



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۲۳۴

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20234

1st. Edition

2016

هوای محل کار - اندازه گیری بلورهای سیلیس  
قابل استنشاق - آیین کار

**Workplace Air- Measurement of Respirable  
Crystalline Silica- Guidance**

ICS: 13.040.30

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

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

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

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

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

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

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

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

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

### « هوای محل کار - اندازه‌گیری بلورهای سیلیس قابل استنشاق - آیین کار »

#### رئیس:

پیروزیان، رزا  
(کارشناسی ارشد شیمی)

#### سمت و/یا نمایندگی

اداره کل حفاظت محیط زیست استان  
کرمان

#### دبیر:

دادالهی سارب، مهرانگیز  
(کارشناسی شیمی)

اداره استاندارد شهرستان سیرجان

#### اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسدالهی، نگار  
(کارشناسی ارشد زیست‌شناسی)

دانشگاه رازی کرمانشاه

اسکندری، صغری  
(کارشناسی ارشد بیولوژی)

کارشناس بخش فلزات سازمان حفاظت  
محیط زیست کشور

انصاری، شینا  
(دکترای مدیریت محیط زیست)

مدیر کل دفتر پایش فراگیر سازمان حفاظت  
محیط زیست کشور

بختیاری، لیندا  
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

آزمایشگاه همکار ایرانیان غذا آزما

خالویی، طالب  
(کارشناسی ارشد منابع طبیعی - محیط زیست)

رئیس اداره آموزش اداره کل استاندارد استان  
کرمان

حکاک زاده، ستاره  
(کارشناسی ارشد میکروبیولوژی)

اداره کل استاندارد استان کرمان

صادقی پور شیجانی، معصومه  
(کارشناسی ارشد محیط زیست)

رئیس اداره هماهنگی تدوین استاندارد اداره  
کل استاندارد استان گیلان

طباطبایی، اعظم السادات  
(کارشناسی ارشد علوم دریایی اقیانوسی - بیولوژی دریا)

مسئول بخش سنجش فلزات سازمان  
حفاظت محیط زیست کشور

کسمایی، زهره  
(کارشناسی بهداشت محیط)

رئیس گروه پایش آلودگی هوا و صدای منابع  
ثابت و متحرک سازمان حفاظت محیط  
زیست کشور

گندمکار، مهدی  
(کارشناسی ارشد مهندسی عمران محیط زیست)

مسئول بخش خاک سازمان حفاظت محیط  
زیست کشور

محمدی، پوریا  
(دانشجوی دکتری شیمی)

دانشگاه شهید باهنر کرمان

ملک سپاه چشم، زهرا  
(کارشناسی علوم آزمایشگاهی)

رئیس گروه بخش فیزیکوشیمیایی دفتر  
پایش سازمان حفاظت محیط زیست کشور

نظری، نجمه  
(کارشناسی ارشد شیمی)

اداره کل حفاظت محیط زیست استان  
کرمان

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۷	۴ اصول
۸	۵ الزامات کیفی برای تجزیه
۹	۶ کنترل‌های اجرایی
۱۱	۷ نمونه‌برداری
۱۳	۸ فرآیندها
۱۹	۹ کنترل کیفیت داخلی
۲۰	۱۰ اعتبارسنجی بیرونی و ارزیابی عدم قطعیت
۲۰	۱۱ گزارش آزمون
۲۲	پیوست الف (آگاهی دهنده) چندشکلی نامنظم ذرات سیلیس و تداخلات آن
۲۷	پیوست ب (آگاهی دهنده) کمیت‌گذاری کریستوبالیت با استفاده از پراش پرتو X
۳۰	پیوست پ (آگاهی دهنده) مثالی از نمودار کنترل کیفیت برای ذرات سیلیس قابل تنفس
۳۲	پیوست ت (آگاهی دهنده) تخمین عدم قطعیت بازه‌ای برای اندازه‌گیری‌های مربوط به بلورهای سیلیس قابل تنفس
۴۴	کتاب‌نامه

## پیش‌گفتار

استاندارد « هوای محل کار - اندازه‌گیری بلورهای سیلیس قابل استنشاق - آیین کار » که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در یکصد و یازدهمین اجلاس کمیته‌ی ملی محیط زیست مورخ ۱۳۹۴/۱۲/۲۴ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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

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

ISO 24095:2009(E), Workplace air- Guidance for the measurement of respirable crystalline silica

مضر بودن ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی<sup>1</sup> (RCS) برای سلامتی کارگران در بسیاری از صنایع، به علت تنفس این ذرات است.

متخصصان بهداشت حرفه‌ای در محیط‌های صنعتی لازم است شاخص‌های موثر برای کنترل مواجهه کاربران را تعیین کنند. نمونه‌برداری از هوا در حین فعالیت کاری و سپس اندازه‌گیری مقدار ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی موجود نیز اغلب برای ارزیابی مواجهه افراد، موثر بودن تجهیزات حفاظت تنفسی یا کارا بودن عملکرد سایر تجهیزات کنترلی ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی انجام می‌گیرد. مطالعات نشان می‌دهند که اگر روش‌هایی برای اطمینان از کیفیت اندازه‌گیری‌های ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی دنبال نشوند، ممکن است مشکلات قابل توجهی به وجود آید. به‌علاوه توصیه می‌شود که اندازه‌گیری ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی در سطوح پایین‌تر و با دقت انجام گیرد به طوری که تغییرپذیری اندازه‌گیری‌ها کاهش یابد. اگر برای محدود نمودن آریبی و اندازه‌گیری تغییرپذیری کنترل‌های دقیقی به کار گرفته نشوند، عدم قطعیت اندازه‌گیری مطلوب حاصل نشده و اثربخشی اندازه‌گیری ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی برای تصمیم‌گیری آگاهانه در خصوص محافظت از سلامتی و بهداشت کارگران کاهش می‌یابد. این استاندارد برای آن‌هایی که تعیین ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی در محیط کار را انجام می‌دهند، برای مثال آژانس‌های مرتبط با بهداشت و ایمنی شغلی، متخصص بهداشت حرفه‌ای در محیط‌های صنعتی، مشاغل مرتبط با ایمنی و بهداشت، آزمایشگاه‌های تجزیه‌ای، کاربران صنعتی و کارگران آن‌ها می‌تواند مفید باشد.

---

1 - Respirable crystalline silica (RCS)

# هوای محل کار - اندازه‌گیری بلورهای سیلیس قابل استنشاق - آیین کار

## ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش‌هایی برای تضمین کیفیت اندازه‌گیری‌های مربوط به ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی موجود در هوا، با استفاده از روش‌های پراش (انکسار)<sup>۱</sup> با استفاده مستقیم از پالایه یا استفاده غیرمستقیم اشعه ایکس و تجزیه با اشعه فرسرخ است.

این استاندارد برای پلیمرهای بلورهای شکل‌پذیر سیلیس شامل: کوارتز<sup>۲</sup>، کریستوبالیت<sup>۳</sup> و تریدیمیت<sup>۴</sup> کاربرد دارد.

این استاندارد شامل تجزیه پالایه‌های به دست آمده از گرد و خاک‌هایی که مطابق با استاندارد EN 15051 اندازه‌گیری می‌شوند، نیز می‌باشد.

## ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۱۷۰۲۵، الزامات عمومی برای احراز صلاحیت آزمایشگاه‌های آزمون و کالیبراسیون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۰۰۰، کیفیت هوا، جنبه‌های عمومی - واژه‌نامه

- 2-3 ISO 7708, Air quality- Particle size fraction definitions for health-related sampling
- 2-4 ISO 15767, Workplace atmospheres- Controlling and characterizing uncertainty in weighing collected aerosols
- 2-5 EN 482:2006, Workplace atmospheres- General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents
- 2-6 EN 689, Workplace atmospheres- Guidance for the assessment of exposure by inhalation to chemical agents for comparison with limit values and measurement strategy
- 2-7 EN 1232:1997, Workplace atmospheres- Pumps for personal sampling of chemical agents- Requirements and test methods

---

1- X-ray diffraction

2 - Quartz

3 - Cristobalite

4 - Tridymite



- 2-8 EN 12919, Workplace atmospheres- Pumps for the sampling of chemical agents with a volume flow rate over 5 l/min- Requirements and test methods
- 2-9 EN 13205:2001, Workplace atmospheres- Assessment of performance of instruments for measurement of airborne particle concentrations
- 2-10 EN/TR 15230, Workplace atmospheres- Guidance for sampling of inhalable, thoracic and respirable aerosol fractions

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

#### ۱-۳ تعاریف عمومی

۱-۱-۳

ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی (RCS)

#### respirable crystalline silica

ذرات قابل تنفس شده سیلیس که به مجاری هوایی بدون مزه نفوذ می‌کند.

۲-۱-۳

#### ناحیه تنفس

#### Breathing zone

یادآوری- هر دو تعریف بیان شده در بندهای ۱-۲-۱-۳ و ۲-۲-۱-۳، از استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۰۰۰ بیان شده‌اند.

۱-۲-۱-۳

#### ناحیه تنفس (عمومی)

#### breathing zone (general)

فضای عمومی اطراف صورت کارگر است که در آن فضا تنفس می‌کند.

۱-۲-۱-۳

#### ناحیه تنفس (فنی)

#### breathing zone (technical)

در صورتی که هیچ تجهیزات حفاظتی تنفسی استفاده نشده باشد، نیم کره فنی (اغلب به شعاع ۰٫۳m فرض می‌شود) که در جلوی صورت انسان گسترده شده و مرکز آن بر روی خطی است که دو گوش را به هم متصل می‌کند، پایه نیمکره جایی است تا در آن خط، بالای سر و حنجره است.

۳-۱-۳

#### مواجهه از طریق استنشاق

#### Exposure by inhalation

وضعیتی است که در آن یک عامل شیمیایی موجود در هوا توسط شخص استنشاق می‌شود.

یادآوری- تعریف اصطلاح، بر اساس بند ۳-۱-۳ استاندارد ISO 8518:2001 است به منبع [۳] کتابنامه مراجعه شود.

۴-۱-۳

### روش اندازه‌گیری

#### Measurement procedure

روشی برای نمونه‌برداری و تجزیه یک یا چند عامل شیمیایی موجود در هوا، شامل انبارش و انتقال نمونه است.

یادآوری- تعریف اصطلاح، بر اساس بند ۴-۱-۳ استاندارد ISO 8518:2001 است به منبع [۳] کتاب‌نامه مراجعه شود.

۵-۱-۳

### زمان عملیاتی

#### Operating time

دوره زمانی که در آن یک پمپ نمونه‌برداری، تحت نرخ جریان پیش‌بینی شده و فشار متقابل، بدون شارژ مجدد و یا تعویض باتری می‌تواند فعالیت کند.

یادآوری- تعریف اصطلاح، بر اساس استاندارد EN 1232:1997 است.

۶-۱-۳

### مقدار حد

#### Limit value

مقدار مرجع غلظت یک عامل شیمیایی در هوا است. به عبارت دیگر، حد متوسط غلظت وزنی- زمانی یک عامل شیمیایی موجود در هوای منطقه تنفس یک کارگر، نسبت به یک دوره مرجع تعیین شده است.

یادآوری- تعریف اصطلاح، بر اساس استاندارد EN 1540:1998 است به منبع [۵] کتاب‌نامه مراجعه شود.

۷-۱-۳

### محیط کار

#### Workplace

ناحیه یا نواحی تعریف شده‌ای است که در آن فعالیت‌های کاری انجام می‌گیرد.

یادآوری- تعریف اصطلاح، بر اساس استاندارد EN 1540:1998 است به منبع [۵] کتاب‌نامه مراجعه شود.

### ۲-۳ تعاریف نمونه‌برداری

۱-۲-۳

### وسیله نمونه‌برداری از هوا

#### Air sampler

وسیله‌ای برای تفکیک عوامل شیمیایی و/یا بیولوژیکی (زیست شناختی) از هوا و تجمع آن‌ها بر روی یک بستر جمع‌آوری است.

۲-۲-۳

نمونه بردار ثابت

**Static sampler**

نمونه بردار منطقه‌ای

**Area sampler**

نمونه برداری که به فرد متصل نمی‌شود و در نمونه برداری ثابت (بند ۳-۲-۳) استفاده می‌شود.

یادآوری - تعریف اصطلاح، بر اساس بند ۳-۳-۵ استاندارد ISO 8518:2001 است به منبع [۳] کتاب‌نامه مراجعه شود.

۳-۲-۳

نمونه برداری ثابت

**Static sampling**

نمونه برداری منطقه‌ای

**Area sampling**

فرآیند نمونه برداری از هوا که در یک محل خاص انجام می‌گیرد.

یادآوری - تعریف اصطلاح، بر اساس بند ۳-۳-۴ استاندارد ISO 8518:2001 است به منبع [۳] کتاب‌نامه مراجعه شود.

۴-۲-۳

وسیله نمونه بردار ویژه کارکنان

**Personal sampler**

وسیله ای که به یک شخص متصل شده و از هوای منطقه تنفس (بند ۳-۱-۲) شخص نمونه برداری می‌کند.

یادآوری - تعریف اصطلاح، بر اساس استاندارد EN 1540:1998 است به منبع [۵] کتاب‌نامه مراجعه شود.

۵-۲-۳

روش نمونه برداری ویژه کارکنان

**Personal sampling**

فرآیند نمونه برداری که با استفاده از یک وسیله نمونه بردار ویژه کارکنان (بند ۳-۲-۴) انجام می‌گیرد.

یادآوری - تعریف اصطلاح، بر اساس استاندارد EN 1540:1998 است به منبع [۵] کتاب‌نامه مراجعه شود.

۶-۲-۳

تجهیزات نمونه برداری

**Sampling equipment**

وسایلی برای جمع‌آوری ذرات قابل تنفس در ناحیه تنفسی معلق در هوا، شامل هر نوع تجهیزات انتخاب اندازه و جمع‌آوری.

۷-۲-۳

### مجموعه نمونه برداری

#### sampling train

وسایلی برای جمع‌آوری ذرات معلق در هوا شامل تجهیزات نمونه‌برداری (بند ۳-۲-۶)، پمپ و لوله‌های اتصال هستند.

### ۳-۳ تعاریف تجزیه‌ای

۱-۳-۳

### آماده‌سازی نمونه

#### sample preparation

عملیاتی که پس از انتقال و نگهداری نمونه، برای آماده‌سازی آن به‌منظور تجزیه، شامل تبدیل نمونه به وضعیت و حالت قابل اندازه‌گیری انجام می‌گیرد.

۲-۳-۳

### حد تشخیص (LOD)

#### Limit of detection

پایین‌ترین مقدار ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی (بند ۳-۱-۱) است که با یک سطح اطمینان مشخص شده قابل فهم است.

یادآوری ۱- تعریف اصطلاح، بر اساس استاندارد EN 482: 2006 است.

