ۱۰ تا ۲۰ دقیقه در هر یک یا دو ساعت از میکروسکوپ فاصله بگیرند [۲۱]. در طول این وقفه‌ها، ورزش‌های چشم و قسمت بالای کمر و گردن را می‌توان برای کاهش فشار انجام داد.

۱۶. همه آزمایشگاه‌هایی که در زمینه شمارش آزیست فعالیت می‌کنند باید در یک برنامه تست مهارت مانند برنامه آزمایش تحلیلی مهارت بهداشت صنعتی (AIHA) (IHPAT) برای آزیست شرکت کنند.

۱۷. هر آزمایشگاهی که نمونه‌های آزیست را آنالیز می‌کند باید یک برنامه تضمین کیفیت بین آزمایشگاهی را اجرا کند که دست کم شامل مشارکت حداقل دو آزمایشگاه مستقل دیگر باشد. هر آزمایشگاه باید حداقل هر ۶ ماه یک بار در آزمایش‌های دور روبین با دست کم سایر آزمایشگاه‌های گروه تضمین کیفیت بین آزمایشگاهی خود شرکت کند. هر آزمایشگاه باید لام‌های معمول بار کاری خود را برای استفاده در این برنامه ارسال کند. دور روبین باید با استفاده از روش آماری مناسب طراحی و نتایج تجزیه و تحلیل شود.

سنجش

۱۸. لام را روی صفحه میکروسکوپ مدرج زیر عدسی شیئی قرار دهید. میکروسکوپ را روی سطح حاوی نمونه فیلتر متمرکز کنید.

۱۹. میکروسکوپ را تنظیم کنید (مرحله ۱۰).

۲۰. قواعد شمارش: (همانند قوانین P&CAM 239 [۱،۱۷،۲۲]: به مثال‌ها در ضمیمه C مراجعه کنید).

آ. هر فیبری با طول بیشتر از ۵ میکرومتر را که کاملاً در ناحیه گراتیکول قرار دارد، بشمارید.

i. فقط الیاف بیشتر از ۵ میکرومتر را بشمارید.

ii. طول الیاف منحنی را در امتداد منحنی اندازه‌گیری کنید. فقط الیافی با نسبت طول به عرض برابر یا بیشتر از ۱:۳ را بشمارید.

ب. برای الیافی که از مرز میدان گراتیکول عبور می‌کنند:

i. هر الیافی را که فقط یک انتهای آن در ناحیه گراتیکول قرار دارد به عنوان $1/2$ فیبر بشمارید، مشروط بر اینکه فیبر معیارهای قانون "۱" در بالا را داشته باشد.

ii. هیچ فیبری را که بیش از یک بار از مرز گراتیکول عبور کرده است، شمارش نکنید.

iii. همه الیاف دیگر را رد و حساب نکنید.

ج. دسته‌های الیاف را به عنوان یک فیبر بشمارید، مگر اینکه بتوان با مشاهده هر دو انتهای یک الیاف، الیاف جداگانه را شناسایی کرد.

د. برای رسیدن به ۱۰۰ فیبر، میدان‌های گراتیکول را به اندازه کافی بشمارید. حداقل ۲۰ فیلد را بشمارید. بدون در نظر گرفتن شمارش، روی ۱۰۰ میدان‌های گراتیکول توقف کنید.

۲۱. شمارش را از نوک گوه فیلتر شروع کنید و در امتداد یک خط شعاعی به سمت لبه بیرونی پیش بروید. فیلتر را به بالا یا پایین تغییر دهید و در جهت معکوس ادامه دهید. میدان‌های گراتیکول را به صورت تصادفی انتخاب کنید. اطمینان حاصل کنید که حداقل هر آنالیز یک خط شعاعی از مرکز فیلتر تا لبه بیرونی فیلتر را پوشش می‌دهد. وقتی یک آگلومر یا حباب حدوداً $1/8$ یا بیشتر میدان گراتیکول را می‌پوشاند، میدان گراتیکول را رد کرده و میدان دیگری را انتخاب کنید. [۳۵] میدان‌های گراتیکول رد شده را در تعداد کل شمارش شده گزارش ندهید.

توجه ۱: هنگام شمارش یک میدان گراتیکول، با حرکت دادن دستگیره تمرکز ظریف، به طور مداوم طیف وسیعی از سطوح کانونی را اسکن کنید تا فیبرهای بسیار ظریفی را که در فیلتر جاسازی شده اند شناسایی کنید. الیاف با قطر کوچک بسیار کم رنگ خواهند بود اما سهم مهمی در شمارش کل دارند. حداقل زمان شمارش ۱۵ ثانیه در هر میدان برای شمارش دقیق مناسب می باشد.

توجه ۲: در لبه بیرونی فیلتر، یا لبه هایی که فیلتر بریده شده است، شمارش انجام ندهید، زیرا ممکن است توزیع فیبر در این مناطق مختل باشد. حداقل ۱ میلی متر از لبه (یعنی داخل خط علامت گذاری شده) حرکت کنید.

توجه ۳: تحت شرایط خاص، بار الکترواستاتیکی ممکن است بر نمونه برداری از الیاف تأثیر بگذارد. این اثرات الکترواستاتیک به احتمال زیاد زمانی رخ می دهد که رطوبت نسبی کم (زیر ۲۰ درصد) باشد، و زمانی که نمونه برداری در نزدیکی منبع آئروسول انجام می شود. در نتیجه رسوب الیاف روی فیلتر به خصوص در نزدیکی لبه فیلتر کاهش می یابد. اگر چنین الگویی در حین شمارش فیبر مشاهده شد، میدان هایی را تا حد امکان نزدیک به مرکز فیلتر هستند را انتخاب کنید [۱۱].

توجه ۴: شمارش ها باید بر روی یک برگه داده های کاغذی یا الکترونیکی ثبت شوند که حداقل، سابقه شمارش هر میدان، شماره شناسایی فیلتر، نام تحلیلگر، تاریخ، کل فیبرهای شمارش شده، کل میدان های شمارش شده، میانگین شمارش، تراکم الیاف، و تفسیر را ارائه می کند. میانگین شمارش با تقسیم شمارش کل فیبر بر تعداد میدان های مشاهده شده محاسبه می شود. تراکم فیبر (الیاف/میلی متر مربع) به عنوان شمارش متوسط (الیاف/میدان) تقسیم بر سطح میدان (گراتیکول) (میلی مترمربع/میدان) تعریف می شود.

محاسبات

۲۲. تراکم فیبر روی فیلتر، E (الیاف/میلی متر مربع)، را با تقسیم میانگین شمارش فیبر در هر میدان گراتیکول، F/n_f ، منهای میانگین شمارش نمونه شاهد در هر میدان گراتیکول، B/n_b ، بر مساحت میدان گراتیکول، A_f ، از رابطه زیر محاسبه و گزارش کنید:

$$E = \frac{\left(\frac{F}{n_f}\right) - \left(\frac{B}{n_b}\right)}{A_f}, \text{ fibers/mm}^2$$

توجه ۱: $A_f = 0.00785$ میلی متر مربع مساحت یک گراتیکول با قطر پیش بینی شده ۱۰۰ میکرومتر است. مساحت واقعی باید با استفاده از قطر اندازه گیری شده گراتیکول محاسبه شود. قطر اندازه گیری شده باید 100 ± 2 میکرومتر در بزرگنمایی مناسب باشد. هر زمان که میکروسکوپ سرویس می شود یا در صورت لزوم در صورت تغییر در مقدار اندازه گیری شده با فاصله بین مردمکی (مثلاً بین کاربران میکروسکوپ مختلف) قطر گراتیکول باید دوباره اندازه گیری شود.

توجه ۲: شمارش فیبر بالای ۱۳۰۰ فیبر در میلی متر مربع و شمارش های فیبر از نمونه هایی با بیش از ۵۰ درصد سطح فیلتر پوشیده از ذرات باید به عنوان «غیرقابل شمارش» یا «احتمالاً سوگیرانه» گزارش شود. شمارش فیبر خارج از محدوده ۱۰۰ تا ۱۳۰۰ فیبر/میلی متر مربع باید به عنوان «تغییرپذیری بیشتر از بهینه» و «احتمالاً سوگیرانه» گزارش شود.

۲۳. غلظت (C) بر حسب الیاف بر سی سی، الیاف در حجم هوای نمونه برداری شده، (V) بر حسب لیتر، را با استفاده از ناحیه جمع آوری موثر فیلتر، A_c (اسمی ۳۸۵ میلی متر مربع برای یک فیلتر ۲۵ میلی متری) در رابطه ذیل محاسبه و گزارش کنید:

$$C = \frac{EA_c}{V * 10^3}$$

توجه: این ناحیه با توجه به قطر داخلی کاست، جایی که با فیلتر در تماس است، متفاوت است، که البته می تواند بین تولید کنندگان و حتی بین دوره های تولید متفاوت باشد. برای دقیق ترین نتایج، مقدار A_c نتیجتاً ممکن است بررسی و تنظیم شود، اما در عمل، تغییر در این پارامتر در مقایسه با سایر منابع عدم قطعیت بسیار کم است.

۲۴. انحرافات استاندارد نسبی درون و بین آزمایشگاهی را با هر مجموعه ای از نتایج گزارش کنید.

توجه: دقت به تعداد کل الیاف شمارش شده بستگی دارد [۱، ۲۴]. انحراف استاندارد نسبی در منابع [۱، ۲۴-۲۵] برای شمارش فیبر تا ۱۰۰ فیبر در ۱۰۰ میدان گراتیکول ثبت شده است. مقایسه پذیری نتایج بین آزمایشگاهی در زیر مورد بحث قرار گرفته است. به عنوان اولین تقریب، از ۲۱۳ درصد بالاتر و ۴۹ درصد پایین تر شمارش به عنوان حدود اطمینان بالا و پایین برای شمارش فیبر بیشتر از ۲۰ استفاده کنید (شکل ۱).

ارزیابی روش

خلاصه بازبینی های روش

هر بازبینی یا انتشار، نکات جزئی دستور زبان و رویه و همچنین تغییرات عمده را بیان می کند. این خلاصه فقط تغییرات عمده را فهرست می کند.