یادآوری ۲- بسیاری از روش‌های تجزیه‌ای نیاز به آزمایشگاه‌هایی برای محاسبه یک حد تشخیص با ضرب انحراف استاندارد اندازه‌گیری‌های تعدادی از نمونه‌های شاهد (به‌طور تقریب ۱۰ تا) در عدد ۳ دارند. وقتی که ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی به ازای جرم‌های بسیار کم اندازه‌گیری شده و فرمول ویژه‌ای برای تعیین حد تشخیص با استفاده از آمار و بر مبنای توزیع نرمال در این استاندارد ارائه نمی‌شود، لذا لازم به ذکر است که در مورد ارتباط بین سیگنال و جرم تردیدهایی وجود دارد. نمونه‌های آزمون به‌کار رفته برای واسنجی‌هایی که بافت تطبیق داده نشده است و گزارش حد تشخیص بر اساس سه انحراف استاندارد اعوجاج‌های پس‌زمینه صورت گیرد، ممکن است تصویری خوشبینانه از توانایی روش، هنگام تجزیه نمونه‌های واقعی ارائه کند. بهتر است تجزیه‌گرها این موارد را موقع تجزیه نمونه‌های ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی، مد نظر قرار دهند.

۳-۳-۳

### حد کمیت‌گذاری (LOQ)

#### Limit of quantification

کم‌ترین جرم قابل اعتماد از ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی (بند ۳-۱-۱) که با در نظر گرفتن اثرات بافت در نمونه، با استفاده از سطح اطمینان مشخص شده قابل سنجش است.

یادآوری - تعریف اصطلاح، بر اساس استاندارد EN 482: 2006 است.

### ۳-۴ اصطلاحات آماری

۳-۴-۱

صحت

#### Accuracy

نزدیکی توافق بین نتایج حاصل از آزمون‌های مستقل تحت شرایط قراردادی است  
یادآوری - تعریف اصطلاح، بر اساس بند ۳-۱۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲ است.

۳-۴-۲

#### بازیابی تجزیه‌ای

#### Analytical recovery

نسبت جرم آنالیت اندازه‌گیری شده در یک نمونه به جرم مشخص آنالیت موجود در آن نمونه است.

یادآوری ۱- بازیابی تجزیه‌ای برحسب درصد بیان می‌شود.

یادآوری ۲- تعریف اصطلاح، بر اساس بند ۳-۵-۱ استاندارد ISO 8518:2001 است به منبع [۳] کتاب‌نامه مراجعه شود.

۳-۴-۳

اریبی

#### Bias

اختلاف بین مقادیر موردانتظار نتایج آزمون و مقدار مرجع پذیرفته شده است

یادآوری ۱- تعریف اصطلاح، بر اساس بند ۳-۸ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲ است.

یادآوری ۲- اریبی بر خلاف خطای تصادفی، خطای نظام‌مند کل است که امکان دارد از یک یا چند مؤلفه خطای نظام‌مند تشکیل شده باشد. بزرگ بودن اریبی بیانگر اختلاف زیاد از مقدار مرجع پذیرفته شده است. اریبی شامل خطای تصادفی نمی‌شود.

۳-۴-۵

#### مقدار مرجع پذیرفته شده

#### True value

مقداری که بعنوان یک مرجع توافقی جهت مقایسه بکار می‌رود و به صورت زیر بدست می‌آید:

- یک مقدار نظری یا برقرار شده بر اساس اصول علمی.
- یک مقدار تعیین شده یا تایید شده بر اساس کار آزمایشی چند سازمان ملی یا بین‌المللی.
- یک مقدار تایید شده یا مورد توافق عمومی بر اساس کار آزمایشی مشترک، تحت نظارت یک گروه مهندسی یا علمی.
- در صورت عدم دسترسی به موارد بالا، مقدار مورد انتظار کمیت (قابل اندازه‌گیری)، مانند میانگین تعداد معینی از اندازه‌گیری‌ها، را باید در نظر گرفت.

یادآوری - تعریف اصطلاح، بر اساس بند ۳-۵ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲ است.

۳-۴-۶

### اعتبارسنجی

#### Validation

فرآیند ارزیابی عملکرد یک روش اندازه‌گیری (۳-۱-۴) و بررسی اینکه عملکرد معیار تعیین شده را برآورده می‌کند یا خیر.

یادآوری - تعریف اصطلاح، بر اساس استاندارد EN 482: 2006 است.

۳-۴-۷

### عدم قطعیت (مربوط به اندازه‌گیری)

#### Uncertainty (of measurement)

پارامتر مربوط به نتیجه یک اندازه‌گیری که به طور منطقی، پراکندگی مقادیر سهمیم اندازه‌گیری‌ها را مشخص می‌کند.

یادآوری ۱- تعریف اصطلاح، بر اساس بند ۲-۳ استاندارد ISO/IEC Guide 98-3:2008 است، به منبع [۴] کتاب‌نامه مراجعه شود.

یادآوری ۲- پارامتر ممکن است یک انحراف استاندارد (یا مضرب مشخصی از آن)، یا به صورت یک فاصله (بازه) معنی داری بیان شده باشد.

یادآوری ۳- در حالت کلی عدم قطعیت اندازه‌گیری مولفه‌های زیادی را در بر می‌گیرد. برخی از این مولفه‌ها ممکن است از طریق توزیع آماری نتایج مربوط به مجموعه اندازه‌گیری‌ها ارزیابی شده و به وسیله انحرافات استاندارد مشخص شوند. سایر مولفه‌ها که اغلب نیز می‌توانند با انحرافات استاندارد مشخص شوند، با استفاده از توزیع‌های فرض شده احتمال و بر اساس تجربه یا سایر اطلاعات ارزیابی می‌شوند.

## ۴ اصول

هدف این استاندارد ارائه اطلاعاتی برای به حداقل رساندن خطاها در اندازه‌گیری است. عوامل زیادی وجود دارند که ممکن است اختلاف یک اندازه‌گیری را از مقدار مرجع پذیرفته شده تحت تاثیر قرار دهند. عدم قطعیت مربوط به اندازه‌گیری هوا عبارت است از ترکیب اختلاف اندازه‌گیری‌های مربوط به هر دو نمونه- برداری و تجزیه‌های شیمیایی از مقدار مرجع پذیرفته شده. درون این دو سرفصل گسترده، عوامل دیگری هم وجود دارند که برخی از عوامل در زیر فهرست شده‌اند:

الف- عوامل سازمانی

۱- راهبرد؛

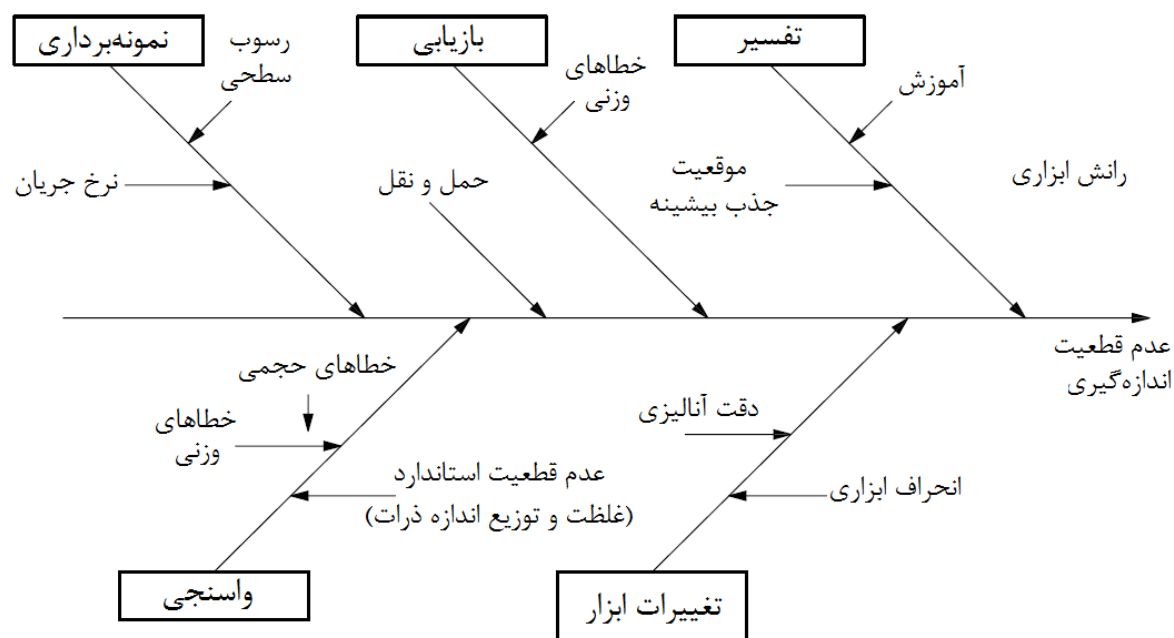
۲- روش؛

۳- آموزش و تجربه؛

ب- عوامل اندازه‌گیری

- ۱- وسایل نمونه برداری؛
- ۲- واسنجی؛
- ۳- تهیه و آماده سازی نمونه؛
- ۴- تنوع ابزاری؛
- ۵- تداخلات (مزاحمت‌ها).

قابلیت تغییر هر یک از این عوامل خاص به افزایش عدم قطعیت اندازه گیری می‌انجامد. در مراحل مربوط به نمونه برداری و فرآیند تجزیه، عواملی که در پراکندگی اندازه گیری سهمیم هستند، می‌توانند برای کاهش عدم قطعیت بازه‌ای، کنترل و پایش شوند. به این ترتیب تغییر در اندازه گیری‌ها به حداقل می‌رسد. در شکل ۱ نسبت‌های کمی مربوط به اندازه گیری عدم قطعیت ذرات سیلیس موجود در هوا با استفاده از یک نمودار علت و معلول طبقه بندی شده نمایش داده شده که اغلب با هدف تخمین عدم قطعیت اندازه گیری به کار می‌رود.



شکل ۱- نمودار علت و معلول نشان دهنده منابع خطا در اندازه گیری ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی

## ۵ الزامات کیفی برای تجزیه

سطح کیفی تجزیه‌ای مورد نیاز برای پایش موثر بهداشت حرفه‌ای بهتر است قبل از به کارگیری روش‌های استقرار برنامه تضمین کیفیت، مورد بحث قرار گیرد. روش‌های کنترل کیفی آماری می‌تواند آنچه را در حال حاضر قابل حصول است را بر حسب دقت بین آزمایشگاهی و درون آزمایشگاهی، ارزیابی بیان داشته و ممکن است بر صحت نسبی روش‌های مختلف تاثیر بگذارد، اما آن‌ها سطوح واقعی و دقت مطلوب را مشخص نمی‌کنند.

وجود الزامات قانونی برای اقدام اصلاحی هنگام افزایش حدود مواجهه، الزامات کیفی تجزیه‌ای را در پی دارد. آزمایشگاه‌هایی که آریبی تجزیه‌ای منفی دارند ممکن است بهداشت و سلامتی کارگران را در معرض خطر قرار دهند، آن‌هایی که آریبی مثبت دارند ممکن است بار مالی اضافی را به شرکت تحمیل کرده و بنابراین آن را از نظر رقابتی ناکارآمد کنند.

**یادآوری** - به منظور کاهش امکان تصمیمات غیرصحیح در تجزیه‌های بهداشت حرفه‌ای، برای معیار عملکرد، حدودی برای عدم قطعیت بازه‌ای پیشنهاد می‌شود. این عدم قطعیت در بردارندهٔ عدم دقت مربوط به نمونه‌برداری و روش‌های تجزیه بوده و به ازای  $\pm 30\%$  حداکثر مواجهه و  $\pm 50\%$  نصف حد تعیین شده مشخص می‌شود. موسسه ملی ایمنی و بهداشت حرفه‌ای (NIOSH)<sup>۱</sup> در آمریکا، بر اساس آزمون‌های آزمایشگاهی یک صحت بازه‌ای الزامی  $\pm 25\%$  را برای روش‌های بهداشت حرفه‌ای خود مقرر کرده است (به منبع [۹] کتاب‌نامه مراجعه شود). با استفاده از مقایسه میدانی روش‌ها الزامات صحت NIOSH برای صحت تعیین شده می‌تواند به  $\pm 35\%$  گسترش یابد (به منبع [۱۷] کتاب‌نامه مراجعه شود).

## ۶ کنترل‌های اجرایی

استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۱۷۰۲۵ به طور ویژه استقرار سیستم مدیریتی را برای اطمینان از قابلیت دسترسی اندازه‌گیری‌ها تشریح می‌کند. این قسمت برخی فعالیت‌های عملی برای اندازه‌گیری ذرات سیلیس موجود در هوا را مورد بحث قرار می‌دهد. اصطلاح «نظارت بر کیفیت»<sup>۲</sup> از نقطه نظر پایش و کنترل دقت و صحت اندازه‌گیری آزمایشگاهی به کار می‌رود، و این استاندارد در واقع با این کاربرد اصطلاح سر و کار دارد. به هر حال کنترل آماری کیفیت تجزیه فقط یکی از اهداف و جنبه‌های کنترل کیفیت آزمایشگاهی است. تعریف گسترده‌تر در بردارندهٔ پایش و کنترل همهٔ عوامل تاثیرگذار بر نتیجهٔ آزمون داخل آزمایشگاهی از لحظه دریافت نمونه تا تدوین گزارش خواهد بود.

در صورتی که کیفیت در عبارات وسیع‌تری نقش آزمایشگاه در نظارت بر مفید بودن نتیجه را مد نظر قرار دهد، به هر حال از برخی جنبه‌ها این تعریف خیلی محدود خواهد بود. بنابراین، برای مثال کیفیت ارتباط بین آزمایشگاه و متخصص بهداشت حرفه‌ای یکی از جنبه‌های مهم تضمین کیفیت است که توصیه می‌شود نادیده گرفته نشود. بهتر است ارتباط خوب با بخش متخصص بهداشت حرفه‌ای در محیط‌های صنعتی شامل اطلاعات کیفی دیگری در خصوص نمونه، نظیر وضعیت (بافت) نمونه، زمان نمونه‌برداری و ابزار نمونه‌برداری باشد، به طوری که استانداردهای واسنجی مناسب و حدود شناسایی بتوانند به کار رفته و تداخلات پیش‌بینی شوند (به پیوست الف مراجعه شود). فعالیت‌های ارتباطی خوب کمک می‌کند تا اطمینان حاصل شود که:

- تولید نتایج به موقع باشد؛

- گزارش ارائه شده واضح باشد؛

- یا حتی تجزیه معتبری انجام شود.

در صورتی که اقدام مناسب به‌ازای نتایج به‌دست آمده انجام گیرد، همه موارد ضروری خواهند بود. گزارشی که دیر ارائه شود یا گزارشی که بد باشد، تلاش‌های صورت گرفته برای تجزیه را بد تفسیر کرده و زیر سوال می‌برد.

1- The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH)

2 - Ensuring quality



کیفیت تجزیه فقط به مهارت تجزیه‌گر و فنون آماری برای پایش صحت و دقت روش‌های تجزیه‌ای بستگی ندارد. انتخاب اولیه روش تجزیه که استفاده می‌شود، تصمیمی مهم در تضمین کیفیت تجزیه است که توصیه می‌شود با اطمینان و آگاهی باشد و ویژگی‌های عملکردی (اریبی، دقت، حد تشخیص و غیره) آن تعیین و مستندسازی شود. بهتر است روش انتخاب شده با سطح آمادگی (صلاحیت) و مهارت تجزیه‌گری که از آن استفاده می‌کند، مناسب باشد. بهتر است هر اصلاح روش تجزیه ارزشیابی و ثبت شود و نیز توصیه می‌شود شواهد هم‌ارز روش اصلاح شده با روش اولیه برای ممیزی در دسترس باشد.

مدیر آزمایشگاه نقش اصلی را در انتخاب روش‌های تجزیه‌ای مناسب دارا است و همین طور مسئول چند عامل مهمی است که کیفیت تجزیه را تحت تاثیر قرار می‌دهند. این عوامل شامل استقرار و بازرسی روش‌های اداری مربوط به مشخصات نمونه، برای گزارش نتایج و برای حفظ و نگهداری اسناد، مدیریت خرید و مراقبت و نگهداری از تجهیزات و خرید شناساگرها و سایر اقلام مصرفی و آموزش و به کارگیری کارمندان است.

بهتر است یک نفر مسئول استقرار و پایش برنامه تضمین کیفیت آزمایشگاه باشد. ممکن است مسئولیت موضوعات کنترل کیفی روزانه به تجزیه‌گر سپرده شود، اما توصیه می‌شود تجزیه‌های زیادی از داده‌های کنترل کیفیت استحصال شود تا روندها و ارتباط بین تغییرات در نتایج و حوادث ویژه مشخص شود.

بهتر است طرح و برنامه تضمین کیفیت عملکرد کارمندان عضو را به صورت انفرادی ارزیابی نکند. وظیفه مدیر آزمایشگاه است که مطمئن شود تجزیه‌گرها به خوبی آموزش دیده‌اند و نیازی به تجزیه‌هایی برای تعیین سطح دانش آن‌ها و ناکافی بودن آموزش و مهارتشان نیست. برای بهینه‌سازی پارامترهای ابزار و تصحیح تداخلات بافت نمونه، طی تهیه نمونه یا در مرحله تجزیه داده و تفسیر آن‌ها نیاز به مهارت بالایی است. در بسیاری از روش‌ها عوامل ناشناخته ممکن است نتایج را تحت تاثیر قرار دهند. یک برنامه تضمین کیفیت کمک می‌کند که بخش‌هایی از روش را که وابسته به کارور بوده مشخص شده و گام‌هایی برای حذف این وابستگی برداشته شود. در صورتی که با تجزیه‌گرهای مختلف با استفاده از یک روش به کار گرفته شده نتایج متفاوتی را ارائه دهند، ممکن است خطا از تجزیه‌گرها نبوده و ناشی از روش باشد.

در آزمایشگاه‌های کوچک، ممکن است چندین مسئولیت به یک فرد سپرده شده باشد، اما مهم این است که یک فرد مسئول کارهای ویژه باشد، برای مثال آن‌هایی که در بندهای الف تا ج فهرست شده‌اند:

الف- فردی که مسئول نمونه‌برداری است بهتر است هر یک از نمونه‌های گرفته شده را شناخته و اطلاعات ضروری آن را ثبت کند. اطلاعات ضروری مورد نیاز آزمایشگاه برای تجزیه نمونه‌ها شامل شناسایی نمونه، نوع دستگاه با قابلیت تغییر ابعاد و دبی جریان آن، حجم نمونه‌برداری شده و اطلاعاتی در خصوص فرآیند، نظیر ترکیب مواد و دماهای مورد نظر باشد. در صورتی که فرد نمونه‌بردار این اطلاعات را برای آزمایشگاه تدوین می‌کند، نیازی به ارتباط و تماس تجزیه‌گر با فرد مسئول نمونه‌برداری نمی‌باشد.

ب- بهتر است یک نفر مسئول ثبت ورود نمونه‌ها و جمع‌آوری هر نمونه مشابهی که به مشخصات میدانی اصلی نمونه مربوط می‌شود، باشد.

پ- بهتر است یک نفر مسئول تجزیه‌ها و بازرسی عملکرد روش باشد.

ت- بهتر است یک نفر مسئول بررسی همه جواب‌های ثبت شده و انطباق آن با هر نوع بازرسی ابزاری و آزمون‌های کنترل کیفی باشد. تفسیر اندازه‌گیری‌های صورت گرفته برای ذرات سیلیس موجود در هوا به

تجربه نیاز داشته، بنابراین بهتر است فرد مسئول بازرسی با تفسیر طیفی یا اسکن‌ها آشنایی داشته باشد. به مدیران توصیه می‌شود که تجزیه‌گرها از کانی‌شناسی<sup>۱</sup> و/یا فنون تجزیه پیشرفته، نظیر تجزیه و تجزیه نمودار پیک‌ها و تداخلات طیفی سر رشته داشته باشند.

ث- بهتر است فردی به منظور بررسی رعایت روش‌های تضمین کیفیت تعیین شود.

ج- توصیه می‌شود سیستم کیفیت به صورت دوره‌ای بازبینی و بررسی شود.

در اینجا وظیفه مدیر در دستیابی به کنترل کیفی تجزیه، زیاد مد نظر قرار نمی‌گیرد، اما به آزمایشگاه‌ها توصیه می‌شود که مجوز رسمی را از یک عضو مشخص شده که مدیریت و روش‌های اداری آزمایشگاه برای اطمینان از صحت کارها دریافت دارند. واحدهای تشکیلاتی یک آزمایشگاه ممکن است به اندازه آن بستگی داشته باشد، اما بهتر است بخش‌ها و مسئولیت تک تک افراد آن به وضوح مشخص شده باشد.

## ۷ نمونه‌برداری

### ۱-۷ کلیات

بهتر است توجه ویژه به پمپ‌ها و تجهیزات نمونه‌برداری اعمال شود تا حد مواجهه پایین‌تر تخمین زده نشود (به استانداردهای EN/TR 15230, EN 1232 مراجعه شود). خیلی مهم است که تجهیزات نمونه‌برداری و ابزارهای مرتبط با آن نظیر پالایه یا فوم، با روش تجزیه سازگاری داشته باشد. در برخی روش‌های توصیه شده و/یا رسمی، حتی ابزار نمونه‌برداری مشخص می‌شود. بهتر است مطلوبیت و قابلیت اعتماد هرگونه اصلاح روش رسمی یا توصیه شده (به منبع [۱۴] کتاب‌نامه مراجعه شود) ارزیابی شود. بهتر است راهبرد نمونه‌برداری نیز مد نظر قرار گیرد. استاندارد EN 689 یک راهبرد نمونه‌برداری را مشخص می‌کند. مثال‌های دیگری در منبع [۷] پیوست از NIOSH و منبع [۱۶] از انجمن بهداشت صنعتی آمریکا (AIHA) در کتاب‌نامه آورده شده‌اند.

### ۲-۷ وسیله نمونه‌برداری

بهتر است یک وسیله نمونه‌برداری مخصوص با تعاریف انتخاب اندازه برای ذرات گرد و غبار در استاندارد ISO/CEN مطابقت داشته باشد، مگر مواردی که مقررات محلی ملاک باشد و عملکردی نظیر آنچه که در استاندارد EN 13205 بیان شده، داشته باشد. برای جمع‌آوری کسر اندازه قابل تنفس، بهتر است وسیله نمونه‌برداری در دبی تعیین شده خود کار کند. برای جلوگیری از نشتی‌ها، بهتر است همه اتصالات مربوط به اجزای تجهیزات نمونه‌برداری قبل از استفاده، بررسی شوند.

**یادآوری-** مصوبات نمونه‌برداری مرتبط با بهداشت و سلامت، منحنی‌های هستند که احتمال نفوذ ذرات به مناطق مختلفی از سیستم مجاری تنفسی انسان به ازای ذراتی با قطر دینامیکی تا  $100 \mu\text{m}$  را بیان و ارائه می‌کنند. برای ذرات ریزتر، به خصوص برای رسوباتی به قطر حداقل  $0.3 \mu\text{m}$ ، مقدار قابل توجهی از ذرات معلق استنشاق شده می‌تواند در مرحله بازدم خارج شود. اما این در مصوبات نفوذ ذرات در نظر گرفته نمی‌شود. مصوبه نمونه‌برداری که برای نمونه‌برداری ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی دنبال می‌شود، به «قابل تنفس» مشهور است. احتمال مصوبات نمونه‌برداری از  $0.1$  به ازای قطر دینامیکی

۱۰۰٪ تا ۱۰۰ μm با ازای قطر دینامیکی ۱ μm تغییر می‌کند. طبق توافق انجام شده بین توصیه‌های پیشین هیئت تحقیقات پزشکی انگلیس (D<sub>50</sub>= ۵ μm) و کنفرانس آمریکایی متخصصات بهداشت حرفه‌ای در محیط‌های صنعتی دولتی (D<sub>50</sub> = ۳/۵ μm). بهره‌وری نفوذ ۵۰٪ D<sub>50</sub> به ازای ۴ μm بوده است.

به خاطر تنوع وسایل نمونه برداری موجود، جنبه‌های عملی استفاده از آن‌ها نیاز به توجیه دارد. یکی از مهم‌ترین آن‌ها دبی جریان مورد نیاز است، که با توجه به اندازه، وزن و هزینه پمپ و نیز با توجه به حد تشخیص (به عبارت دیگر قابلیت آن در شرایط بیش‌باری) لازم است. بهتر است عوامل دیگری شامل: اثرات بافت، اطلاعات محصول، حداقل مدت زمان نمونه برداری برای دبی‌های پایین‌تر در نظر گرفته شود. ممکن است در خصوص نمونه‌های خاص مشکلاتی نظیر چسبیدن ذرات به دیواره‌ها، در معرض باد قرار داشتن، توانایی تمیز کردن و استفاده مجدد یا حتی پیچیدگی واسنجی و بررسی دبی‌های جریان وجود داشته باشد. قبل از استفاده به اطلاعات محصول مراجعه شود.

### ۳-۷ پالایه‌ها و فوم‌ها

به‌طور معمول فوم‌ها به یک وسیله نمونه برداری ویژه مرتبط بوده و بهتر است فقط از فوم‌هایی استفاده شود که برای نمونه برداری ساخته شده‌اند. بهتر است پالایه‌ها برای استفاده در نمونه بردار انتخاب شده قطری متناسب با آن داشته باشند. نمونه برداری که قابلیت انتخاب پالایه را دارد، بهتر است در محدوده اندازه ذراتی که جمع‌آوری می‌شوند (۱ μm تا ۱۰ μm)، دارای بازده پالایه کردن بیش از ۹۵٪ بوده و برای جمع‌آوری نمونه‌های ذرات سیلیس مناسب باشد. هر نوع پالایه برای هر روش تجزیه‌ای معتبر نمی‌باشد. برای مثال، پالایه‌های نقره‌ای برای تجزیه‌های پراش پرتو X (XRD) مناسب هستند اما برای طیف‌نگاری فروسرخ مناسب نیستند (IR). برای تجزیه‌های مستقیم با پالایه، پالایه‌های پلی وینیل کلریدی (PVC) یا پالایه‌های از جنس پلیمر ترکیبی اکریلونیتریل-PVC دارای ویژگی‌های IR مناسب هستند. پالایه‌هایی از جنس پلی کربنات، PVC و نقره به‌طور معمول برای تجزیه‌های طیف‌سنجی پراش پرتو X به‌کار می‌روند. در صورتی که محیط نمونه برداری به‌طور ویژه مرطوب باشد، ممکن است ماده پالایه تجزیه شود. نمونه بر روی یک بستر متفاوت از آنچه که برای نمونه برداری استفاده شده بود، ممکن است دوباره رسوب کند، هر چند این مرحله به میزان عدم قطعیت روش می‌افزاید. بهتر است مزایا و معایب رسوب‌دهی در برابر سایر تمهیدات متوازن شود (یکنواختی و ضخامت رسوب، حذف گونه‌های مزاحم).

### ۴-۷ پمپ‌های نمونه برداری

بهتر است پمپ‌های نمونه برداری با موارد ذکر شده در استاندارد EN 1232 یا استاندارد عملکردی مشابه مطابقت داشته و دبی آن قابل تنظیم، دارای یک دبی‌سنج یا نشانگر خطای جریان باشد که در سراسر مدت زمان نمونه برداری قادر به حفظ نرخ جریان در محدوده ۵٪± مقدار اسمی باشد. در صورتی که دبی جریان در محدوده ۵٪± مقدار اسمی نباشد، آنگاه بهتر است فرد ثبت‌کننده اندازه دبی جریان به فرد مسئول اطلاع دهد تا در گزارش نهایی ارتباط بین نتایج و مشاهدات مورد توجه قرار گیرد. این وضعیت هنگام نمونه برداری خیلی از نمونه‌های غلیظ می‌تواند رخ دهد. میرایی موثر ضربان<sup>۱</sup> جریان در انتخاب اندازه صحیح مهم است.

---

1 - Efficient pulsation damping

بهتر است قبل از آغاز نمونه برداری باتری پمپ به طور کامل شارژ شود. بهتر است نرخ جریان در مراحل نمونه برداری در محل بررسی شده و قبل از نمونه برداری تنظیمات لازم صورت گیرد. شرایط نهایی دما و فشار بر حجم هوای نمونه برداری شده تاثیر دارند. تحت شرایط خوب، دما ممکن است به ازای هر ۱۰۰ m تغییر در ارتفاع ۱°C تغییر کند که این مورد تاثیر خیلی اندکی دارد. به هر حال در معادن به خاطر عمق، وجود ماشین آلات و نرخ های تهویه و خروج هوا، دما می تواند به صورت معنی داری تغییر کند. در صورتی که نرخ جریان در مراحل نمونه برداری با یک دبی سنج نوع شناور بررسی شود (روتامتر)، آنگاه بهتر است برای در نظر گرفتن شرایط مختلف دما و فشار تصحیحی در دبی جریان صورت گیرد. تصحیحات فقط زمانی لازم است که شرایط در محل متفاوت از حالتی باشد که کنترل دبی جریان در آنجا صورت گرفته است (برای مثال با استفاده از قانون عمومی گازها، تغییر دما به اندازه ۱۰°C باعث تغییر سه درصدی در حجم نمونه برداری شده می شود). برای اطمینان از عملکرد صحیح پمپ در شروع و دوباره در انتهای دوره نمونه برداری، بهتر است نزدیک محل کار کنترل دبی جریان در مراحل نمونه برداری برای اطمینان از مطابقت با استاندارد EN 1232 انجام شود. هنگام اخذ نمونه های فردی، بهتر است پمپ های نمونه برداری حمل شده توسط افراد (پرسنل) در فعالیت کاری معمول فرد اختلال ایجاد نکند.