روش اولیه خدمات بهداشت عمومی ایالات متحده/NIOSH برای شمارش الیاف در سال ۱۹۶۸ منتشر شد [۲۶]. این روش بر اساس استاندارد بهداشت بریتانیا [۲۷] و روش های توسعه یافته توسط شورای تحقیقات آژست بریتانیا بود. این روش در معیارهای NIOSH برای یک استاندارد توصیه شده [۲۸] بخش VIII، پیوست I (۱۹۷۲) منتشر شد.

یک نسخه پیش نویس غیررسمی تا سال ۱۹۷۶ زمانی که که NIOSH آن را با نام P&CAM 239 منتشر کرد مورد استفاده قرار می گرفت. این نسخه در مرجع ذیل منتشر شد:

The NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 1, P&CAM 239, U.S. Department of Health, Education, and Welfare Pub. (NIOSH) 11-157-A (1977) [17]

متد NIOSH ۷۴۰۰ منتشر شده در ۱۵ فوریه ۱۹۸۴

در سال ۱۹۸۴، روش شمارش فیبر P&CAM 239 به روش ۷۴۰۰ تغییر نام داد و برای درج در کتابچه راهنمای روش های تحلیلی NIOSH در قالب استاندارد بازنویسی شد. این بازنگری شامل تغییراتی در سه حوزه بود:

۱. نمونه برداری: تغییر از فیلتر ۳۷ میلی متری به فیلتر ۲۵ میلی متری حساسیت را برای حجم های هوای مشابه بهبود بخشید. تغییر در میزان دبی ها اجازه می داد تا نمونه های ۲ متر مکعب در شیفیت کامل جمع آوری شوند، مشروط بر اینکه فیلتر با ذرات غیر فیبری بیش از حد بارگذاری نشود. راندمان جمع آوری نمونه بردار تابعی از میزان دبی در محدوده ۰.۵ تا ۱۶ L/min نیست [۱۷].

۲. تکنیک آماده سازی نمونه: تکنیک آماده سازی بخار استون-تری استین به عنوان یک روش پایه گزاری سریع تر و پایدارتر از روش دی متیل فتالات/دی اتیل اگزالات P&CAM 239 [۲۰، ۷، ۱۷] گنجانده شد. تکنیک "توده گرم" آلومینیومی مقدار استون مورد نیاز برای آماده سازی هر نمونه را به حداقل می رساند.

۳. اندازه گیری:

آ. گراتیکول والتون-بکت ناحیه مشاهده شده را استاندارد می کند [۲۹، ۳۰-۳۱].

ب. یک لام آزمایشی تغییر فاز، اپتیک میکروسکوپ را استاندارد می کند [۳۱].

ج. به دلیل عدم صحت قبل در ارتباط با شمارش فیبر کم، حداقل بارگذاری توصیه شده به ۱۰۰ فیبر/میلی متر مربع سطح فیلتر افزایش یافت (مجموعاً ۷۸.۵ فیبر در ۱۰۰ میدان شمارش شده است که هر کدام مساحت میدان = ۰.۰۰۷۸۵ میلی متر مربع دارند). سطوح پایین تر معمولاً در مقایسه با نتایج در محدوده تحلیلی توصیه شده منجر به تخمین بیش از حد شمارش فیبر می شود [۱۵]. انتظار می رود بارگذاری های توصیه شده S_r درون کاربر میکروسکوپی را در محدوده ۰.۱۰ تا ۰.۱۷ ایجاد کنند [۳۲، ۳۶].

د. یک مجموعه جایگزین از قوانین شمارش (قوانین B) برای بهبود دقت شمارش معرفی شد.

متد NIOSH ۷۴۰۰ منتشر شده در ۱۵ فوریه ۱۹۸۴، بازبینی شماره ۱ در ۱۵ مه ۱۹۸۵

بازبینی شماره ۱ شامل بحث در مورد تغییر پذیری بین آزمایشگاهی و مقایسه قواعد شمارش A و B بود.

متد NIOSH ۷۴۰۰ منتشر شده در ۲ فوریه ۱۹۸۴، بازبینی شماره ۲ در ۱۵ مه ۱۹۸۶

بازبینی شماره ۲ بحث گسترده ای در مورد تغییر پذیری بین آزمایشگاهی و مقایسه قواعد شمارش A و B اضافه کرد. این بازبینی قواعد «B» را به عنوان قواعد شمارش متناوب به یک ضمیمه منتقل کرد (که باید هنگام شمارش الیاف معدنی مصنوعی، به عنوان مثال، شیشه فیبری، الیاف سرامیکی نسوز و غیره استفاده شود). این بازبینی ۳ ضمیمه اضافه کرد:

آ. پیوست A: کالیبراسیون گراتیکول والتون بکت

ب. پیوست B: نمونه هایی از قوانین شمارش

ج. پیوست C: قواعد شمارش جایگزین

متد NIOSH ۷۴۰۰ منتشر شده در ۲ فوریه ۱۹۸۴، شماره ۱: بازبینی شماره ۳ در ۱۵ مه ۱۹۸۹

شماره ۱: بازبینی شماره ۳ برخی از مسائل فنی را تصحیح کرد و زبان روش را بیان کرد.

متد NIOSH ۷۴۰۰ منتشر شده در ۲ فوریه ۱۹۸۴، شماره ۲: ۱۵ اوت ۱۹۹۴

شماره ۲ زبان روش را اصلاح کرد، نکات رویه‌ای را اضافه کرد و پیوست اضافی D مربوط به فهرست محدودیت‌های معادل تشخیص و کمیت را اضافه کرد.

متد NIOSH ۷۴۰۰ منتشر شده در ۲ فوریه ۱۹۸۴، شماره ۳: ۲۹ آوریل ۲۰۱۹

موضوع ۳ این روش شامل موارد زیر است:

۱. مقادیر دقیق تر برای حداقل محدودیت عرض برای تشخیص الیاف آزبست. براساس تحقیقات منتشر شده، این مقدار ۰/۱۵ میکرومتر برای کریزوتیل و ۰/۰۵ میکرومتر برای آزبست آمفیبول است [۷، ۸]. بررسی اخیر کاربر تأیید می کند که این مقادیر قابل دستیابی هستند [۱۰]. با این حال، همه کاربران میکروسکوپ قادر به دیدن الیاف کریزوتیل نازک تر بین ۰/۱۵ میکرومتر و ۰/۲ میکرومتر بدون آموزش نیستند [۳۳-۳۴]. توجه داشته باشید که PCM بین انواع آزبست تمایز قائل نمی شود.

۲. DMF/استیک اسید به عنوان یک روش پاکسازی فیلتر جایگزین برای استون، و Euparal به عنوان یک محیط پایه جایگزین برای تری استین. هر یک از محیط های پایه با هر روش پاکسازی استفاده می شوند. روش DMF/استیک بقایای حل نشده از محیط فیلتر که ممکن است به صورت الیاف ظاهر شوند باقی نمی گذارد. Euparal بدون توجه به مقدار محیط استفاده شده، پایه های پایدار تولید می کند [۳]. این جایگزین ها در بررسی کاربر نشان داده شده اند که شمارش فیبرهایی را ارائه می کنند که تفاوت قابل توجهی با تعداد لام های ساخته شده از روش اصلی دی متیل فتالات/دی اتیل اگزالات ندارند [۴]. این بازبینی همچنین در صورت ترجیح امکان استفاده مداوم از دی متیل فتالات/دی اتیل اگزالات را می دهد.

۳. توصیف عمومی اسلایدهای آزمایش تغییر فاز، زیرا تغییرات در ساخت منجر به سردرگمی شده است [۱۹]. در حال حاضر توضیحات فقط به لام هایی نیاز دارد که دارای گواهی مبنی بر وجود توده های کاملاً قابل مشاهده و توده های نامرئی باشند، به طوری که تغییر فاز مورد نیاز مساوی در نظر گرفته می شوند. انتظار می رود که کاربر میکروسکوپ بتواند یک لام را مطابق با گواهی آن تجسم کند. لام های جدیدتر در یک بررسی کاربر نشان داده شده اند که شمارش فیبرها را به نحوی ارائه می دهند که با شمارش اسلایدهایی که در آنها از نسخه اصلی لام آزمایش تغییر فاز برای کالیبراسیون استفاده شده است، تفاوت قابل توجهی ندارند [۱۰].

۴. لام های آزمایش قابل جابجایی استاندارد به عنوان یک ضمیمه تضمین کیفیت غیراجباری اضافی، و به عنوان مستندی از دقت بین و درون کاربر میکروسکوپی بدون مشارکت در انتخاب میدان های شمارش. چندین بررسی کاربر افزایش میانگین عملکرد تحلیلگر را پس از آموزش در مورد این لام ها نشان داده اند [۳۳-۳۴].

۵. راهنمایی در مورد محاسبه بودجه عدم قطعیت گسترش یافته. این راهنما به کاربران اجازه می دهد تا عدم قطعیت گسترش یافته را طبق استانداردهای بین المللی تعیین کنند [۳۵].

۶. شماره گذاری مجدد ضمائم.

مقایسه پذیری بین آزمایشگاهی

یک مطالعه مشترک بین المللی شامل ۱۶ آزمایشگاه با استفاده از لام های آماده شده از صنایع سیمان آزبست، آسیاب، معدن کاری، نساجی و مواد اصطکاکی [۲۳] بود. انحراف استاندارد نسبی (S_r) با نوع نمونه و آزمایشگاه متفاوت بود. محدوده ها عبارت بودند از:

قواعد	S_r درون آزمایشگاهی	S_r بین آزمایشگاهی	S_r کل
AIA (قواعد NIOSH A)*	۰/۱۲ تا ۰/۴۰	۰/۲۷ تا ۰/۸۵	۰/۴۶
CRS اصلاح شده (قواعد NIOSH B)*	۰/۱۱ تا ۰/۲۹	۰/۲۰ تا ۰/۳۵	۰/۲۵

*طبق قواعد AIA (انجمن بین المللی آزبست)، فقط الیافی که قطر کمتر از ۳ میکرومتر دارند شمارش می شوند و الیاف متصل به ذرات بزرگتر از ۳ میکرومتر شمارش نمی شوند. قواعد NIOSH A در غیر این حالت مشابه قواعد AIA هستند.

یک مطالعه NIOSH که با استفاده از نمونه های میدانی آزبست انجام شد، S_r درون آزمایشگاهی در محدوده ۰/۱۷ تا ۰/۲۵ و S_r بین آزمایشگاهی ۰/۴۵ را نشان داد [۲۰]. این مطالعه به خوبی با سایر مطالعات اخیر مطابقت دارد [۲۱، ۲۳-۲۴].