#### ۷-۵ انتخاب گره های اندازه استنشاق<sup>۱</sup>

بهتر است پمپ، دبی جریان ثابتی را با ضربان پایین تحویل دهد تا اطمینان حاصل شود که الزامات انتخاب گر اندازه استنشاق و/یا حداقل الزامات استانداردهای EN 1232 یا EN 12919 رعایت می شود (نرخ جریان  $\pm 5\%$ ، ضربان  $\pm 10\%$ ). بهتر است کاربر به استانداردهای ISO 7708 یا EN/TR 15230 مراجعه کند.

#### ۷-۶ انتقال

در اکثر بارگذاری های معمول (کمتر از ۴ mg)، نمونه (گرد و غبار قابل تنفس) به صورت ایمن روی پالایه جمع شده و در صورتی که نمونه با دقت جابه جا شود، امکان هدر رفت و از دسترس خارج شدن وجود نخواهد داشت. نمونه های حاوی مقادیر به طور نسبی کم ماده (کمتر از ۱ mg) بدون این که تلفات عمده ای در ماده رسوبی روی پالایه روی دهد، می تواند از طریق سامانه های پستی به سراسر جهان ارسال شود. بهتر است پالایه های مربوط به معادن زغال سنگ درون نوار نمونه طراحی شده مخصوص برای حمل و انتقال گذاشته شوند. در صورتی که نمونه بردارها با استفاده از فوم ها به کار روند، فوم در جایی نگه داری شود که دارای درپوش است.

#### ۸ فرآیندها

##### ۸-۱ جابه جایی نوارهای پالایه

بهتر است کاربر به رویه های جابه جایی شرکت تولیدکننده مراجعه کند. برای یک انتخابگر سیکلونی، بهتر است انتخاب گره های اندازه استنشاق با پیمانۀ شن<sup>۲</sup> نگه داری و باز شود و برای ذرات غیر قابل تنفس بهتر است

1 - Respirable size selectors

2 - Grit pot

به صورت عمودی در زیر نور نگه داشته شود. اطمینان حاصل کنید که نوارهای پالایه محکم بسته شده باشند. هنگام باز کردن نوار پالایه دقت شود تا گرد و غبارها هدرنروند. بهتر است شرایط نوار به صورت چشمی کنترل شود و اگر تجزیه گرد و غبار دیواره با این روش مد نظر نباشد بهتر است هر رسوبی از گرد و غبار بر روی دیواره‌های نوار گزارش شوند.

#### ۸-۲ اعتبارسنجی روش

توصیه می‌شود که آزمایشگاه‌ها فقط از روش‌های رسمی یا اعتبارسنجی شده استفاده کنند. در صورت استفاده از سایر روش‌ها، بهتر است مشخص شود که آن‌ها روش‌های ارزیابی شده‌ای هستند که ویژگی‌های عملکردی مشابه و یا بهتری را هنگام مقایسه با روش‌های منتشر شده دارند. راهنمای یوراکم<sup>۱</sup> (به منبع شماره [۱۲] کتاب‌نامه مراجعه شود) فرآیند ارزیابی روش را تشریح می‌کند. در صورت انحراف از روش استاندارد، بهتر است آزمایشگاه اثبات کند که تغییرات نتایج قابل مقایسه را به دست آورده و هنگام گزارش نتایج، اصلاحات را ذکر کند.

#### ۸-۳ واسنجی

بهتر است اندازه‌گیری‌ها قابل راستی‌آزمایی باشد. هنگام توزین نمونه‌های آزمون واسنجی، از ترازویی با دقت  $1\mu\text{m}$  استفاده کنید. هنگام توزین مقادیر اندک (کم‌تر از  $200\mu\text{m}$ ) دقت ترازو اهمیت دارد. این عمل برای بررسی واسنجی ترازو نیاز به استفاده از جرم‌های کنترلی گواهی شده طبقه E2 دارد. رطوبت و اثرات الکتروستاتیک ممکن است پایداری توزین را تحت تاثیر قرار دهند (به استاندارد ISO 15767 مراجعه شود). روش‌های توزین برای پالایه‌ها در استاندارد ISO 15767 ارائه شده است.

در روش‌های خوب به منظور کاهش خطای استاندارد خط رگرسیون به یک سطح مناسب و استفاده از سه تکرار به ازای هر سطح غلظت، شش سطح غلظت برای نمونه‌های آزمون واسنجی استفاده می‌شود. برای کاهش عدم قطعیت خط واسنجی، در سطوح پایین اندازه‌گیری، برخی روش‌های تجزیه‌ای مستقیم با پالایه برای ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی به خاطر مشکل بودن انجام تکرار تعداد ۳۰ نمونه را برای آزمون واسنجی توصیه می‌کنند. به منظور اجتناب از یک رگرسیون یا سایر مدل واسنجی از سنگین شدن ناخواسته در اثر پاسخ‌های مجزا که ممکن است منجر به اختلافات معنی‌دار بین نتایج شود، لازم است که نمونه‌های آزمون واسنجی به صورت یکنواخت در عرض دامنه تجزیه پخش شود. شواهد موجود مبین این است که تجزیه‌های IR اطلاعاتی با انحراف استاندارد ثابت تولید می‌کند در حالی که تجزیه‌های طیف‌سنجی پراش پرتو X اطلاعاتی با انحراف استاندارد که با جرم ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی تغییر می‌کند، تولید می‌کند. بنابراین برای تجزیه‌های طیف‌سنجی پراش پرتو X ممکن است یک رگرسیون تراز شده معتبرتر باشد. بهتر است واسنجی نسبت به تعدادی نمونه مشخص نظیر آزمون کفایت تخصصی<sup>۲</sup> یا نمونه کنترل کیفی آغشته‌شده<sup>۳</sup> آزمایش شود.

1 - Eurachem Guide  
2 - Proficiency testing

برای به حداقل رساندن تغییرات، لازم است که تهیه و آماده‌سازی استانداردهای واسنجی با اهداف مورد نظر آن تناسب داشته باشد. برای روش‌های مستقیم با پالایه، بهتر است روش به کار رفته برای تهیه و آماده‌سازی استانداردها با روش‌های جمع‌آوری نمونه هماهنگی و سازگاری داشته باشد. برای روش‌های رسوب دهی، بهتر است روش اجرا برای تهیه و آماده‌سازی استانداردهای واسنجی با روش‌های تهیه و آماده‌سازی نمونه همخوانی داشته باشد.

پاسخ ارسالی از تکنیک‌های طیف‌سنجی پراش پرتو X و IR به توزیع اندازه ذرات روی سطح پالایه تجزیه حساس بوده و استانداردهای مختلف ممکن است تا حدودی توزیع اندازه ذرات متفاوتی را داشته باشند، که ممکن است منجر به اختلافاتی در نتایج بین آزمایشگاه‌ها شود. در طیف‌سنجی پراش پرتو X به دلیل این که وقتی اندازه متوسط ذرات کاهش می‌یابد، شکل پیک پهن تر شده که ارتفاع را کاهش می‌دهد اندازه مساحت زیر پیک‌ها نسبت به اندازه ذرات تغییرپذیری کمتری را نشان می‌دهد. در تجزیه‌های IR به طور معمول ارتفاع پیک اندازه‌گیری می‌شود.

در صورتی که گرد و غبار واسنجی استفاده شده در آزمایشگاه از ماده مرجع گواهی شده نباشد (CRM) یا از استاندارد ثانویه با مقدار مشخصی ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی نباشد، آنگاه بهتر است پاسخ گرد و غبار واسنجی با این مواد مقایسه شود تا هر نوع امکان آریبی شناسایی و تعیین شود. اگر نمودارهای جذب یا پراش در خارج از دقت تکرارپذیری اندازه‌گیری بوده و در سطح احتمال ۹۵٪ معنی‌دار در نظر گرفته شود، بهتر است در نتیجه نهایی یا واسنجی یک ضریب تصحیح اعمال شود. بهتر است نتیجه گزارش شده به مشتری به ازای خلوص و تبلور استاندارد گرد و غبار تصحیح شود. برای مثال اگر طیف‌سنجی پراش پرتو X استفاده شود و اختلاف بین مساحت حاصل شده برای یک نمونه از توده ماده مرجع بیش تر و یا کم تر از ۲/۲۶ (توزیع تی - استیودنت<sup>۱</sup> به ازای ۹ درجه آزادی) باشد، انحرافات استاندارد مربوط به ۱۰ مساحت زیر پیک حاصل از توده گرد و غبار برای واسنجی استفاده شده و سپس ضریب تصحیح تبلور گرد و غبار واسنجی به صورت معادله ۱ خواهد شد:

$$\frac{\bar{A}_{CM}}{A_{Ref}} \frac{w}{100} \quad (1)$$

که در آن:

$A_{CM}$  مساحت متوسط پیک‌های اصلی ماده واسنجی، برحسب تعداد بر ثانیه؛  
 $A_{Ref}$  مساحت پیک‌های اصلی مشابه CRM یا استاندارد ثانویه به ازای غلظت معلوم ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی، برحسب تعداد بر ثانیه؛  
 $W$  کسر جرمی، ذرات سیلیس در CRM یا استاندارد ثانویه بر حسب درصد.  
 هم‌چنین، برای واسنجی معمول گرد و غبارات کوارتز  $\alpha$  ضرایب تصحیح را می‌توان از تحقیقات منتشر شده به دست آورد (به منبع شماره [۱۸] پیوست ت (آگاهی دهنده) کتاب‌نامه مراجعه شود).

توصیه می‌شود که مواد به کار رفته برای تهیه و آماده‌سازی نمونه‌های آزمون گزارش شوند. تصفیه ماده مرجع در طول واسنجی نیز ممکن است ویژگی‌های اندازه ذرات گرد و غبار را هنگامی که آن‌ها دوباره نمونه‌برداری می‌شوند، تغییر دهد، بنابراین در تجزیه‌های IR و نمودارهای پراش منجر به جذب‌های مختلفی شود. تعداد تکرارهای واسنجی بستگی به پایداری ابزار و تجربه تجزیه‌گر دارد. موقع استفاده از طیف‌سنجی پراش پرتو X، لزومی ندارد که آن مکرراً واسنجی شود. در صورتی که اثبات شود یک واسنجی منجر به نتایج مطلوبی می‌شود در صورتی که شرایط وسایل و پارامترها برای روش تجزیه حفظ شود، یک پایش خارجی برای تصحیح واسنجی تلفات لوله و کنترل کیفیت و/یا برنامه‌های تضمین کیفیت خارجی برای نظارت بر عملکرد روش مناسب خواهد بود.

#### ۸-۴ آماده‌سازی نمونه

در برخی از روش‌های تجزیه لازم است که گرد و غبارات از پالایه نمونه اصلی هوا بازیابی شود تا امکان تصفیه نمونه برای حذف تداخلات (مزاحمت‌ها) وجود داشته باشد و گرد و غبارهای بازیابی شده مجدداً بر روی پالایه دیگری رسوب داده شود. بهترین کار تهیه تعدادی استاندارد (بیش از یک) از یک محلول واسنجی و دخالت دادن آن‌ها در فرآیند تهیه نمونه به منظور انجام آزمون بازیابی است. در صورتی که اختلاف بین مقدار هدف و نتایج حاصل از نمونه‌های بازیابی به‌طور مشخص بیش از دقت مورد انتظار روش اجرا باشد، آنگاه بهتر است ضریب تصحیح برای بازیابی به کار رود. برای مثال در صورتی که مقدار هدف بیش از دو انحراف استاندارد از دقت مورد انتظار (تعیین شده از تجربه آزمون کفایت تخصصی، کنترل کیفیت، اطلاعات منتشر شده یا اطلاعات ارزیابی روش) مقادیر بازیابی شده باشد.

برای روش‌های رسوب‌دهی مجدد، توصیه می‌شود که آزمایشگاه‌ها برای بافت کانی در نمونه از مناسب‌ترین فنون پاکسازی استفاده کنند. خاکسترسازی در کوره می‌تواند مواد کربنی را حذف و اسیدهای رقیق می‌توانند کربنات‌ها را حذف کنند. ممکن است تداخلات بافت نمونه نظیر سیلیکات‌هایی که بتوانند قبل از تجزیه با یک مرحله پاکسازی نمونه به بهترین صورت جابه‌جا شود، وجود داشته باشد. این می‌تواند با یک هضم اسیدی مطابق با منبع [۱۹] کتاب‌نامه توام باشد. این روش اجرا برخی از سیلیکات‌ها نظیر فلدسپارها (آلبیت) را به صورت مطلوب حذف نکرده و می‌تواند باعث از دست رفتن ذرات بسیار ریز سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی و تشکیل سیلیس غیر متبلور شود.

در حین فرآیند رسوب‌دهی مجدد، بهتر است به منظور پالایه‌نمودن سیلیس بازسازی شده متبلور از آب‌بندی کامل اطمینان حاصل شود. در صورت فقدان کفایت آب‌بندی مناسب، نشتی می‌تواند منجر به از دست رفتن نمونه شود. بهتر است قبل از پالایه کردن و برای غلبه بر ریز شدن ذرات معلق و اطمینان از همگنی و یکنواختی فراصوت به کار رود. پالایه کردن قبل از ریختن نمونه، قرار دادن حدود ۲ ml حلال در قیف پالایه یک محیط معلق کننده فراهم کرده و به ایجاد یک سطح همگن کمک می‌کند.

پارامترهای طیف‌سنجی پراش پرتو X مربوط به تهیه نمونه شامل همگنی و یکنواختی نمونه، توزیع اندازه ذرات، اندازه سطح نمونه در معرض پرتوهای اشعه X، ضخامت رسوب نمونه و در صورت امکان انتخاب

استانداردهای داخلی (شامل ضرایب تصحیح جذب در صورتی که پالایه‌های نقره‌ای برای رسوب‌دهی نمونه با طیف‌سنجی پراش پرتو X استفاده شوند) است.

#### ۸-۵ اندازه‌گیری نمونه

##### ۸-۵-۱ پراش با اشعه X

طیف‌سنجی پراش پرتو X تکنیکی است که در آن اشعه‌های X از سطح نمونه منعکس شده و در اکثر روش‌ها فرض بر این است که رسوب نمونه یک لایه نازک بوده و بنابراین نیازی به تصحیح اثرات مربوط به جذب یا عمق نمی‌باشد. برخی از روش‌ها از پالایه نقره‌ای به عنوان یک استاندارد داخلی برای کمک به تصحیح همه اثرات مربوط به بافت استفاده می‌کنند. هنگامی که رابطه بین پاسخ و شدت به خاطر عمق نمونه زیاد خطی نیست، اندازه‌گیری پاسخ نقره مربوط به پالایه نمونه به تصحیح شدت سیگنال کمک می‌کند. از آنجایی که متبلور شدن سیلیس اغلب در یک بافت با سایر کانی‌های سیلیکاتی روی می‌دهد، برخی از آن‌ها طیف اشعه X را نمایش می‌دهند که با پیک پراش کوارتز اولیه همپوشانی ایجاد کرده و ممکن است استفاده از پیک‌های جایگزین برای کمی کردن لازم باشد.

پیوست الف فهرستی از تداخلات کانی‌ها را ارائه کرده است. یک رویه خوب شامل یک اسکن کیفی از طیف‌سنجی پراش پرتو X به منظور مشخص کردن بافت (زمینه) محیطی مربوط به مجموعه‌ای از نمونه‌های اخذ شده از یک محل مشخص است. برای سه مورد از پیک‌های بزرگ، تعیین نسبت‌های صحیح پیک می‌تواند به عنوان شاخصی از کاهش تداخلات باشد. با این وجود قبل از تجزیه‌ها ممکن است نیاز به یک روش پاکسازی باشد.

چرخش نمونه در طول تجزیه طیف‌سنجی پراش پرتو X امکان قرارگیری هر بلور در معرض پرتو اشعه X را مقدور کرده و با اطمینان از این که همه بلورها تحت عملیات واقع شده‌اند، دقت را بالا می‌برد.

##### ۸-۵-۲ تجزیه‌های فروسرخ

برای IR اثرات بافت حاصل از تداخلات با سایر بلورهای نامنظم سیلیس و سیلیکات، نظیر کائولینیت، مشکلاتی را برای تجزیه به وجود می‌آورد. هنگام تصحیح برای اثرات مربوط به جذب بافت، امکان آریبی وجود دارد که با افزایش آریبی در سطوح پایین کوارتز همراه خواهد بود. در معادن زغال سنگ، فرض می‌شود که به خاطر فرآیندهای زمین‌شناسی در شکل‌گیری زغال سنگ، کوارتز تنها به شکل نامنظم موجود باشد. بعضی اوقات فرض می‌شود که که مزاحم معدنی یافت شده در زغال سنگ فقط از نوع کائولینیت است. تصحیح طیفی ممکن است تداخل کائولینیت را از طیف فروسرخ زغال سنگ حذف کند.

برای تجزیه‌های فروسرخ با پالایه مستقیم، لازم است که نمونه‌ها چرخانده شده و اندازه‌گیری‌های مختلفی اخذ شده و به منظور به حداقل رساندن اختلافات احتمالی رسوب در داخل پالایه، از آن‌ها میانگین‌گیری شود.



## ۸-۶ تنوع ابزاری

### ۸-۶-۱ پراش پرتو X

#### ۸-۶-۱-۱ شدت

برای عملکرد بهینه دستگاه طیفسنجی پراش پرتو X، بهتر است منبع اشعه X به طور معمول از نظر پایداری تراز و پایش شود. برای هر اندازه‌گیری که انجام می‌شود، بهتر است تخمینی از اتلاف دستگاهی نیز صورت گیرد. برای طیفسنجی پراش پرتو X شدت تابش مس در طی زمان افت کرده و برای تصحیح اتلاف دستگاهی اعمال یک تصحیح توصیه می‌شود. یک صفحه آلومینیومی یا سایر مواد مقاوم و پایدار معتبر می‌تواند به عنوان یک استاندارد خارجی برای تصحیح یک اندازه برای کاهش تدریجی در انتشار لوله اشعه X از واسنجی استفاده شود. بهتر است چنین استانداردی فارغ از بافت علامت دار شده، ریزدانه باشد و دارای پیک طیفسنجی پراش پرتو X قوی در محدوده مشابه با کوارتز یا پیک‌های کریستوبالیت استفاده شده برای تجزیه‌ها باشد.

#### ۸-۶-۱-۲ وضعیت 2θ

در یک پراش سنج با هندسه براگ-برنتانو<sup>۱</sup>، بهتر است شدت انکسار اندازه‌گیری شده مستقل از 2θ باشد. جابه‌جایی مجموعه شکاف‌ها هندسه نیمه متمرکز را تغییر داده و ممکن است منجر به شدتی بشود که اندکی به 2θ بستگی داشته باشد. به خاطر این که نسبت‌های شدت‌های پیک‌ها در موقعیت‌های مختلف برای شناسایی و تجزیه کمی به کار می‌رود، چنین جابه‌جایی‌هایی منجر به نتایج اشتباهی خواهد شد. البته برای داشتن یک اثر جدی یک جابه‌جایی به اندازه کافی بزرگ غیر محتمل است. بررسی نسبت شدت پیک‌های پراش از یک نمونه مرجع، روشی برای شناسایی خطاهای بزرگ است.

پهنای پیک، امکان کنترل و بررسی بیش‌تر عملکرد ابزار دقیق را فراهم می‌کند. برای کنترل ابزار دقیق بهتر است پس از سرویس‌دهی، از یک ماده مرجع استاندارد نظیر ماده مرجع نانوذرات نقره (NIST 640c)<sup>۲</sup> یا از سایر مواد مشخص شده نظیر سنگ آرکانزاس<sup>۳</sup> که خط تجدیدپذیر را فراهم کند، استفاده شود.

#### ۸-۶-۲ تجزیه‌های فروسرخ

بهتر است به منظور کنترل اتلاف دستگاهی و تفکیک‌پذیری، یک مرحله بررسی نمونه به کمک نمونه آزمون کفایت تخصصی، که از قبل تجزیه شده یا با یک استاندارد مشخص، انجام شود.

#### ۸-۶-۱-۲ جذب

در تجهیزات فروسرخ پیشرفته، بهتر است شدت لیزر (انرژی) به دفعات و به صورت دوره‌ای از نظر خرابی کنترل و بررسی شود.

1 - Bragg-Brentano geometry

۲ - ماده مرجع نانو ذرات نقره: نانوذرات نقره با ابعاد ۷۵ نانومتر است که برای استفاده در مطالعات ایمنی نانوذرات نقره مناسب است.

۳ - ماده مرجع برای استفاده در مطالعات ایمنی محیط زیست است (Arkansas stone).

برای IR، ابزارهای پیشرفته از بررسی‌های خود کار برای تلفات طول موج بهره برده و جذب سیلیس یک پیک به‌طورنسبی پهن را نمایش خواهد داد. توصیه می‌شود که تفکیک‌پذیری تجزیه طوری تنظیم شود که بیش از  $\text{cm}^{-1}$  نباشد.

## ۹ کنترل کیفیت داخلی

دقت تجزیه به شرایط ویژه‌ای که برای تجزیه به‌کار گرفته شده است بستگی دارد. هدف طرح و برنامه کنترل کیفیت بررسی هر یک از مراحل تجزیه است. یک روش برای بررسی و کنترل روش تجزیه‌ای عملکرد صحیح، اخذ یک نمونه تطبیق داده شده با بافت در مقدار مشخص از بین کل روش‌های تجزیه‌ای مشابه با روش به‌کار رفته برای نمونه میدانی است. در حالت ایده‌آل اگر یک روش تجزیه‌ای غیر مستقیم به‌کار گرفته شود آنگاه بهتر است نمونه‌های کنترل کیفیت شامل آن‌هایی باشند که طی مرحله آماده‌سازی روش اخذ شده‌اند، به طوری که صحت و دقت نیز ارزیابی شود. هر نوع تلفات یا آلودگی ناشی از نمونه‌های میدانی در طول فرآیند تجزیه، احتمالاً تحت تاثیر نمونه کنترل کیفیت بوده و تجزیه‌گر ممکن است از هر نوع انحرافی مطلع شده و آن را مد نظر قرار دهد.

توصیه می‌شود برای تجزیه‌هایی که به‌طور مکرر انجام می‌گیرند، دسته‌ای از مواد کنترل کیفیت تهیه و آماده شود. یک ماده کنترل کیفیت مناسب ممکن است یک پالایه آلوده شده با مقدار مشخصی ذرات سیلیس اضافه شده به آن یا یک نمونه آزمون کفایت تخصصی پیشین باشد.

یک رویه خوب این است که مقدار به دست آمده برای نمونه کنترل کیفیت بر روی نمودار رسم شود. با این روش شناسایی و ارزیابی تغییرات، به مراتب راحت تر از مشاهده فهرست اعداد و ارقام ثبت شده روی برگه است. ساده‌ترین حالت<sup>۱</sup> نمودار شوارت است که در پیوست پ جزئیات آن تشریح شده است. یک نمودار شوارت با قوانین ساده، یعنی هشدار در  $\pm 2s$  عمل در  $\pm 3s$  که S انحراف استاندارد بوده و برای شروع آزمایشگاهی احتمالاً یک طرح و برنامه کنترل کیفیت کافی باشد. همین که تجزیه‌گرها با روش‌های کنترل کیفیت آشنایی پیدا نمودند، مجموعه قوانین پیچیده‌تری می‌تواند به‌کار گرفته شود.

یک رویه عملی خوب بررسی و کنترل انحراف استاندارد روش در فواصل زمانی معین و در صورت امکان، بازبینی هشدار و حدود عمل است. داده‌های به‌کار رفته برای محاسبه انحراف استاندارد اولیه ممکن است در دسترس نبوده و به‌کارگیری یک طرح و برنامه کنترل کیفیت منجر به بهبود دقت نتایج به دست آمده خواهد شد، به طوری که حدود هشدار قدیمی دیگر معتبر نخواهند بود.

## ۱۰ تایید بیرونی و ارزیابی عدم قطعیت

یک آزمایشگاه ممکن است قادر به کنترل دقت خود باشد، اما در صورتی که اریبی بین مقدار مرجع پذیرفته شده و نتایجی که به دست می‌آیند، ارزیابی نشود، امکان گزارش نتایج نادقیق وجود دارد. یک طرح و برنامه کنترل کیفیت به آزمایشگاه کمک می‌کند که دقتش را کنترل کند اما امکان اریبی ناشی از استانداردهای واسنجی، تهیه و آماده‌سازی نمونه‌های واسنجی، ضرایب محسوب نشده در ارزیابی و تفسیر داده‌ها را شامل نمی‌شود. شرکت در برنامه‌های آزمون کفایت تخصصی کمک می‌کند که یک آزمایشگاه نتایجی را که با نمونه‌های مشخص به دست آورده است با نتایج مربوط به سایر آزمایشگاه‌ها مقایسه کرده و متصدی آزمایشگاه می‌تواند از یافته‌های عملکرد قیاسی آزمایشگاه برای تعیین توانایی آزمایشگاه به منظور تولید اندازه‌هایی با کیفیت ثابت و پایدار استفاده کند.

بهتر است آزمایشگاه یک برنامه آزمون کفایت تخصصی متناسب با روش تجزیه‌ای خود انتخاب کند. آزمون کفایت تخصصی ارجح است اما روش‌های ملی ممکن است با الزامات ویژه طرح و برنامه آزمون کفایت تخصصی سازگاری نداشته باشد. در این موارد یک پروتکل ارزیابی داخلی برای پایش کیفیت داده‌ها ضروری است.

برای تفسیر اندازه‌گیری‌های تجزیه‌ای، یک رویه خوب شامل ارزیابی عدم قطعیت اندازه‌گیری‌ها است. استاندارد ISO/IEC 98-3، دیدگاهی را برای برآورد عدم قطعیت مربوط به اندازه‌گیری‌ها تشریح می‌کند. با هدف تفسیر داده‌ها، بهتر است یک محدوده عدم قطعیت نیز همراه با نتایج گزارش شود. مثالی از دیدگاه استاندارد ISO/IEC 98-3، برای تخمین و برآورد عدم قطعیت نتایج در پیوست ت نشان داده شده است.

## ۱۱ گزارش آزمون

### ۱-۱۱ الزامات حداقلی گزارش

گزارش آزمون باید حاوی حداقل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱-۱۱ با ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛
- ۲-۱-۱۱ همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۳-۱-۱۱ شرایط ابزار نمونه‌برداری نظیر آسیب‌ها، بیش باری و هر نوع گرد و غبار باقیمانده در مخزن استفاده شده برای حمل و نقل و جابه‌جایی؛
- ۴-۱-۱۱ استاندارد گرد و غبار به کار رفته برای واسنجی؛
- ۵-۱-۱۱ جرم آنالیت برحسب میکروگرم؛
- ۶-۱-۱۱ عدم قطعیت بازه‌ای برآورد شده؛
- ۷-۱-۱۱ حد تشخیص و در صورت لزوم LOQ؛
- ۸-۱-۱۱ نام تجزیه‌گر؛
- ۹-۱-۱۱ نام و نشانی آزمایشگاه؛

- ۱۰-۱-۱۱ امضاء مدیر آزمایشگاه یا فردی که مورد تایید مدیر آزمایشگاه است؛
- ۱۱-۱-۱۱ تاریخ انجام تجزیه‌ها؛
- ۱۲-۱-۱۱ نام و مدل ابزار به کار رفته برای تجزیه؛
- ۱۳-۱-۱۱ مشخصات گزارش؛
- ۱۴-۱-۱۱ تداخلات موجود در طول تجزیه نمونه؛
- ۱۵-۱-۱۱ دامنه تجزیه‌ای استانداردهای واسنجی؛
- ۱۶-۱-۱۱ دوره زمانی انبار و نگهداری نمونه‌ها؛
- ۱۷-۱-۱۱ همه جزئیات عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده‌اند یا اختیاری هستند، همراه با جزئیات هر انحرافی که ممکن است نتایج را تحت تاثیر قرار دهد.
- ۲-۱۱ داده‌هایی که توسط آزمایشگاه بایگانی می‌شود
- موارد زیر حداقل اطلاعاتی هستند که بهتر است توسط آزمایشگاه بایگانی شوند:
- ۱-۲-۱۱ یک رونوشت از گزارش ارسالی به مشتری؛
- ۲-۲-۱۱ رونوشتی از اسکن‌ها و پارامترهای ابزاری؛
- ۳-۲-۱۱ منحنی واسنجی؛
- ۴-۲-۱۱ نمونه‌هایی که به ازای یک دوره زمانی تجزیه، بررسی می‌شود؛
- ۵-۲-۱۱ رونوشتی از روش‌های به کار رفته برای اجرای تجزیه و نتایج حاصل از هر آزمون به کار رفته برای بیان قابلیت مقایسه هر تغییر در روش استاندارد.

## پیوست الف

### (آگاهی دهنده)

#### چندشکلی<sup>۱</sup> نامنظم ذرات سیلیس و تداخلات آن

الف-۱ تداخلات در طیف طیفسنجی پراش پرتو X و طیف فروسرخ مربوط به ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی

نمونه‌های بهداشت صنعتی برای ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی اغلب در محیط‌هایی که حاوی ترکیبات معدنی نظیر گرافیت در صنعت آهن و فولاد و سیلیکات‌های مختلف در کشاورزی و سرامیک‌ها هستند، اخذ می‌شود. وجود ترکیبات معدنی که پیک‌های ویژه‌ای مشابه با پیک‌های ذرات سیلیس چندشکلی نامنظم دارند، می‌تواند با اندازه‌های ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی تداخل ایجاد کند. مشخص شدن ترکیب گرد و غباری که جمع شده حائز اهمیت است، تا تجزیه‌گر درک خوبی از هر ترکیبی که باعث تداخل شده است، داشته باشد. زمانی که گرد و غبارت نمونه‌برداری شده برای انجام تجزیه به آزمایشگاه فرستاده شود، توصیه می‌شود که همه اطلاعات موجود در خصوص فرآیند صنعتی، از جمله مواد خام، فرآیندهای استخراج، محصولات تبدیل و بسته‌بندی محصول نهایی، همراه نمونه ارائه شوند.