در حال حاضر هیچ وسیله مستقلی برای ارزیابی دقت کلی این روش وجود ندارد. یکی از معیارهای پایایی این است که تخمین بزنیم که چگونه شمارش یک نمونه مجزا با میانگین شمارش تعداد زیادی آزمایشگاه مطابقت دارد. بحث زیر نشان می دهد که چگونه می توان این

تخمین را بر اساس اندازه‌گیری‌های تغییرپذیری بین آزمایشگاهی انجام داد، و همچنین نشان می‌دهد که چگونه نتایج این روش با دقت شمارش تئوری قابل دستیابی به لحاظ تئوری و با S_r درون و بین آزمایشگاهی اندازه‌گیری شده مرتبط است (تبصره: بحث زیر برآوردهای سوگیری را شامل نمی‌شود و نمی‌توان با آن نشان داد که نمونه‌های با بارگذاری سبک به اندازه نمونه‌هایی که بارگذاری مناسب دارند، دقیق هستند).

از نظر تئوری، فرآیند شمارش الیاف توزیع شده به طور تصادفی (پواسون) روی سطح فیلتر بیانگر یک S_r است که به تعداد، N ، الیاف شمارش شده بستگی دارد:

$$S_r = \frac{1}{\sqrt{N}}$$

بنابراین، S_r برای ۱۰۰ فیبر ۰/۱ و برای ۱۰ فیبر شمارش شده ۰/۳۲ است. S_r واقعی یافت شده در تعدادی از مطالعات بیشتر از این اعداد نظری است [۱۵، ۲۵، ۳۰، ۳۶].

یک مؤلفه اضافی از تغییرپذیری عمدتاً از تفاوت‌های بین آزمایشگاهی ذهنی ناشی می‌شود. Ogden [۲۴] در مطالعه‌ای بر روی ده کاربر میکروسکوپ در یک برنامه تبادل نمونه مداوم دریافت که این مؤلفه ذهنی S_r درون آزمایشگاهی تقریباً ۰/۲ است و S_r کلی را با عبارت زیر تخمین زد:

$$\frac{\sqrt{N + (0.2 + N)^2}}{N}$$

Ogden دریافت که فاصله اطمینان ۹۰ درصدی شمارش‌های درون آزمایشگاهی فردی در رابطه با میانگین‌ها S_r ۲+ و S_r ۱،۵- است. در این برنامه، از هر ده نمونه، یک نمونه کنترل کیفیت بود. برای آزمایشگاه‌هایی که درگیر برنامه‌های تضمین کیفیت فشرده نیستند، مؤلفه ذهنی تغییرپذیری می‌تواند بیشتر باشد.

در یک مطالعه بر روی نتایج نمونه میدانی در ۴۶ آزمایشگاه، انجمن اطلاعات آربست (AIA) همچنین دریافت که تغییرپذیری هم دارای یک مؤلفه ثابت و هم یک مؤلفه است که به شمارش فیبر بستگی دارد [۱۸]. این نتایج یک مؤلفه بین آزمایشگاهی ذهنی از S_r (بر همان اساس که Ogden ذکر می‌کرد) برای نمونه‌های میدانی حدود ۰/۴۵ به دست داد. مقدار مشابهی برای ۱۲ آزمایشگاه با آنالیز مجموعه‌ای از ۲۴ نمونه میدانی به دست آمد [۳۶]. این مقدار کمی بالاتر از محدوده S_r (۰،۲۵ تا ۰/۴۲ برای سال‌های ۸۵-۱۹۸۴) است که برای ۸۰ آزمایشگاه مرجع در برنامه NIOSH PAT برای نمونه‌های تولید شده در آزمایشگاه یافت می‌شود [۲۵].

تعدادی از عوامل S_r درون آزمایشگاهی را برای یک آزمایشگاه معین، مانند عملکرد واقعی شمارش آزمایشگاه و نوع نمونه‌های مورد آنالیز تحت تأثیر قرار می‌دهند. در غیاب اطلاعات دیگر، مانند یک برنامه تضمین کیفیت بین آزمایشگاهی با استفاده از نمونه‌های میدانی، مقدار مؤلفه ذهنی تغییرپذیری ۰/۴۵ انتخاب می‌شود. توصیه می‌شود که هر آزمایشگاه یک برنامه تضمین کیفیت بین آزمایشگاهی برای بهبود عملکرد خود و در نتیجه کاهش S_r درون آزمایشگاهی ایجاد کند.

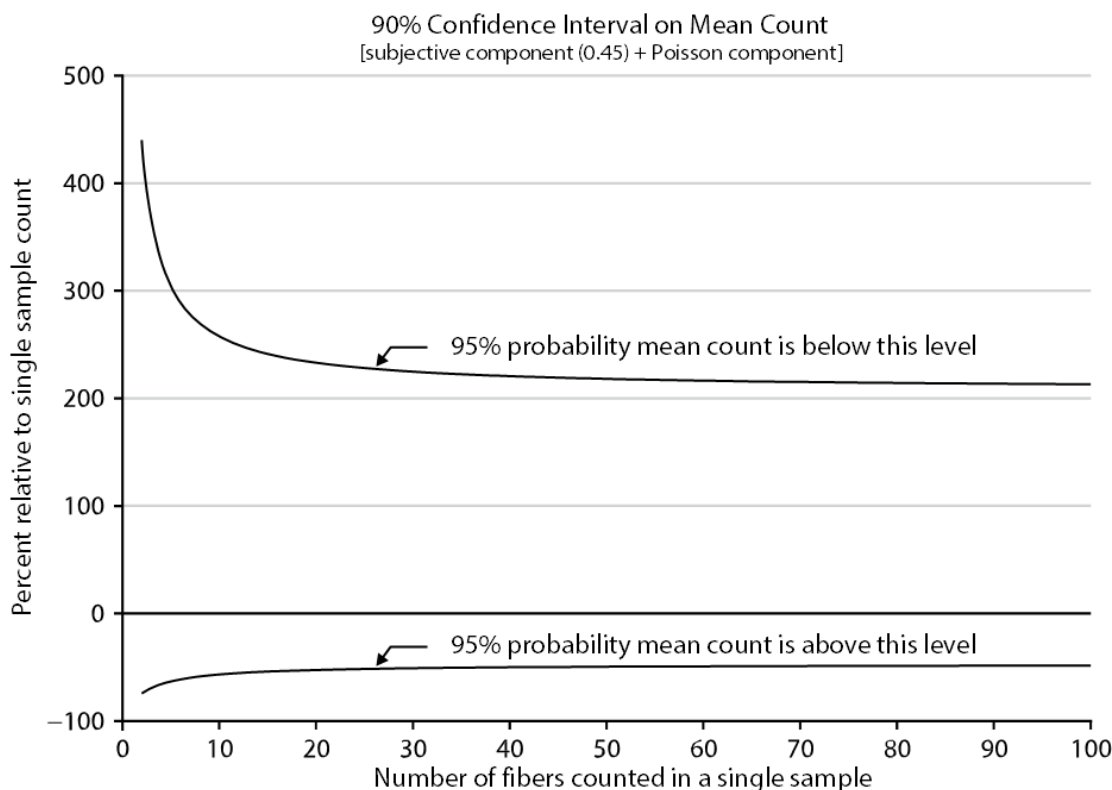
انحراف استاندارد نسبی بالا زمانی اعمال می‌شود که میانگین جمعیت تعیین شده باشد. با این حال، برای آزمایشگاه‌ها مفیدتر است که اطمینان ۹۰ درصدی را برای توزیع شمارش برای نتایج بین آزمایشگاهی و درون آزمایشگاهی تخمین بزنند [۲۴].

به عنوان مثال، اگر نمونه‌ای تعداد ۲۴ فیبر ایجاد کند، شکل ۱ نشان می‌دهد که میانگین شمارش بین آزمایشگاهی در ۹۰ درصد مواقع در محدوده ۲۲۷ درصد بالاتر و ۵۲ درصد پایین‌تر از این مقدار قرار می‌گیرد. این درصدها را می‌توان مستقیماً روی غلظت هوا نیز اعمال کرد. به عنوان مثال، اگر این نمونه (۲۴ فیبر شمارش شده) حجم ۵۰۰ لیتری را نشان می‌دهد، غلظت اندازه‌گیری شده ۰/۰۲ فیبر بر سی‌سی است (با فرض شمارش ۱۰۰ میدان، فیلتر ۲۵ میلی‌متری، مساحت میدان شمارش ۰/۰۷۸۵ میلی‌متر مربع). اگر همین نمونه توسط گروهی از آزمایشگاه‌ها شمارش شود، به احتمال ۹۰ درصد میانگین بین ۰/۰۱ و ۰/۰۸ فیبر/سی‌سی قرار می‌گیرد. این محدودیت‌ها باید در هر مقایسه نتایج بین آزمایشگاه‌ها گزارش شود.

توجه داشته باشید که S_r بین آزمایشگاهی ۰/۴۵ مورد استفاده برای استخراج شکل ۱ به عنوان تخمینی برای یک گروه تصادفی از آزمایشگاه‌ها استفاده می‌شود. اگر چندین آزمایشگاه متعلق به یک گروه تضمین کیفیت بتوانند نشان دهند که S_r بین آزمایشگاهی آنها کوچکتر است،

آنگاه استفاده از S_r کوچکتر صحیح تر است. با این حال، S_r بین آزمایشگاهی تخمین زده شده 0.45 در غیاب چنین اطلاعاتی مورد استفاده قرار می گیرد. همچنین توجه داشته باشید که مشخص شده است که S_r بین آزمایشگاهی می تواند برای انواع خاصی از نمونه ها مانند سیمان آزبست بیشتر باشد [۲۳].