#### الف-۱-۱ پراش پرتو X

در تکنیک طیفسنجی پراش پرتو X، تداخلات با تکنیک تجزیه می‌تواند مشخص شود. برای اغلب روش‌های مرجع طیفسنجی پراش پرتو X در تجزیه‌های کیفی، به منظور بررسی وجود کانی‌های مزاحم یک نمونه حجمی معین به کار می‌رود (NIOSH روش 7500 (به منبع [۸] کتاب‌نامه مراجعه شود)، OSHA روش ID-142 (به منبع [۱۰] کتاب‌نامه مراجعه شود) و MDH 101 (به منبع [۱۵] کتاب‌نامه مراجعه شود)). در این مورد کانی‌های مزاحم می‌تواند برای اثبات هرگونه اطلاعات ارائه شده توسط متخصص بهداشت حرفه‌ای که نمونه توده‌ای را جمع‌آوری کرده است، مشخص شود. در صورتی که تداخلات یافت شوند، پاکسازی نمونه می‌تواند قبل از تجزیه نمونه‌های استنشاقی یا یک پیک ثانویه با یک افت و کاهش در حساسیت اجرا شود. در سایر روش‌های مرجع طیفسنجی پراش پرتو X، لازم است که تجزیه‌گر همه پیک‌های اصلی را برای هر ذرات سیلیس چندشکلی نامنظم اندازه بگیرد (OSHA روش ID-142 (به منبع [۱۰] کتاب‌نامه مراجعه شود)). شدت‌های نسبی معین در طول هر اجرا هم‌زمان مقایسه شده و انحراف از مقدار مورد انتظار به عنوان شاخصی از تداخلات در همان نمونه در نظر گرفته می‌شود. در طیفسنجی پراش پرتو X پیک‌های پراش مربوط به چندشکلی نامنظم اصلی ممکن است در معرض همپوشانی، تغییرات در شدت یا تخریب شکل پیک واقع شود. ممکن است یک نمودار مرجعی از ماده واسنجی به دست آید و برای مقایسه شدت نسبی، عرض پیک، و تقارن پیک با نمودار پیک نمونه از نرم افزاری برای تخمین مقدار سیلیس موجود استفاده

---

1 - Polymorphs

شود. به هر حال ممکن است بهتر باشد که نتایج حاصل از پیک‌های مربوط به تداخلات را رد کرده و یک پیک سیلیس متفاوت برای تجزیه استفاده شود. هم‌چنین در صورتی که فاز تداخلی مشخص باشد، ممکن است یک تصحیح ساده را با اندازه‌گیری شدت خط دیگر فاز تداخلی انجام داده و سپس تنظیم مناسبی برای شدت صورت گیرد. تجزیه‌گرها و متخصصات بهداشت حرفه‌ای بهتر است در مورد مزاحمت‌های معمولی که در انواع محیط‌های صنعتی یافت می‌شوند، معلومات کاری داشته باشند. چهار پیک اصلی کوارتز  $\alpha$  در جدول الف ۱ همراه با چندین کانی مزاحم معین ارائه شده است.

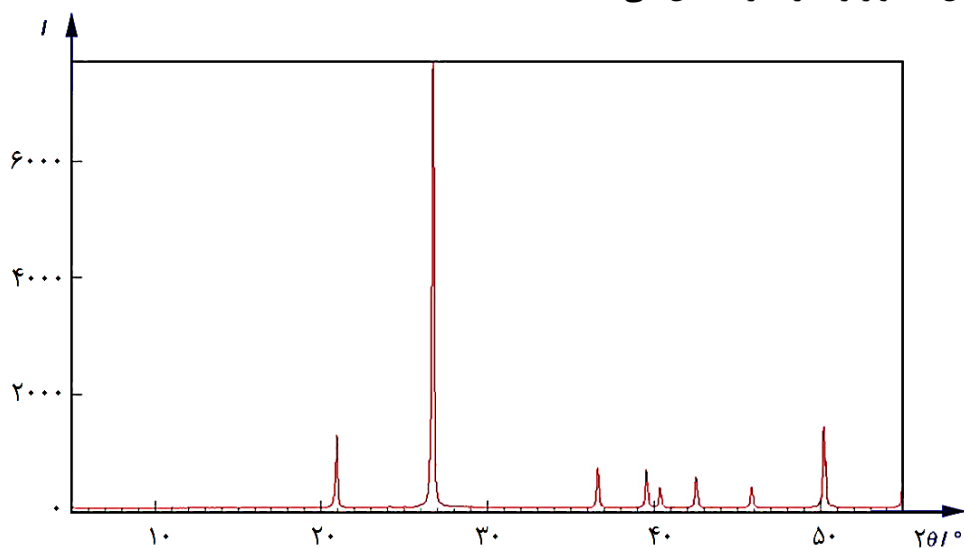
جدول الف ۱- پیک‌ها و شدت‌های کوارتز  $\alpha$  و کانی‌های مزاحم مشهور

(۲۱۱)	(۱۱۲)	(۱۰۱)	(۱۰۰)	پیک تجزیه‌ای
۹	۱۴	۱۰۰	۲۲	شدت نسبی
-	۱,۸۲	۳,۳۴	۴,۲۶	$d$ (Å)
۵۹,۹۶	۵۰,۱۷	۲۶,۶۵	۲۰,۸۵	زاویه اختلاف $\text{Cu K}\alpha$ ( $2\theta$ )
کانی‌های مزاحم (تداخلات)				
×	×	×		آلبیت
×	×			آنورتیت
×	×	×	×	آراگونیت
	×	×		باریت
×		×		بیوتیت
×				کریستوبالیت
		×		گرافیت
×	×	×	×	کائولینیت
	×	×	×	ماگمیت
		×	×	میکرولین
×		×		مولیت
		×		مسکویت
	×	×	×	ارتوکلاز
×	×	×		سیلیمانیت
×	×		×	تریدیمیت
×	×	×		ولاستونیت
×				ووزتیت
×		×		زیرکن
×× یک تداخل جدی و شدید را نشان می‌دهد				

#### الف-۱-۲ اسکن‌های پراش با اشعه X مربوط به کوارتز $\alpha$ و تداخلات بالقوه

برای یک اسکن طیف‌سنجی پراش پرتو X مربوط به بلور کوارتز  $\alpha$ ، به شکل الف ۱ مراجعه شود. برای یک اسکن طیف‌سنجی پراش پرتو X مربوط به یک نمونه حاوی فلدسپار و کوارتز  $\alpha$  به شکل الف ۲ مراجعه شود.

شکل الف ۳ یک نمودار طیف‌سنجی پراش پرتو X از نمونه حاوی ژئیس (گچ) و مقدار کمی از فلدسپار را که قابلیت تداخل با کوارتز  $\alpha$  را دارد نشان می‌دهد.



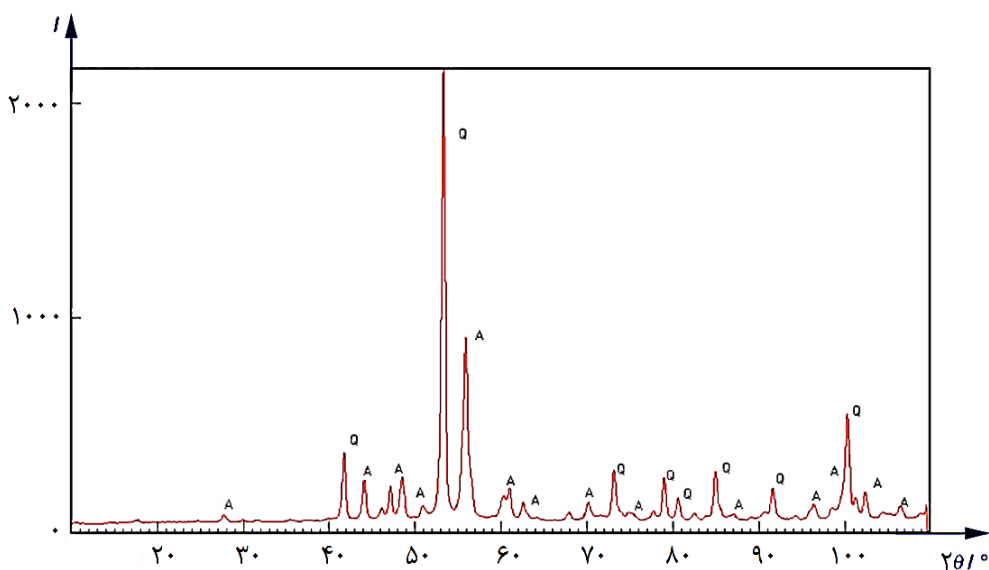
راهنما:

$2\theta$  وضعیت پیک

I شدت

یادآوری - اسکن کریستوبالیت در پیوست ب ارائه شده است.

شکل الف ۱- اسکن طیف‌سنجی پراش پرتو X مربوط به بلور کوارتز  $\alpha$



راهنما:

$2\theta$  وضعیت پیک

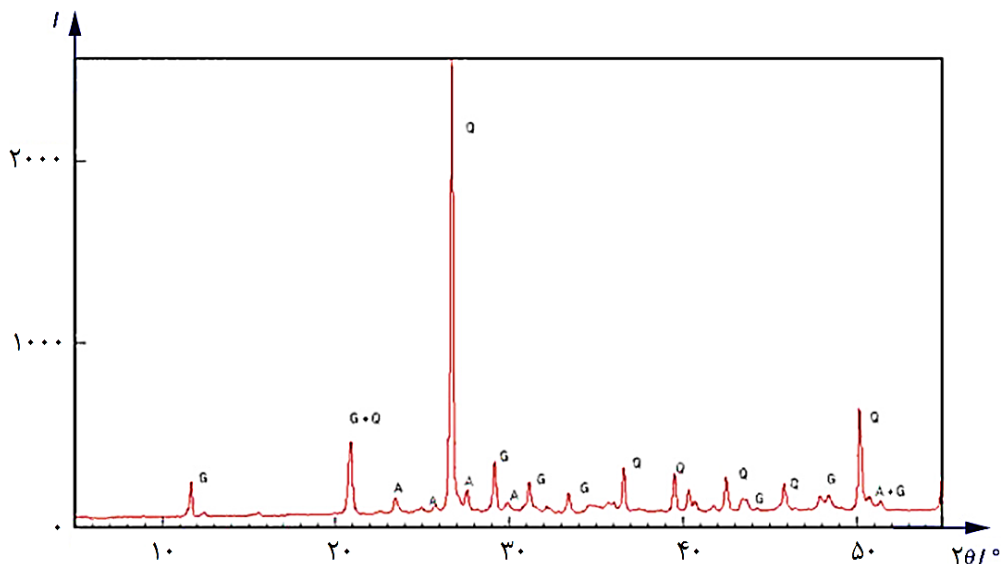
I شدت

A کانی فلدسپار مشابه دارای آلبيت کم

Q کوارتز  $\alpha$

یادآوری - نمودار تداخل احتمالی با انعکاس‌های  $26.65^\circ$  و  $50.1^\circ$  کوارتز  $\alpha$  را نشان می‌دهد.

شکل الف ۲- اسکن طیف‌سنجی پراش پرتو X حاوی فلدسپار (مشابه با آلبيت) و بلور کوارتز  $\alpha$



راهنما:

۲θ وضعیت پیک

I شدت

A کانی فلدسپار مشابه دارای آلبيت کم

G ژيپس (گچ) ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

Q کوارتز  $\alpha$

شکل الف ۳- اسکن طيفسنجی پراش پرتو X نمونه حاوی ژيپس و مقدار کمی فلدسپار (کم آلبيت) نشان دهنده احتمال تداخل با بلور کوارتز  $\alpha$

### الف-۱-۳ تجزيه فروسرخ

شکل‌های نامنظم مختلف از ذرات سيليس الگوی جذبی مشخصی را به نمایش می‌گذارد. کوارتز  $\alpha$  یک ویژگی قطعی در  $798\text{cm}^{-1}$  تا  $790\text{cm}^{-1}$  و  $779\text{cm}^{-1}$  تا  $780\text{cm}^{-1}$  (شکل الف ۴) و پیک‌های دوم در  $694\text{cm}^{-1}$ ،  $512\text{cm}^{-1}$ ،  $460\text{cm}^{-1}$ ،  $397\text{cm}^{-1}$  و  $370\text{cm}^{-1}$  نشان می‌دهند. پیک  $694\text{cm}^{-1}$  می‌تواند برای مواردی که تداخلات معدنی با جفت اولیه همپوشانی ایجاد می‌کنند برای کمیت‌گذاری به کار رود. کوارتز  $\alpha$  ممکن است در حضور سيليس نامنظم با استفاده از پیک  $694\text{cm}^{-1}$  اندازه‌گیری شده یا به عنوان جایگزین، ممکن است قبل از تجزيه به منظور هضم با اسید فسفریک استفاده شود. اگر روش هضم با اسید فسفریک به کار رود، بهتر است تجزيه‌گر توجه داشته باشد که نباید تماسی بین اسید و ذرات برقرار شود، زیرا اسید ممکن است ذرات ریز ذرات سيليس را حل کند. کریستوبالیت پیک‌های ویژه‌ای را در  $798\text{cm}^{-1}$ ،  $623\text{cm}^{-1}$ ،  $490\text{cm}^{-1}$ ،  $385\text{cm}^{-1}$ ،  $297\text{cm}^{-1}$  و  $274\text{cm}^{-1}$  به نمایش می‌گذارد. برای مواردی که تداخلات معدنی با پیک  $798\text{cm}^{-1}$  روی می‌دهد، ممکن است پیک  $623\text{cm}^{-1}$  برای کمیت‌گذاری استفاده شود. تری‌دیمیت پیک‌های مشخصی را در  $793\text{cm}^{-1}$ ،  $617\text{cm}^{-1}$  و  $476\text{cm}^{-1}$  به نمایش می‌گذارد. در حضور کوارتز  $\alpha$  یا کریستوبالیت امکان کمیت‌گذاری تری‌دیمیت وجود ندارد.

اثرات بافت ناشی از تداخلات با سایر سيليكات‌ها، تجزيه را با مشکل مواجه می‌سازند. مثال‌های زیر، گروه کانی‌هایی هستند که می‌توانند موجب مزاحمت و تداخل شوند:

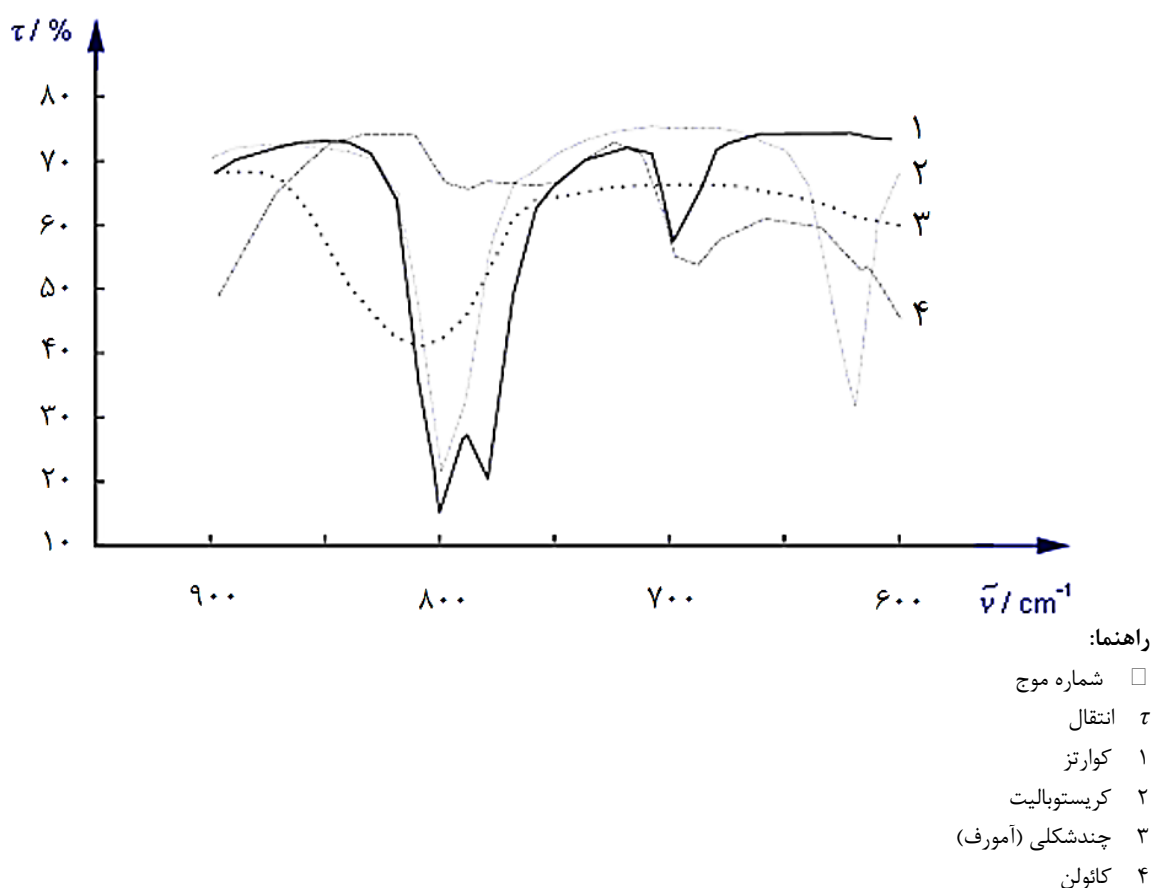
الف- رس‌ها، برای مثال کائولینیت، دیکلیت؛



ب- فلدسپارها برای مثال آنورتیت، اورتوکلاز؛

پ- میکاها برای مثال موسکویت.

این فهرست کامل نیست، زیرا هر کانی با یک زنجیره کششی Si-O ممکن است در جذب ناحیه مشابه به عنوان جاذب‌های اصلی سیلیس چندشکلی نامنظم سهیم باشد. هنگام تصحیح اثرات جذب سطحی بافت، احتمال اریبی وجود دارد که در سطوح پایین کوارتز اریبی افزایش خواهد یافت. به دلیل فرآیندهای زمین‌شناسی که در تشکیل زغال سنگ وجود دارند، فرض می‌شود که در معدن زغال سنگ تنها کوارتز  $\alpha$  چندشکلی نامنظم موجود باشد. به‌طور معمول تنها تداخل کانی مهم یافت شده در زغال سنگ مربوط به کائولینیت است. روش تجزیه‌ای MSHA و روش تجزیه‌ای کوارتز P-7 (به منبع [7] کتاب‌نامه مراجعه شود) روش تصحیح طیفی را برای حذف تداخل فروسرخ ناشی از کائولونیت ارائه می‌کند. گرچه اغلب شیمیدان‌ها با فنون فروسرخ به دلیل استفاده از آن برای تجزیه مواد آلی آشنایی دارند، اما جهت تفسیر صحیح داده‌های نمونه‌های کانی‌شناسی توسط متصدی آزمایشگاه، نیاز به معلومات زمین‌شناسی و کانی‌شناسی بیش‌تری است. مثال نشان داده شده در شکل الف ۴ طیف انتقال کوارتز، کریستوبالیت، سیلیس غیربلوری و کائولینیت را ارائه کرده است.



شکل الف ۴- طیف انتقال FT-IR کوارتز، کریستوبالیت، سیلیس غیربلوری و کائولینیت

## پیوست ب

### (آگاهی دهنده)

#### کمیت گذاری کریستوبالیت با استفاده از پراش پرتو X

##### ب-۱ کمیت گذاری کریستوبالیت

کمیت گذاری کریستوبالیت به خاطر تنوع و تغییرات موقعیت و شدت پراش مربوط به کریستوبالیت نوع  $\alpha$ - و نوع  $\beta$  مشکل است. نشان داده شده است که شدت خطوط پراش در برخی از نمونه‌ها با ضریب ۳ تغییر می‌کند. ممکن است این تغییر به خاطر دو شکل به‌طور کامل متفاوت کریستوبالیت باشد. کریستوبالیت نوع  $\beta$  دما بالا در دماهای بالای  $1470^{\circ}\text{C}$  پایدار بوده ولی به محض رسیدن به دمای تقریبی  $200^{\circ}\text{C}$  موقع سرد شدن، سریعاً به کریستوبالیت نوع  $\alpha$  تبدیل می‌شود. بنابراین فرض می‌شود که نمونه‌های محیط کار حاوی نوع  $\alpha$  باشند. به شکل ب-۱ مراجعه شود. به هر حال مطالعات مواد عایق سرامیکی سیلیکات آلومینیوم نشان داده است که نوع  $\beta$  نیز می‌تواند وجود داشته باشد. در صورتی که کریستوبالیت نوع  $\beta$  با استفاده از استاندارد واسنجی کریستوبالیت نوع  $\alpha$  تجزیه شود، نتیجه دارای آریبی معنی داری خواهد بود.

##### ب-۲ کمیت گذاری کریستوبالیت در حضور اوپال و سیلیس نامنظم<sup>۱</sup>

برخی نمونه‌های کریستوبالیت، به دلیل پراکنش ماده بی‌شکل دارای نواحی موضعی پیکربندی نظیر شیشه سیلیسی یا به دلیل برخی ساختار بی‌نظم درون سیلیس بلورین، پراکنش پراکنده‌ای را تحت حداکثر کریستوبالیت نشان می‌دهند. این مورد به قضاوت تجزیه‌گر بستگی دارد، زیرا در برخی از نمونه‌ها تجمع و ورود برخی از گستره پایه پیک کریستوبالیت ممکن است مساحت محاسبه شده را ۳۰٪ تا ۵۰٪ افزایش دهد. الزامات ضروری برای بهداشت حرفه‌ای مقدار جزء بلور است، زیرا تصور می‌شود که آن باعث مشکلات بهداشتی و سلامتی جدی شود. بنابراین منطقی است که حداکثر تیزی بلور را کمی کنیم، زیرا بیانگر بلوری-ترین ماده است. تطبیق پروفایل یا تجزیه ریتولت<sup>۲</sup> ممکن است یک نرم افزار مفید برای تفکیک بلور از مواد نامنظم یا مواد با بلورشدگی ضعیف باشد.

نمونه‌های اوپال محدوده کاملی از رفتار بلوری را از کریستوبالیت مرتبه بالا (اوپال-کربن و برخی نمونه‌های اوپال CT) تا یک پیک نامنظم پهن در منطقه حداکثر کریستوبالیت نوع  $\alpha$  را نشان می‌دهند.

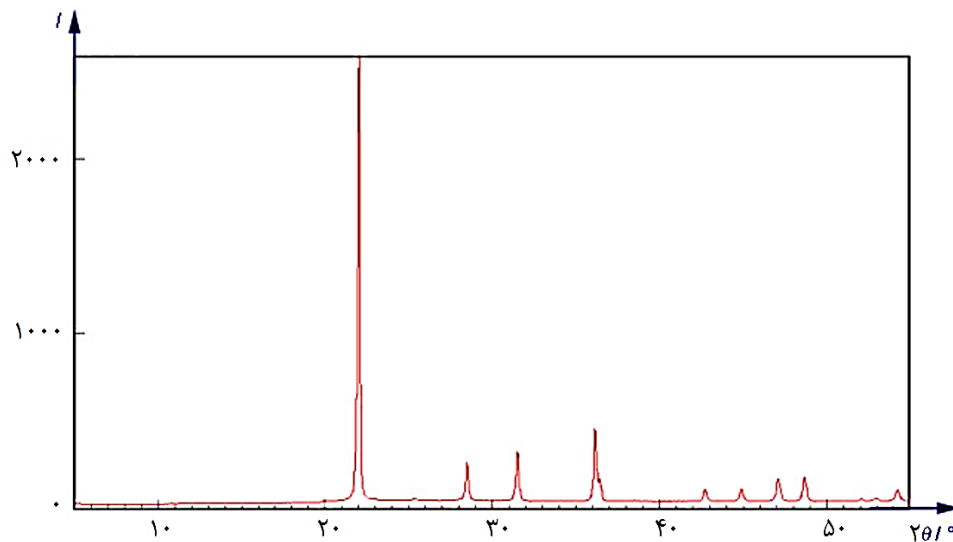
##### ب-۳ کمیت گذاری کریستوبالیت در حضور تری‌دی‌میت

برخی نمونه‌های کریستوبالیت پراش ماکسیما گسترده‌ای را نشان داده و توده تری‌دی‌میت نیز به صورت نوسانی با پیک کریستوبالیت مشاهده می‌شود. در یک نمونه با مخلوطی از کریستوبالیت و تری‌دی‌میت، تری‌دی‌میت نیز بهتر است کمی شود یا موجود بودن آن گزارش شود، زیرا آن یک نوع از ذرات سیلیس است. چند تا از پیک-های تری‌دی‌میت منطبق با پیک کریستوبالیت اصلی بوده و تفسیر دقیق، مستلزم نتایج گزارش شده است. در

1 - Opal and amorphous silica

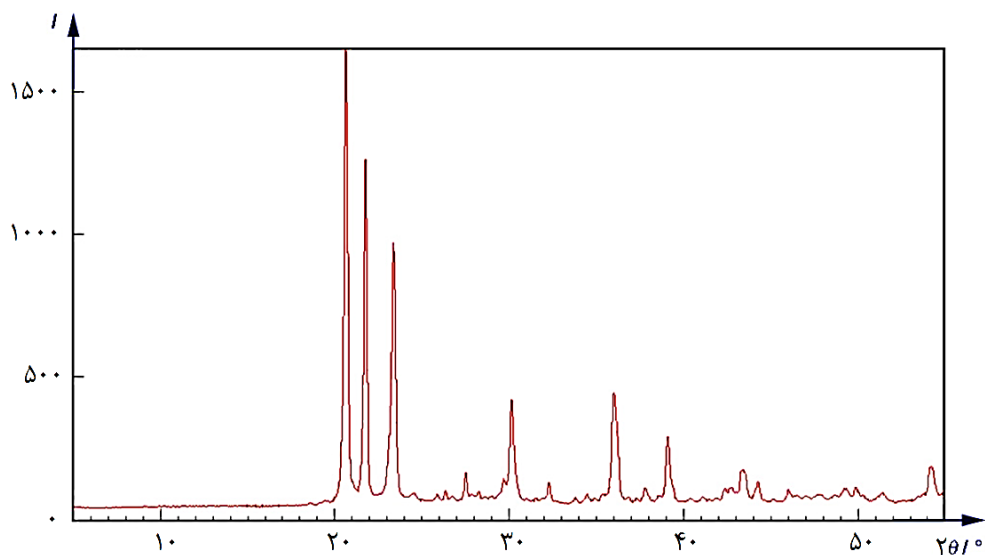
2 - Rietvelt analysis

صورت عدم واسنجی برای تریدیمیت، بهترین رویه، گزارش مقدار به دست آمده برای کریستوبالیت و یادداشت آن به عنوان یک مقدار حداقلی به خاطر حضور تریدیمیت است. شکل ب ۲ یک نمودار طیفسنجی پراش پرتو X از بلور تریدیمیت را نشان می‌دهد، در حالی که در شکل ب ۳ نمودارهای ترکیب شده کریستوبالیت، کوارتز و تریدیمیت نشان داده شده است.



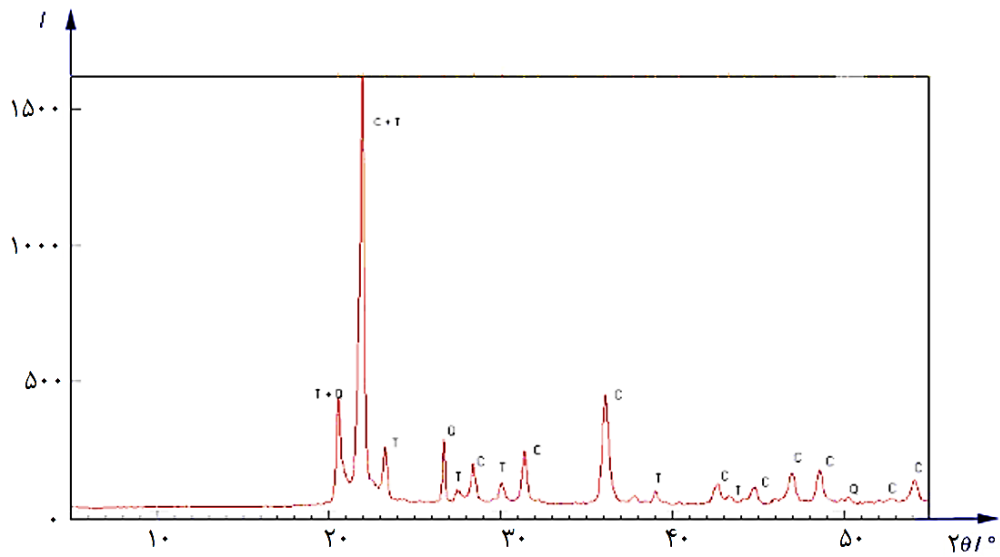
راهنما:  
 $2\theta$  وضعیت پیک  
 شدت I

شکل ب ۱- اسکن طیفسنجی پراش پرتو X کریستوبالیت  $\alpha$  بلوری



راهنما:  
 $2\theta$  وضعیت پیک  
 شدت I

شکل ب ۲- اسکن طیفسنجی پراش پرتو X تریدیمیت بلوری



راهنما:

$2\theta$  وضعیت پیک

I شدت

C کریستوبالیت

Q کوارتز  $\alpha$

T تریمدیت

یادآوری - کریستوبالیت در این مثال، از یک منبع صنعتی و حاوی مقدار کمی کوارتز تشکیل شده است.