معمولاً غلظت هوابرد تخمین زده شده از آنالیز آزبست برای مقایسه با استانداردهای نظارتی استفاده می شود. برای مثال، اگر کسی بخواهد تطابق با استاندارد 0.5 فیبر/سی سی را با استفاده از یک نمونه مجزا که 100 فیبر روی آن شمارش شده است را نشان دهد، شکل ۱ نشان می دهد که استاندارد 0.5 فیبر/سی سی باید 213 درصد بیشتر از غلظت هوای اندازه گیری شده باشد. این نشان می دهد که اگر غلظت فیبر 0.16 فیبر بر سی سی (100 فیبر شمارش شده) را اندازه گیری کنید، میانگین شمارش فیبر توسط گروهی از آزمایشگاه ها (که آزمایشگاه انطباق ممکن است یکی از آنها باشد) 95 درصد احتمال دارد که کمتر از 0.5 الیاف / سی سی باشد، یعنی $0.16 \times 213 + 16 = 0.5$. از شکل ۱ می توان دریافت که مولفه پواسون تغییرپذیری چندان مهم نیست مگر اینکه تعداد فیبرهای شمارش شده کم باشد. بنابراین، یک تقریب بیشتر این است که به سادگی از 213 درصد و 49 درصد - به عنوان مقادیر اطمینان بالا و پایین میانگین برای شمارش 100 فیبر استفاده کنید.



شکل ۱. دقت بین آزمایشگاهی شمارش فیبر

منحنی های شکل ۱ با معادلات زیر تعریف می شوند:

$$UCL = \frac{2X + 2.25 + \sqrt{(2.25 + 2X)^2 - 4(1 - 2.25S_r^2)X^2}}{2(1 - 2.25S_r^2)}$$

$$LCL = \frac{2X + 4 - \sqrt{((4 + 2x)^2 - 4(1 - 4S_r^2)X^2)}}{2(1 - 4S_r^2)}$$

که در آن $S_r =$ انحراف استاندارد نسبی بین آزمایشگاهی ذهنی، که نزدیک به S_r بین آزمایشگاهی کل در زمانی است که تقریباً ۱۰۰ فیبر شمارش می شود، $X =$ کل الیاف شمارش شده در نمونه، $UCL =$ حد اطمینان بالای ۹۵ درصد، و $LCL =$ حد اطمینان پایین تر از ۹۵ درصد.

توجه: محدوده بین این دو حد، ۹۰ درصد از کل محدوده را نشان می دهد. همچنین می توان از یک رویکرد مشابه برای تعیین عدم قطعیت گسترش یافته در یک آزمایشگاه مجزا استفاده کرد. فرمول ذیل:

$$S_r = \frac{\sqrt{N + (0.2N)^2}}{N}$$

نشان می دهد که اگر n تعداد شمارش های گرفته شده در یک قرائت باشد، پس توزیع ذیل:

$$\frac{n - N}{\sqrt{n + S_r^2 N^2}}$$

اگرچه ناشناخته است، اما به مقدار ضعیفی به N بستگی دارد، زیرا میانگین و واریانس مستقل از N هستند. در واقع، از قرائت های بسیاری توسط تعدادی از کاربران میکروسکوپ، با N برابر با میانگین در بین کاربران میکروسکوپ، فواصل اطمینان به این صورت تعیین شد [۲۴]:

$$-1.8 \leq \frac{n - N}{\sqrt{N + S_r^2 N^2}} \leq +2.6$$

با حل دو معادله درجه دوم در دو حد افراطی برای N بر حسب n ، حدود اطمینانی که میانگین اجماع N را در بر می گیرد، با توجه به اندازه گیری های مجزای n به راحتی به دست می آید:

$$LCL[n] < N < UCL[n]$$

(۹۵ درصد حد اطمینان)، که در آن LCL و UCL توسط روابط ذیل بدست می آیند:

$$LCL[n] = \frac{2n + 2.6^2 - \sqrt{(2.6^2 + 2n)^2 - 4(1 - 2.6^2 S_r^2)n^2}}{2(1 - 2.6^2 S_r^2)}$$

$$UCL[n] = \frac{2n + 1.8^2 + \sqrt{(1.8^2 + 2n)^2 - 4(1 - 1.8^2 S_r^2)n^2}}{2(1 - 1.8^2 S_r^2)}$$

۹

توجه: در این فرمول ها سطح اطمینان از ۹۰ درصد به ۹۵ درصد افزایش یافته است. از این معادلات، محدودیت های اطمینان که برای هر دو مؤلفه محاسبه شده کاربر میکروسکوپ ذهنی و پواسون برای شمارش فیبرهای مختلف (جدول ۱) با در نظر گرفتن $S_r = 0.2$ محاسبه می شوند. اگر کنترل کیفیت ضعیف باشد، تغییرپذیری درون و بین کاربر میکروسکوپ ممکن است بیشتر باشد.

جدول ۱. $S_r = 0.2$ فاصله اطمینان ۹۵ درصد درون کاربر میکروسکوپ با یکسان در نظر گرفتن میانگین اجماع برای تعداد مختلف (n) الیاف در یک شمارش مجزا

عدد (n) برای الیاف	حد اطمینان پایین (LCL)	حد بالای اطمینان (UCL)	عدم قطعیت گسترش یافته $(\%)$
۵	۱/۶	۱۳	(-68;160)
۷	۲/۶	۱۶	(-63;129)
۱۰	۴/۲	۲۱	(-58;110)

(-50;85)	۳۷	۱۰	۲۰
(-42;70)	۸۵	۲۹	۵۰
(-38;63)	۱۶۳	۶۲	۱۰۰
(-36;60)	۳۱۹	۱۲۷	۲۰۰

توجه: همچنین فاصله اطمینان بیان شده به عنوان عدم قطعیت گسترش یافته نامتقارن حول π و نسبت بیان شده به π نشان داده شده است.

بودجه عدم قطعیت به استثنای خطاهای شمارش

عوامل مختلف به غیر از خطاهای شمارش می توانند تغییرات تصادفی در مقادیر اندازه گیری شده غلظت آربست ایجاد کنند [۳۵]. چنین عواملی در جدول ۲ مشخص شده اند.

جدول ۲. مثالی از بودجه عدم قطعیت برای متغیر بدون شمارش

متغیر	عدم قطعیت برآورد شده	مجذور عدم قطعیت
دبی نمونه برداری	۰/۰۳	۰/۰۰۰۸
زمان نمونه برداری	۰/۰۲	۰/۰۰۰۴
ریز سنج صفحه اصلی	۰/۰۱	۰/۰۰۰۱
کالیبراسون ساب مستر	۰/۰۱	۰/۰۰۰۱
کالیبراسیون گراتیکول	۰/۰۲	۰/۰۰۰۴
ناحیه فیلتر در معرض	۰/۰۵	۰/۰۰۲۵
مجموع مجذورات	-	۰/۰۰۴۳
ریشه دوم مجموع مجذورات = عدم قطعیت کلی	-	۰/۰۶۶
عدم قطعیت گسترش یافته (ضریب پوشش $k=2$)	-	۰/۱۳ یا ۱۳٪

عدم قطعیت در جدول ۲ به صورت یک چهارم به عدم قطعیت گسترش یافته کمک می کند. بنابراین، از آنجایی که ۱۳ درصد نسبت به مقادیر جدول ۱ کوچک است، ممکن است منطقی باشد که نتیجه بگیریم که سهم خطاهای بدون شمارش در کل عدم قطعیت ها در مقایسه با خطاهای پواسون و ذهنی معنی دار نیست.

توجه ۱: خطاهای بدون شمارش تنها در صورتی قابل چشم پوشی هستند که به طور مداوم کنترل شوند.

توجه ۲: رسوب ناهمگن غبار روی فیلتر منجر به خطاهای فاحشی می شود که بزرگی آن را نمی توان تخمین زد. شمارش ۲۰ میدان یا بیشتر تضمین می کند که واگرایی جزئی از تصادفی بودن نتیجه را سوگیرانه نمی کند.

منابع

- [۱]NIOSH [۱۹۷۹]. USPHS/NIOSH Membrane Filter Method for Evaluating Airborne Asbestos Fibers. By Leidel NA, Bayer SG, Zumwalde RD, Busch KA. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. ۱۲۷-۷۹
- [۲]Baron P, Pickford PA, Pickford GC [۱۹۸۶]. An asbestos sample filter clearing procedure. Appl Ind Hyg ۱:۱۶۹-۱۷۱, ۱۹۹
- [۳]LeGuen JMM, Galvin S [۱۹۸۱]. Clearing and mounting techniques for the evaluation of asbestos fibers by the membrane filter method. Ann Occup Hyg ۲۴:۲۷۳-۲۸۰
- [۴]Lee EG, Pang TWS, Nelson J, Andrew M, Harper M [۲۰۱۱]. Comparison of mounting methods for the evaluation of fibers by phase contrast microscopy. Ann Occup Hyg ۶۵:۷۰۵-۷۱۴
- [۵]OSHA [۱۹۹۴]. ۲۹CFR Part ۱۹۱۰.۱۰۰۱ Occupational Exposure to Asbestos. Washington, DC: U.S. Department of Labor, Occupational Safety and Health Administration.

[٦] McCrone W, McCrone L, Delly J [١٩٧٨]. Polarized light microscopy. Ann Arbor, MI: Ann Arbor Science.

[٧] Rooker SJ, Vaughn NP, LeGuen JM [١٩٨٢]. On the visibility of fibers by phase contrast microscopy. Am Ind Hyg Assoc J ٤٣:٥٠٥-٥١٥

[٨] Kenney LC, Rood AP, Blight BJN [١٩٨٧]. A direct measurement of the visibility of amosite asbestos fibres by phase contrast optical microscope. Ann Occup Hyg ٣٣:٢٦١-٢٦٤

[٩] Harper M, Lee EG, Doorn SS, Hammond O [٢٠٠٨]. Differentiating non-asbestiform amphibole and amphibole asbestos by size characteristics. J Occup Envir Hyg ٥:٧٦١-٧٧٠

[١٠] Lee EG, Nelson J, Kashon M, Harper M [٢٠١٥]. Evaluation of the dark-medium objective lens in counting asbestos fibers by phase contrast microscopy. Ann Occup Hyg ٥٩:٦١٦-٦٢٨

[١١] Baron P, Deye G [١٩٩٠]. Electrostatic effects in asbestos sampling: parts I and II. Am Ind Hyg Assoc J ٥١:٥١-٦٩

[١٢] ISO [٢٠١٣]. ISO ١٣-١٣١٣٧ Workplace atmospheres -- Pumps for personal sampling of chemical and biological agents -- Requirements and test methods. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardisation.

[١٣] Johnston AM, Jones AD, Vincent JH [١٩٨٢]. The influence of external aerodynamic factors on the measurement of the airborne concentration of asbestos fibers by the membrane filter method. Ann Occup Hyg ٢٥:٣٠٩-٣١٦

[١٤] Beckett ST [١٩٨٠]. The effects of sampling practice on the measured concentration of airborne asbestos. Ann Occup Hyg ٢٣:٢٥٩-٢٧٢

[١٥] Cherrie J, Jones AD, Johnston AM [١٩٨٦]. The influence of fiber density on the assessment of fiber concentration using the membrane filter method. Am Ind Hyg Assoc J ٤٧(٨):٤٦٥-٤٧٤

[١٦] Lee EG, Nelson J, Hintz PJ, Joy G, Andrew ME, Harper M [٢٠١٠]. Field performance of the CATHIA-T sampler and two cyclones against the standard cowled sampler for thoracic fiber concentrations. Ann Occup Hyg ٥٥:٦٠٤-٦١٥

[١٧] NIOSH [١٩٧٧]. P&CAM ٢٣٩. In: Taylor DG, ed. NIOSH manual of analytical methods, ٣rd ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW(NIOSH) Publication No. ١٥٧-٧٧-A.

[١٨] AIA [١٩٧٩]. AIA Health and Safety Recommended Technical Method ١#: airborne asbestos fiber concentrations at workplaces by light microscopy. London, England: Asbestos International Association.

[١٩] Crane D, Harper M [٢٠١١]. The phase-shift test slide. https://www.aiha.org/Registries/aar/Documents/Phase٢٠%Shift%٢٠%Interpretation٢٠%OSHA%٢٠NIOSH_٢٠١١_٠٤_١١.pdf.

[٢٠] Abell MS, Shulman SA, Baron P [١٩٨٩]. The quality of fiber count data. Appl Ind Hyg ٤:٢٧٣-٢٨٥

[٢١] AIA [١٩٨٣]. A study of the empirical precision of airborne asbestos concentration measurements in the workplace by the membrane filter method. Arlington, VA: Asbestos Information Association, Air Monitoring Committee.

[٢٢] NIOSH [١٩٧٦]. Revised Recommended Asbestos Standard. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health DHEW (NIOSH) Publication No. ١٦٩-٧٧

[٢٣] IOM [١٩٨٢]. A comparison of the effects of different counting rules and aspect ratios on the level and reproducibility of asbestos fiber counts. Part I: effects on level and Part II: effects on reproducibility. By Crawford NP, Thorpe HL, Alexander W. Edinburgh, Scotland: Institute of Occupational Medicine.

[٢٤] HSE [١٩٨٢]. Health and Safety Executive research paper ١٨: the reproducibility of fiber counts. By Ogden TL. Sheffield, England: Health and Safety Laboratory, Health and Safety Executive.

[٢٥] Schlecht PC, Schulman SA [١٩٨٦]. Performance of asbestos fiber counting laboratories in the NIOSH Proficiency Analytical Testing (PAT) Program. Am Ind Hyg Assoc J ٤٧:٢٥٩-٢٦٦

[٢٦] Edwards GH, Lynch JR [١٩٦٨]. The method used by the Public Health Service, for enumeration of asbestos dust on membrane filters. Ann Occup Hyg ٦:١١:١

[27] Lane RE, Barnes JM, Roach SA, Smith S, Addingley CG, Holmes S, Hunt R, Knox JF, King E [1968]. Hygiene standard for chrysotile asbestos dust. Ann Occup Hyg 11:47 -49.

[28] NIOSH [1972]. NIOSH criteria for a recommended standard: occupational exposure to asbestos. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health Education and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 72-10267.

- [29] Royal Commission on Matters of Health and Safety Arising from the Use of Asbestos in Ontario. Measurement of asbestos fiber concentrations in workplace atmospheres: Study No. 9. By Chatfield, EJ. Toronto, Ontario.
- [30] Walton WH [1982]. The nature, hazards, and assessment of occupational exposure to airborne asbestos dust: a review. Ann Occup Hyg 25:115–247.
- [31] LeGuen JMM, Ogden TL, Shenton-Taylor T [1984]. The phase-shift test slide. Ann Occup Hyg 28:237- 247.
- [32] Taylor DG, Baron PA, Shulman SA, Carter JW [1984]. Identification and counting of asbestos fibers. Am Ind Hyg Assoc J 45:84–88.
- [33] Pang TWS, Harper M [2008]. The quality of fiber counts using improved slides with relocatable fields. J Environ Monit 10:89-95.
- [34] Harper M, Slaven JE, Pang TWS [2009]. Continued participation in an asbestos fiber counting proficiency test with relocatable grid slides. J Environ Monit 11:434-438.
- [35] ISO [2014]. ISO 8672-14[E] Air quality — determination of the number concentration of airborne inorganic fibres by phase contrast optical microscopy — membrane filter method. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardisation.
- [36] Baron PA, Shulman SA [1987]. Evaluation of the Magiscan image analyzer for asbestos fiber counting. Am Ind Hyg Assoc J 48:39-46.
- [37] Pang TWS [2000]. Precision and accuracy of asbestos fiber counting by phase contrast microscopy. Am Ind Hyg Assoc J 61:529–538.
- [38] Harper M, Bartolucci A [2003]. Preparation and examination of proposed consensus reference standards for fiber-counting. Am Ind Hyg Assoc J 64:283-287.
- [39] WHO [1985]. Reference methods for measuring airborne man made mineral fibers (MMMF). By: The WHO/EURO Technical Committee for Monitoring and Evaluating Airborne MMMF. Copenhagen, Denmark: World Health Organization.
- [40] NIOSH [1977]. NIOSH criteria for a recommended standard: occupational exposure to fibrous glass. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Center for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-152.

نویسنده روش:

Paul A. Baron, PhD, NIOSH; Revised by Martin Harper, PhD, CIH, FAIHA, CChem, FRSC, NIOSH (retired) and Rosa Key-Schwartz, PhD, NIOSH.

سلب مسئولیت: ذکر نام هیچ شرکت یا محصولی به منزله تأیید آن توسط NIOSH نیست. علاوه بر این، استناد به وبسایت‌های خارج از NIOSH به منزله تأیید سازمان‌های حامی یا برنامه‌ها یا محصولات آن‌ها به وسیله NIOSH نیست. علاوه بر این، NIOSH مسئولیتی در قبال محتوای این وبسایت‌ها ندارد. همه آدرس‌های وب ذکر شده در این سند از تاریخ انتشار قابل دسترسی بودند.

جدول ۳. اعداد CAS برای آنالیت‌ها

نام	شماره CAS
اکتینولیت	[77536-66-4]
فرواکتینولیت	[15669-07-5]
آموزیت	[12172-73-5]
آنتوفیلیت	[77536-67-5]
کریزوتیل	[12001-29-5]
کروسیدولیت	[12001-28-4]
ترمولیت	[77536-68-6]
آزبست آمفیبول	[1332-21-4]
الیاف سرامیکی نسوز	[142844-00-6]

ضمیمه A: کالیبراسیون گراتیکول

- قبل از تنظیم هر گراتیکول، کالیبراسیون زیر باید انجام شود تا یک ناحیه شمارش (D) به قطر ۱۰۰ میکرومتر در صفحه تصویر به دست آید. قطر، d_c ، بر حسب میلی متر، ناحیه شمارش دایره ای و قطر دیسک باید هنگام سفارش گراتیکول مشخص شود.
۱. هر گراتیکول موجود را داخل چشمی قرار دهید و فوکوس کنید تا خطوط گراتیکول واضح و شفاف باشند.
 ۲. فاصله بین مردمک مناسب را تنظیم کنید و در صورت امکان تنظیم سر دوچشمی را مجدداً تنظیم کنید تا بزرگنمایی ثابت بماند.
 ۳. لنز شیئی فازی ۴۰x تا ۴۵x را نصب کنید.
 ۴. یک ریزسنگ مرحله ای را روی صفحه جسم میکروسکوپ قرار دهید و میکروسکوپ را روی خطوط مدرج متمرکز کنید.
 ۵. طول شبکه بزرگ شده گراتیکول، L_o ، بر حسب میلی متر، را با استفاده از ریزسنگ صفحه اندازه گیری کنید.
 ۶. گراتیکول را از میکروسکوپ خارج کرده و طول شبکه واقعی آن، L_a ، بر حسب میلی متر، را اندازه بگیرید. این را می توان با استفاده از یک صفحه مجهز به درجه بندی جزئی به بهترین نحو انجام داد.
 ۷. قطر دایره، d_c ، بر حسب میلی متر، را برای گراتیکول والتون بکت محاسبه کنید:

$$d_c = \frac{L_a}{L_o} \times D$$

- مثال: اگر $L_o = 112$ میکرومتر، $L_a = 4.5$ میلی متر، و $D = 100$ میکرومتر، پس $d_c = 4.2$ میلی متر.
۸. قطر میدان، D (محدوده قابل قبول ۱۰۰ میکرومتر ± 2 میکرومتر) را با یک ریزسنگ صفحه پس از دریافت گراتیکول از سازنده بررسی کنید. مساحت میدان را تعیین کنید (محدوده قابل قبول ۰.۰۷۵۴ میلی متر مربع تا ۰.۰۸۱۷ میلی متر مربع می باشد).
- ضمیمه B: تعیین توانایی کاربر میکروسکوپ برای مشاهده، اندازه گیری و شمارش الیاف با استفاده از روکش های شبکه ای قابل جابجایی (غیر اجباری)

۱. لام های مرجع به صورت تجاری در دسترس هستند که از فیلترهای تست مهارت کریزوتیل یا آموزیت به دست آمده از طرح آزمایش تحلیلی مهارت بهداشت صنعتی (IHPAT) از تست تحلیلی مهارت انجمن بهداشت صنعتی آمریکا، LLC [37] ساخته شده اند. هر اسلاید با یک محیط Euparal دائمی پایه گذاری شده است و با یک لام پوششی توری قابل جابجایی پوشانده شده است. الیاف قابل مشاهده در هر دهانه شبکه مشخص شده و مکان آنها در رسم هر دهانه مشخص شده است. هویت، شماره و موقعیت هر فیبر توسط میکروسکوپ دوم تایید شده است. نشان داده شده است که دقت این راستی آزمایی در حدود ۳ درصد از مقادیر اجماع تعیین شده توسط کاربران میکروسکوپ متعدد، به طور جداگانه و با هم است [۳۸]. این گونه لام ها در این روش به عنوان لام های تست قابل جابجایی استاندارد نامیده می شوند و به روش های مختلفی برای بهبود و ارزیابی کیفیت شمارش الیاف استفاده می شوند.
۲. توجه: همچنین می توان لام های آزمایشی قابل جابجایی استاندارد را در آزمایشگاه از نمونه های PAT یا میدانی با استفاده از لام های پوششی شبکه ای قابل جابجایی تجاری موجود ساخت. با این کاغذهای پوششی می توان از پاکسازی فیلتر یاروش پایه گذاری لام استفاده کرد، اما روش DMF/استیک اسید Euparal نشان داده است که لام ها را با پایداری طولانی مدت ارائه می کند. الیاف در هر شبکه توسط حداقل دو کاربر میکروسکوپ به شرح بالا شناسایی، علامت گذاری و تایید می شوند.
۳. فیبرها را در هر میدان تعیین شده بشمارید و شمارش را به توضیحات لام همراه ارجاع دهید. یک امتیاز را از تعداد اختلاف مطلق بین فیبرهای گزارش شده و تایید شده در هر میدان، همانطور که در زیر نشان داده شده است، محاسبه کنید:

$$Score = \left(1 - \frac{\text{number of discrepancies}}{\text{number of verified fibers}}\right) \times 100$$

۴. کاربران میکروسکوپ باید امتیاز مغایرت بیش از ۷۰ را برای لام حاوی الیاف آموزیت و بیش از ۵۰ را برای لام حاوی الیاف کریزوتیل از طرح AIHA IHPAT (یا بیش از ۷۰ برای لام تهیه شده از نمونه های میدانی کریزوتیل) بدست آورند. این معیارهای امتیازدهی

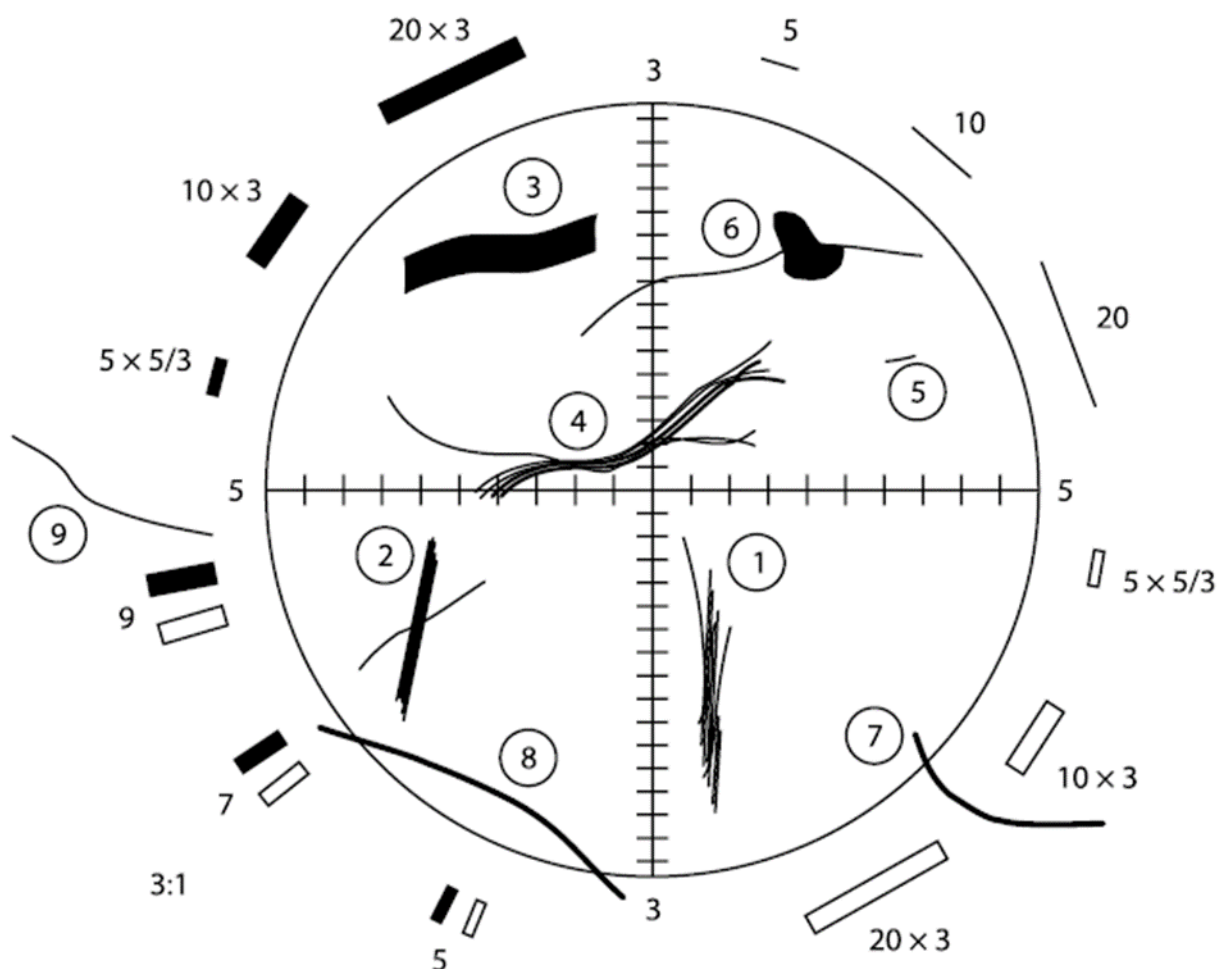
بر اساس نتایجی است که در مطالعات دوره ای و برنامه های آزمون مهارت به دست آمده اند. اگر این امتیازات به دست نیامد، از افسر تضمین کیفیت انتظار می رود که با کاربر میکروسکوپ کار کند تا توضیحات لازم را برای تعیین علت بررسی کند و سپس سعی کند با تکرار تنظیم میکروسکوپ توسط کاربر میکروسکوپ یا آموزش مجدد، وضعیت را اصلاح کند.

توجه: نشان داده شده است که تعداد اختلافات مطلق به صورت خطی با مجموع خطاهای شمارش مرتبط است [۳۷]. اختلافات مثبت عمدتاً به دلیل اندازه الیاف اضافی (به ویژه آمفیبول ها) است. اختلافات منفی عمدتاً به دلیل نظارت بر الیاف (به ویژه کریزوتیل) است. فیلترهای کریزوتایل از برنامه AIHA IHPAT حاوی تعداد زیادی الیاف با عرض باریک نزدیک به حد تشخیص هستند و بنابراین یک آزمایش بسیار قوی از دقت بینایی و تمرکز ارائه می دهند. در تئوری، برای کاربران میکروسکوپ باید کسب نمرات اختلاف بالا با استفاده از لام های ساخته شده از نمونه های کریزوتایل PAT ممکن باشد، اما نمره اختلاف بالای ۵۰ برای اطمینان از اینکه کاربر میکروسکوپ قادر به دیدن اکثر الیاف گسترده تر نمونه های میدانی معمول می باشد، کافی است.

۵. شمارش های مکرر فیبر به دست آمده از لام های آزمایشی قابل جایجایی استاندارد می تواند برای مستندسازی دقت آزمایشگاه برای هر کاربر میکروسکوپ، در هر مرحله ۱۳ استفاده شود. اگر شمارش های مکرر از میدان های خاص مورد استفاده قرار گیرند، دقت درون و بین کاربر میکروسکوپ حاصل بهبود می یابد زیرا سهمی از انتخاب مناطق میدانی برای شمارش وجود نخواهد داشت.

ضمیمه C: مقایسه قواعد شمارش

شکل ۲ یک گرتیکول والتون بکت را که از طریق میکروسکوپ دیده می شود نشان می دهد. این یک گرتیکول نوع G22 با نسبت ۳:۱ است که کمک بهینه ای را برای این قواعد شمارش ارائه می دهد. قواعد همانطور که در مورد اشیاء برجسته گذاری شده در شکل اعمال می شوند، مورد بحث قرار خواهند گرفت.



این قواعد گاهی اوقات به عنوان قواعد "A" مورد اشاره قرار می گیرند:

شیء	شمارش	بحث
۱	۱ فیبر	الیاف آزیست قابل مشاهده نوری در واقع دسته هایی از فیبرهای نازک هستند. اگر به نظر می رسد که فیبرهای ریز از یک دسته هستند، شی به عنوان یک فیبر منفرد شمارش می شود. با این حال، توجه داشته باشید که تمام اشیایی که معیارهای طول و نسبت ظاهری را دارند، اعم از اینکه به نظر آزیست باشند یا نباشند، شمارش می شوند.
۲	۲ فیبر	اگر الیاف دارای معیارهای طول و نسبت ظاهری (طول < 5 میکرومتر و نسبت طول به عرض < 3 به ۱) همپوشانی داشته باشند، اما به نظر نمی رسد که بخشی از یک دسته باشند، به عنوان الیاف جداگانه شمارش می شوند.
۳	۱ فیبر	اگرچه این شی دارای قطر نسبتاً زیادی است (بیش از ۳ میکرومتر)، اما طبق قوانین به عنوان یک فیبر در نظر گرفته می شود. در قواعد شمارش هیچ حد بالایی برای قطر فیبر وجود ندارد. توجه داشته باشید که عرض فیبر در وسیع ترین بخش فشرده شی اندازه گیری می شود.
۴	۱ فیبر	اگرچه فیبرهای ریز بلند ممکن است از بدنه فیبر بیرون بیایند، اما اگر به نظر برسد که در اصل بخشی از دسته بوده اند، این فیبرها بخشی از فیبر در نظر گرفته می شوند.
۵	شمارش نکنید	اگر طول شی ≥ 5 میکرومتر باشد، شمارش نمی شود
۶	۱ فیبر	فیبری که تا حدی توسط یک ذره پوشیده شده باشد به عنوان یک فیبر شمارش می شود. اگر انتهای فیبر که از یک ذره ناشی می شود به نظر نمی رسد که از فیبر یکسانی باشد و هر انتهای آن معیارهای طول و نسبت ظاهری را داشته باشد، آنها به عنوان الیاف جداگانه شمارش می شوند.
۷	۱/۲ فیبر	فیبری که یک بار وارد ناحیه گراتیکول می شود به عنوان ۱/۲ فیبر محاسبه می شود.

۸	شمارش نکنید	الیافی که بیش از یک بار از مرز گراتیکول عبور می کنند را نادیده بگیرید.
۹	شمارش نکنید	الیافی که خارج از مرز گراتیکول قرار دارند را نادیده بگیرید.

توجه ۱: روش OSHA ID-160 قوانین شمارش کمی متفاوت دارد، به عنوان مثال. قانون ۵: اگر شیء ≥ 5 میکرومتر باشد، شمارش نمی شود، به این صورت می شود: اگر جسم کمتر از ۵ میکرومتر باشد، شمارش نمی شود. در عمل، این تفاوت های جزئی احتمالاً غلظت های محاسبه شده را تا حدی تغییر نمی دهند که تصمیمات مبتنی بر آن غلظت ها تحت تأثیر قرار گیرد، اما این نظریه آزمایش نشده است.

توجه ۲: الیاف با عرض بیشتر از ۳ میکرومتر در این روش گنجانده شده است. برخی از روش های دیگر برای شمارش الیاف آزمون، شمارش را فقط به الیافی با عرض ۳ میکرومتر یا کمتر محدود می کنند، زیرا این الیاف به احتمال زیاد به راه های هوایی برونشیا و پایین تر نفوذ می کنند. با این حال، راندمان ورودی کلاهک اثر مشابهی دارد زیرا حداکثر قطر الیاف ورودی به کاست را محدود می کند، بنابراین انتظار می رود تأثیر این قاعده شمارش ابعادی اضافی بر تعداد کل فیبر کم باشد. هرگونه سوگیری ناشی از عدم اعمال محدوده عرض بالایی نیز محافظه کارانه است (یعنی غلظت ها بیشتر ارزیابی می شوند).

ضمیمه D: قواعد شمارش جایگزین برای الیاف غیر آزمون

سایر قواعد شمارش ممکن است برای اندازه گیری انواع الیاف غیر آزمون خاص، مانند شیشه فیبری مناسب تر باشد. اینها شامل قواعد ارائه شده در زیر (قوانین "B" از روش NIOSH 7400، ویرایش شماره ۲، مورخ ۱۹۸۷/۰۸/۱۵)، روش مرجع سازمان بهداشت جهانی برای الیاف معدنی مصنوعی [۳۹]، و روش مستند معیارهای شیشه فیبری NIOSH است [۴۰]. حد بالای قطر در این روش ها از اندازه گیری الیاف غیر توراسیک جلوگیری می کند. توجه به این نکته ضروری است که حدود نسبت ظاهری در این روش ها متفاوت است. گراتیکول هایی که برای شمارش بر اساس این قوانین طراحی شده اند در دسترس هستند (به عنوان مثال Walton-Beckett Type G24). OSHA استفاده از قواعد شمارش جایگزین یا «B» را که در زیر برای همه الیاف شیشه ای مصنوعی (MMVF) ارائه شده است، توصیه می کند. تأکید می شود که ترکیبی از مجموعه های مختلف قواعد شمارش مجاز نیست. به طور خاص گزارش دهید که کدام مجموعه از قواعد شمارش با نتایج تحلیلی استفاده می شود.

قواعد شمارش "B".

۱. فقط انتهای الیاف را بشمارید. هر فیبر باید بلندتر از ۵ میکرومتر و با قطر کمتر از ۳ میکرومتر باشد.

۲. فقط انتهای الیاف با نسبت طول به عرض برابر یا بیشتر از ۵:۱ را بشمارید.

۳. هر انتهای فیبری را که در ناحیه گراتیکول قرار می گیرد به عنوان یک انتها بشمارید، مشروط بر اینکه فیبر قواعد ۱ و ۲ در بالا را رعایت کند. اگر بخش فیبر تقسیم شده نیز معیارهای قواعد ۱ و ۲ در بالا را برآورده می کند، در صورت لزوم، انتهای تقسیم شده را به تعداد اضافه کنید.

۴. وقتی که به نظر می رسد فیبر به ذره دیگری متصل است، بدون توجه به اندازه ذره دیگر، انتهای مرئی آزاد که قواعد ۱ و ۲ در بالا را رعایت می کنند را بشمارید. اگر قطر ذره ای که انتهای فیبر را پوشانده کمتر از ۳ میکرومتر باشد، انتهای فیبری را که توسط ذره دیگری پوشیده شده است، بشمارید.

۵. انتهای آزاد الیاف ناشی از توده ها و دسته های بزرگ را تا حداکثر ۱۰ انتها (۵ الیاف) بشمارید، مشروط بر اینکه هر بخش با قواعد ۱ و ۲ بالا مطابقت داشته باشد.

۶. به اندازه کافی میدان های گراتیکول را بشمارید تا ۲۰۰ انتهای حاصل شود. حداقل ۲۰ میدان گراتیکول را بشمارید. بدون در نظر گرفتن شمارش، در ۱۰۰ میدان گراتیکول توقف کنید.

۷. شمارش کل انتهای را بر ۲ تقسیم کنید تا شمارش فیبر حاصل شود.

ضمیمه E: حدود معادل تشخیص و کمیت

تراکم فیبر روی فیلتر* (الیاف در هر ۱۰۰ میدان)	تراکم فیبر روی فیلتر* (الیاف / میلی متر مربع) (الیاف در هر ۱۰۰ لیتری)	غلظت فیبر در هوا، f/cc (نمونه هوای ۱۰۰۰ لیتری)	غلظت فیبر در هوا، f/cc (نمونه هوای ۴۰۰ لیتری)
۲۰۰	۲۲۵	۰/۲۵	۰/۱۰
۱۰۰	۱۲۷	۰/۱۲۵	۰/۰۵
LOQ 80	۱۰۲	۰/۱۰	۰/۰۴
۵۰	۶۴	۰/۰۶۲۵	۰/۰۲۵
۲۵	۳۲	۰/۰۳	۰/۰۱۲۵
۲۰	۲۵	۰/۰۲۵	۰/۰۱۰
۱۰	۱۲/۷	۰/۰۱۲۵	۰/۰۰۵
۸	۱۰/۲	۰/۰۱۰	۰/۰۰۴
LOD ۵/۵	۷	۰/۰۰۶۷۵	۰/۰۰۲۷

* برای فیلترهای نسبتاً تمیز (ذرات کوچک به غیر از الیاف) منطقه موثر جمع آوری فیلتر ۳۸۵ میلی متر مربع و مساحت میدان = ۰,۰۷۸۵ میلی متر مربع را در نظر می گیرد.

ضمیمه F: P&CAM 239 الیاف آزیست در هوا [۱۷]

آنالیت: الیاف آزیست	شماره روش: P&CAM 239
ماتریس: هوا	محدوده: ۱، ۰-۶۰ الیاف/سانتی متر مکعب
روش: جمع آوری فیلتر، شمارش میکروسکوپی	دقت (CV _T): ۰/۲۴ تا ۰/۳۸
تاریخ صدور: ۷۷/۳/۳۰	طبقه بندی: D (عملیاتی)

۱. قاعده کلی روش

۱.۱ این روش تجهیزات و روش های جمع آوری، پایه گذاری و شمارش الیاف آزیست روی فیلترهای غشایی استر سلولزی را در ارزیابی نمونه های فردی الیاف آزیست در هوا توصیف می کند. هدف این روش تعیین شاخص مواجهه کارکنان با الیاف آزیست در هوا است. این روش در درجه اول یک تکنیک پایش شخصی است، اما می تواند برای پایش میدانی مورد استفاده قرار گیرد.

۱.۲ نمونه با کشیدن هوا از میان فیلتر غشایی با استفاده از یک پمپ نمونه برداری فردی دارای باتری جمع آوری می شود. فیلتر از یک غشای جامد مات به یک ژل شفاف نوری همگن تبدیل می شود. الیاف با استفاده از میکروسکوپ کنتراست فازی با بزرگنمایی ۴۰۰-۴۵۰ برابر سایزبندی و شمارش می شوند.

۱.۳ تعاریف. الیاف آزیست از نظر شمارش به ذراتی گفته می شود که دارای ابعاد فیزیکی بیشتر از ۵ میکرومتر و نسبت طول به قطر ۳ به ۱ یا بیشتر باشد. آزیست شامل کریزوتایل، کومینگتونیت-گرونریت (آموزیت)، کروسیدولیت، ترمولیت فیبری، آنتوفیلیت فیبری و اکتینولیت فیبری است.

۱.۴ هر آزمایشگاهی که سعی در استفاده از این روش دارد باید حداقل یک فرد شمارنده باشد که در یک دوره آموزشی که توسط یک آزمایشگاه مجرب و ماهر برگزار می شود شرکت کند. شمارنده های تازه کار و آموزش ندیده، تنها با استفاده از دستورالعمل های منتشر شده، می توانند به راحتی تعداد نیمی از شمارش های انجام شده توسط شمارنده های مجرب و ماهر را به دست آورند. تفاوت های بزرگ بین آزمایشگاه ها می تواند ناشی از موارد زیر باشد: (۱) تفاوت در تکنیک و توانایی مشاهده در بین شمارنده ها و (۲) تفاوت های کوچک، اما قابل توجه بین میکروسکوپ های مطابق با مشخصات اساسی بخش ۶.۲. روش های زیر توصیه می گردد: ۱.۴.۱ همه کاربران میکروسکوپی که شمارش آزیست را انجام می دهند باید حداقل هر سه ماه یکبار برای یک "کارگاه شمارش آزیست" گرد هم بیایند.

۱.۴.۲ هر کاربر میکروسکوپ باید سری یکسانی از لام ها را شمارش کند و نتایج با هم مقایسه شود.

۱.۴.۳. تفاوت های بین شمارنده ها باید با شمارش کنار هم میدان ها توسط شمارنده های مختلف رفع شود.

۱.۴.۴. افرادی که در طی چندین جلسه ثابت می شود که داده های خارج از محدوده بدست می آورند، باید به نسبت به پیگیری وظایف دیگر در آزمایشگاه های مربوطه خود ترغیب شوند.

۲. محدوده و حساسیت

۱.۲. محدوده قابل استفاده در درجه اول تابعی از حجم نمونه، مساحت میدان شمارش میکروسکوپ و ذرات پس زمینه هوا برد است. تأثیر این متغیرها در ۸.۱.۳ مورد بحث قرار گرفته است. برای مساحت میدان شمارش میکروسکوپ 0.003 میلی متر مربع (شکل ۱ را ببینید) و نرخ جریان پمپ $1/7$ لیتر در دقیقه، تراکم های الیاف بهینه در محدوده 0.4 فیبر بر سانتی متر مکعب (نمونه ۸ ساعته) تا حدود 60 فیبر در سانتی متر مکعب (نمونه 15 دقیقه ای) ایجاد می شود. برای مساحت میدان 0.006 میلی متر مربع (شکل ۲ را ببینید) و سرعت جریان پمپ $1/7$ لیتر در دقیقه، محدوده بهینه 0.2 فیبر بر سانتی متر مکعب (نمونه ۸ ساعته) تا حدود 30 فیبر بر سانتی متر مکعب (نمونه 15 دقیقه ای) است. در هر مورد، حدود تشخیص بهینه با میزان دبی پمپ نسبت معکوس دارد. حد تشخیص بالا را می توان با استفاده از زمان های نمونه کمتر از 15 دقیقه یا استفاده از میزان دبی های پایین تر افزایش داد. حد تشخیص پایین را می توان با افزایش میزان دبی تا حدود $2/5$ لیتر در دقیقه افزایش داد. تراکم های الیاف سطح فیلتر کمتر از حد مطلوب (کمتر از حدود 0.5 تا $1/0$ فیبر در هر میدان شمارش) همچنان کافی هستند، اما منجر به کاهش دقت برای روش خواهد شد (افزایش ضریب تغییرات، به بخش ۴ مراجعه کنید). حداقل شمارش کل فیبر در 100 میدان که برای کمی سازی قابل اطمینان کافی در نظر گرفته می شود، 10 فیبر است. بنابراین، حد پایین کمیت قابل اطمینان 0.1 فیبر بر سانتی متر مکعب (100000 فیبر بر سانتی متر مکعب) است. برای این اندازه، میزان دبی حدود $2/5$ لیتر در دقیقه توصیه می شود. برای مساحت میدان 0.003 میلی متر مربع، حداقل زمان نمونه برداری حدود 2 ساعت خواهد بود. برای مساحت میدان 0.006 میلی متر مربع، حداقل زمان نمونه برداری حدود 1 ساعت خواهد بود.

۲.۲. این روش فقط الیافی با نسبت طول به قطر 3 به 1 یا بیشتر و طول بیشتر از 5 میکرومتر را در نظر می گیرد.

۳. تداخلات

در اتمسفری که حاوی آذیبست است، تمام ذرات با نسبت طول به قطر 3 به 1 یا بیشتر و طول بیشتر از 5 میکرومتر، در غیاب اطلاعات دیگر، باید به عنوان الیاف آذیبست در نظر گرفته شوند و به عنوان الیاف شمارش شوند.

۴. دقت و صحت

۴.۱. در دهه گذشته، تعدادی مقاله منتشر شده است که منابع اختلاف در روش نمونه برداری و شمارش آذیبست را بررسی می کند. این مقالات عبارتند از:

Lynch et al. (11.1), Weidner and Ayer (11.2), Conway and Holland (11.3), Leidel and Busch (11.4), Beckett and Attfield (11.5), and Rajhans and Bragg (11.6)

منابع اختلاف در مراحل ارزیابی فیلتر غشایی مورد بحث قرار خواهند گرفت.

۴.۲. منابع اختلاف در فرآیند نمونه برداری. اینها شامل اختلافات در میزان دبی پمپ، نزدیکی فیلتر به بدن کارگر و محل فیلتر (از چپ به راست) در ناحیه تنفس کارگر است.

۴.۲.۱. بخش 9.1 مستلزم آن است که پمپ نمونه برداری فردی با دقت کافی کالیبره شود به طوری که حدود اطمینان 95 درصد در میزان دبی ± 10 باشد. این میزان معادل ضریب تغییرات (CV) در حدود 5 درصد است. با این حال، این CV به دلیل CV نسبتاً بزرگ روش شمارش، سهم ناچیزی در CV کل روش دارد.

۴.۲.۲. Conway و Holland (11.3) به این نتیجه رسیدند که قرار گرفتن کاست فیلتر بر روی کاربر (با توجه به بخش های زاویه ای فیلتر و نزدیکی آنها به کاربر) عامل مهمی در تعیین توزیع فیبر روی فیلترها نیست.

۴.۲.۳. Weidner و Ayer (11.2) به این نتیجه رسیدند که بین نمونه های جمع آوری شده در سمت راست یا چپ ناحیه تنفسی یا بین نمونه های جمع آوری شده در کنار هم، به ویژه برای نمونه هایی با غلظت های کمتر از 2.5 فیبر بر سانتی متر مکعب، تفاوت محسوسی وجود ندارد.

۴.۳. منابع اختلاف در روش شمارش

۴,۳,۱. تغییرات تصادفی در توزیع فیبر بر روی یک گوه فیلتر (تغییرپذیری درون گوه) وجود دارد. متون بهداشت صنعتی در ۲۰ سال گذشته بحث های قابل توجهی را در مورد اینکه آیا توزیع گرد و غبار معدنی یا الیاف آربست روی سطح فیلتر به اندازه کافی توسط تابع چگالی احتمال توزیع پواسون توصیف می شود یا خیر، شاهد بوده است. Leidel و Busch (۱۱,۴) تطابق بسیار خوبی بین واریانس خطای تجربی و واریانس نظری محاسبه شده از فرض شمارش های واقعی توزیع شده پواسون پیدا کردند. آنها به این نتیجه رسیدند که اختلاف بیش از حدی بین میدان های شمارش برای یک گوه فیلتر وجود ندارد و انباشتگی الیاف (بهم آمیختگی غیر تصادفی) رخ نداد.

۴,۳,۲. تغییراتی در توزیع الیاف در سطح کل فیلتر (تغییرپذیری بین گوه ای) به دلیل توزیع تصادفی یا غیر تصادفی الیاف در سطح کل فیلتر وجود دارد. این نوع اختلاف به راحتی با اختلافات درون گوه ای اشتباه گرفته می شود. روش شمارش نیازی به شمارش چندین بخش از فیلتر ندارد. ممکن است بین میانگین شمارش ها برای گوه های مختلف تفاوت های قابل توجهی وجود داشته باشد، یا تغییرات توزیع فیبر برای سطح کل فیلتر ممکن است بیشتر از اختلافات توزیع پواسون باشد. اگر هر یک از اینها به صورت تجربی رخ دهد، باید از تغییرات تجربی برای تخمین حداقل دقت روش شمارش استفاده کرد. حداقل دقت توسط اختلافات توزیع فیبر در سطح کل فیلتر کنترل می شود.

Conway و Holhind (۱۱,۳) به این نتیجه رسیدند که توزیع الیاف روی فیلترها یکنواخت نیست و توزیع شمارش فیبر پراکنده تر از پواسون است. برای فیلترهایی که دارای اختلافات قابل توجهی در غلظت الیاف بین بخش ها بودند (تا حد ۵۰-۶۰٪ از میانگین کل فیلتر)، آنها رابطه زیر را برای انحراف استاندارد تعداد کل الیاف شمارش شده بر روی گوه (N) توصیف کردند.

$$empirical\ s(N) = 1.6(N)^{1/2}$$

که در آن N حدود ۱۰۰ است. انحراف استاندارد پواسون برابر خواهد بود با:

$$Poisson\ \sigma\ (N) = (N)^{1/2}$$

Rajhans و Bragg (۱۱,۶) در سری اول مطالعه خود، اختلاف قابل توجهی بین بخش های فیلتر پیدا کردند و توزیع پواسون را برای سطح کل فیلتر رد کردند. با این حال، در سری دوم مطالعه خود، با استفاده از اصلاحات تجربی مختلف، آنها هیچ گونه تغییر قابل توجهی بین بخش های فیلتر و دلیلی برای رد فرض شمارش های فیبر توزیع شده پواسون پیدا نکردند.

۴,۳,۳. اختلافات سیستماتیک ناشی از تفاوت های بین میکروسکوپ ها توسط Leidel و Busch (۱۱,۴) مورد مطالعه قرار گرفت. آنها در مطالعه خود با استفاده از پنج مارک مختلف میکروسکوپ، هیچ تفاوت قابل توجهی بین چهار میکروسکوپ پیدا نکردند، اما شمارش پنجمین میکروسکوپ تقریباً ۴۵٪ به طور متوسط بالاتر از چهار میکروسکوپ دیگر بود.

۴,۳,۴. اختلافات ناشی از تفاوت بین شمارنده ها باید در سه سطح بررسی شود: شمارنده های با تجربه که گهگاهی شمارش انجام می دهند، شمارنده های با تجربه که به طور معمول شمارش می کنند، و شمارنده های بی تجربه (جدید یا آموزش ندیده). Leidel و Busch (۱۱,۴) پنج شمارنده با تجربه را مورد مطالعه قرار دادند که یکی از آنها فقط گهگاهی شمارش می کرد. تفاوت معنی داری بین سه شمارنده وجود نداشت، اما چهارمین شمارنده ۱۶٪ کمتر از سه شمارنده اول بود. میانگین نفر پنجم که گهگاهی شمارش می کرد، ۲۷ درصد بالاتر از سه نفر اول بود. Conway و Holland (۱۱,۳) سه شمارنده با تجربه و سه شمارنده بی تجربه را مورد مطالعه قرار دادند. آنها تفاوت آماری معنی داری بین میانگین شمارنده های با تجربه و بی تجربه پیدا کردند که معمولاً در محدوده مثبت یا منفی ۵ تا ۱۵ درصد بود. آنها به این نتیجه رسیدند که تجربه برای یک شمارنده فیبر پارامتر مهمی نیست که بر اختلافات بین شمارنده تأثیر بگذارد. Rajhans و Bragg (۱۱,۶) هیچ تفاوت معناداری بین میانگین پنج شمارنده با تجربه در سری I مطالعه خود پیدا نکردند. اما در سری II آنها که به دقت کنترل شده بود، تجزیه و تحلیل واریانس اختلافات قابل توجهی را بین شمارنده ها نشان داد که مثبت یا منفی ۱ تا ۱۵ درصد بود.

۴,۳,۵. اختلافات بین آزمایشگاه ها به احتمال زیاد به دلیل سوگیری های سیستماتیک است و منبع اضافی قابل توجهی از اختلافات تصادفی نیست. هر گونه اختلافات اضافی به احتمال زیاد به دلیل تفاوت در تکنیک شمارش است.