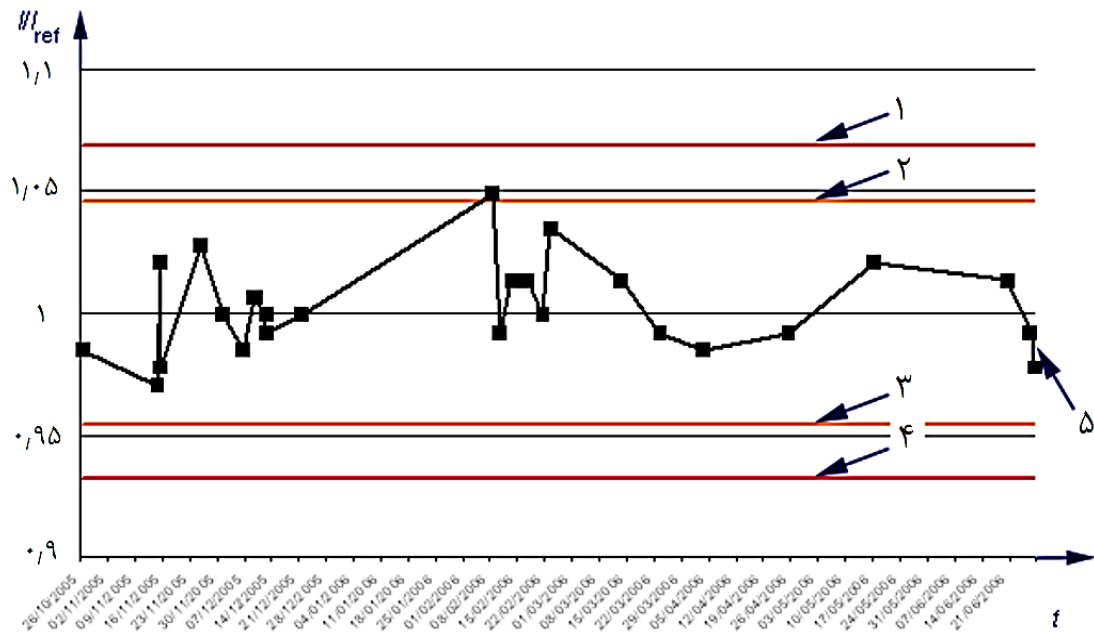
شکل ب ۳ - اسکن‌های طیف‌سنجی پراش پرتو X کریستوبالیت، کوارتز و تریمدیت

## پیوست پ

### (آگاهی دهنده)

#### مثالی از نمودار کنترل کیفیت برای ذرات سیلیس قابل تنفس

بهتر است که نتایج حاصل از هر انعکاس اشعه X یا جذب فروسرخ به کار رفته در تجزیه ثبت یا رسم شوند، زیرا اختلافات در پس‌زمینه یا محل پیک به هنگام تجزیه یک نمونه مشابه ممکن است یک نتیجه ناخواسته برای یک انعکاس/جذب‌ها و مقدار اریبی و میانگین به ایجاد کند. مثال شکل پ ۱ تغییر اندازه‌های پیک 2θ طیف‌سنجی پراش پرتو X با زاویه ۲۶٫۶° برای نمونه حاوی به‌طور تقریب ۱۰۰µg کوارتز نوع α را نشان می‌دهد. نمودارهای مشابهی می‌تواند برای تجزیه فروسرخ تهیه شود. نسبت بین نتایج به دست آمده و مقدار ماده کنترل کیفی در برابر داده حاصل از تجزیه رسم می‌شود. مقدار ماده کنترل کیفی می‌تواند یک مقدار نظری یا مقدار مشخصی باشد که از جرم بارگذاری شده بر پالایه تعیین می‌شود یا از مقدار تصریح شده یا پیش‌بینی‌شده از یک نمونه آزمون کفایت تخصصی به دست آمده باشد. در صورتی که این مقادیر استفاده شوند، نسبت نتیجه به دست آمده با مقدار تصریح شده ممکن است شاخصی از اریبی را فراهم کند. نسبت در برابر اختلاف مطلق از مقدار کنترل کیفیت نیز اغلب رسم می‌شود، به طوری که نمونه‌هایی با مقادیر اختلاف کم، می‌توانند در یک نمودار در نظر گرفته شوند. هنگام استفاده از طیف‌سنجی پراش پرتو X، غشاء پالایه‌های PVC پس از اندازه‌گیری تکرار شده خشک و شکننده می‌شود. هنگام اندازه‌گیری ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی با اشعه X بر روی این نوع از مواد پالایه، تمایل اندک نمودارها به سمت مقادیر بزرگ‌تر دور از انتظار نیست.



راهنما:

- |   |                        |             |                         |
|---|------------------------|-------------|-------------------------|
| ۳ | حد کنترل پایینی        | t           | تاریخ تجزیه             |
| ۴ | حد اجرای پایینی        | $I/I_{ref}$ | نسبت نتایج به مقدار هدف |
| ۵ | مقدار نسبت کنترل کیفیت | ۱           | حد اجرای بالایی         |
|   |                        | ۲           | حد کنترل بالایی         |

شکل پ ۱- تغییر اندازه‌های پیک 20 طیف‌سنجی پراش پرتو X با زاویه  $26/6^\circ$  برای نمونه حاوی تقریباً  $100 \mu\text{g}$  کوارتز نوع  $\alpha$

## پیوست ت

### (آگاهی دهنده)

#### تخمین عدم قطعیت بازه‌ای برای اندازه‌گیری‌های مربوط به بلورهای سیلیس قابل تنفس

##### ت-۱ تخمین عدم قطعیت

عدم قطعیت در گزارش اندازه‌گیری‌ها ذکر می‌شود. به طوری که متخصصین بهداشت و سلامت حرفه‌ای می‌توانند قابل اعتماد بودن یک مقدار اندازه‌گیری را موقع تفسیر داده‌ها ارزیابی کنند. در صورتی که مقدار حد مواجهه (LV)<sup>۱</sup> درون عدم قطعیت ذکر شده باشد، می‌تواند اندازه‌گیری‌های بیش‌تری صورت گیرد تا سطح اطمینان که مقادیر حد از آن بیشتر نشوند، افزایش یابد. در صورتی که مقادیر حد به ازای جرم‌هایی برقرار شوند که نزدیک به LOQ روش‌های اندازه‌گیری باشد، دانستن عدم قطعیت مورد انتظار اندازه‌گیری به طور خاص اهمیت دارد زیرا متناسب با کاهش مقدار آنالیت اندازه‌گیری شده، دقت نسبی اندازه‌گیری‌ها نیز افت می‌کند. امکان دارد که در بسیاری از کشورها، به دلیل عدم وجود حد مواجهه قابل اندازه‌گیری که هیچ خطری در خصوص گسترش سیلیسی وجود ندارد مقادیر حدی خیلی پایین برای ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی تدوین شود. الزامات عملکردی نظیر استاندارد EN 482 و بخش ث دفترچه راهنمای NIOSH در مورد روش‌های تجزیه‌ای (به منبع [۹] کتاب‌نامه مراجعه شود)، حداکثر عدم قطعیت مجاز یا عدم صحت روش‌های اندازه‌گیری بهداشت حرفه‌ای را برحسب خطای نسبی تشریح می‌کند. استاندارد EN 482 بیان می‌دارد که عدم قطعیت بازه‌ای یک اندازه‌گیری، شامل نمونه‌برداری، بهتر است ۵۰٪ در محدوده غلظت ۰/۱ تا ۰/۴۹۹ برابر LV و ۳۰٪ u در محدوده غلظت ۰/۵ تا ۲ برابر مقدار حد باشد. NIOSH دارای یک الزام صحت روش ±۲۵٪ برای آزمون‌های آزمایشگاهی است که ممکن است برای صحت تعیین شده با استفاده از مقایسه میدانی روش‌ها به ۳۵٪± برسد. بنابراین هنگامی که اندازه‌گیری برای ارزیابی انطباق با یک مقدار حد اخذ می‌شود، بسیار مهم است که اطلاعات در مورد عدم قطعیت بازه‌ای یا تغییرپذیری اندازه‌های ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی موجود باشد و تصریح شود که روش انتخاب شده الزامات عملکردی استاندارد EN482 یا NIOSH را به ازای حد مواجهه حرفه‌ای مناسب پوشش می‌دهد. این پیوست راهنمایی در مورد نحوه محاسبه عدم قطعیت اندازه‌گیری‌های ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی برای انطباق با استاندارد ISO/IEC 98-3 را ارائه کرده است (به منبع [۴] کتاب‌نامه مراجعه شود) و مثالی از عدم قطعیت مربوط به یک مقدار گزارش شده را ارائه می‌کند. در صورتی که تصریح شود که آن یک ارزیابی واقعی از تغییرپذیری نتایج را فراهم می‌کند، سایر دیدگاه‌ها ممکن است هنوز معتبر باشند.

##### ت-۲ عدم قطعیت اندازه‌گیری

در این روش محاسبه عدم قطعیت لازم است که تجزیه‌گر روش تجزیه‌ای را امتحان کرده و هر یک از مولفه‌های خاص را که ممکن است به تغییرپذیری یک اندازه‌گیری اضافه شوند را مشخص کند. تخمین دقت هر

1 - Limit Value (LV)

مولفه سپس به عنوان یک انحراف استاندارد یا خطای نسبی محاسبه شده و با هم ادغام می‌شود. مطابق با استاندارد ISO/IEC 98-3، تعداد n مولفه خاص از عدم قطعیت نوع A و تعداد m مولفه از عدم قطعیت نوع B می‌تواند محاسبه و یا برآورد شده و سپس به دقت اضافه شود تا یک عدم قطعیت ترکیب شده  $u(c)$  به دست آید. در صورتی که درجات آزادی حداقل ۳۰ باشند عدم قطعیت بازه‌ای نهایی (U) در نهایت با ضرب  $u(c)$  در ضریب پوشش تقریبی  $k=2$ ، محاسبه می‌شود.

$$u(c)_A = \sqrt{\sum_1^n u_{sA}^2 + \sum_1^n u_{aA}^2} \quad (1\text{ت})$$

$$u(c)_B = \sqrt{\sum_1^m u_{sB}^2 + \sum_1^m u_{aB}^2} \quad (2\text{ت})$$

$$u(c) = \sqrt{u(c)_A^2 + u(c)_B^2} \quad U = 2 u(c) \quad (3\text{ت})$$

که در آن‌ها:

$u_{sA}$  عدم قطعیت نمونه‌برداری نوع A؛

$u_{sB}$  عدم قطعیت نمونه‌برداری نوع B؛

$u_{aA}$  عدم قطعیت تجزیه نوع A؛

$u_{aB}$  عدم قطعیت تجزیه نوع B.

تک تک مولفه‌های موثر در عدم قطعیت نمونه‌برداری را می‌توان به موارد زیر مربوط نمود:

الف- حجم هوای نمونه‌برداری شده

ب- بهره‌وری نمونه‌بردار؛

پ- حمل و انتقال، و ذخیره نمونه‌ها؛

مولفه‌های عدم قطعیت تجزیه می‌تواند به موارد مربوط شود:

۱- تنوع تجزیه‌ای؛

۲- تصحیح بازیابی یا اریبی روش؛

۳- اتلاف دستگاهی.

بندهای ت-۳ و ت-۴ راهنمایی‌هایی برای نحوه کمی کردن این مولفه‌ها توسط آزمایشگاه‌ها ارائه کرده است.

### ت-۳ نمونه‌برداری

تجزیه‌گر به جای محیط نمونه‌برداری، فقط می‌تواند تنوع اندازه‌گیری خودش را ارزیابی کند. تعیین مشخصات دقیق محیط نمونه‌برداری وظیفه فرد ناظر بر جمع‌آوری نمونه است و همواره همان فردی نیست که نمونه را اندازه‌گیری می‌کند. اگر هدف از تخمین عدم قطعیت، ارزیابی انطباق روش با استاندارد EN482 باشد، آنگاه بهتر است آن شامل برآورد نسبتی از روش نمونه‌برداری که به‌طور مستقیم اندازه‌گیری را تحت تاثیر قرار می‌دهد، باشد. بسیاری از این مولفه‌های نمونه‌برداری به راحتی در یک آزمایشگاه برآورد نشده و در چنین وضعیتی اقدام معمول استفاده از یک مقدار که از استانداردهای منتشر شده اخذ شده است، خواهد بود (به استاندارد EN 482 مراجعه شود).



مولفه‌های نمونه‌برداری و مقادیر مربوط به فرآیند نمونه‌برداری و نحوه تعیین آن‌ها در جدول ۱ نشان داده شده است.

جدول ۱- خلاصه نسبت‌های عدم قطعیت و مقادیر نوعی برای نمونه‌برداری ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی

متغیر	روش تعیین	مقدار نوعی
واسنجی دبی سنج اصلی(دبی سنج حبایی)	گواهی آزمون	۰,۶٪
خوانش دبی پمپ	۱۰ تکرار برای اندازه‌گیری	۱,۹٪
مدت زمان نمونه‌برداری	تخمینی از استاندارد EN 482 با فرض مدت زمان نمونه‌برداری ۴h	۰,۲۴٪
ابزار نمونه‌برداری		
واسنجی سیستم آزمون نمونه-بردار	فهرست شده به عنوان یک مقدار نوعی در استاندارد EN 13205	۱٪ تا ۲٪
تخمین غلظت نمونه‌برداری شده	فهرست شده به عنوان یک مقدار نوعی در استاندارد EN 13205	۱٪ تا ۲٪
اریبی نسبی به جریان هوای نمونه‌برداری	فهرست شده به عنوان یک مقدار نوعی در استاندارد EN 13205	۵٪ تا ۱۰٪، برای نمونه‌بردار خوب بهینه شده، و در غیر این صورت ۱۰٪ تا ۲۵٪
تغییرپذیری منفرد نمونه‌بردار	فهرست شده به عنوان یک مقدار نوعی در استاندارد EN 13205	۳٪ تا ۷٪
استحصال از نرخ جریان اسمی	فهرست شده به عنوان یک مقدار نوعی در استاندارد EN 13205	۲٪ تا ۵٪ در صورتی که غلظت از طریق دبی اسمی جریان محاسبه شود و ۵٪ تا ۹٪ در صورتی که غلظت از طریق دبی متوسط جریان محاسبه شود.
عدم قطعیت نمونه‌برداری که از میانگین مقادیر فهرست شده در استاندارد EN 13205 به دست می‌آید		۱۱,۸٪ از دبی متوسط جریان ۱۰,۱٪ از دبی اسمی جریان

یادآوری- برخی از کشورها استفاده از نرخ جریان اسمی را برای سیکلون‌ها یا آبشارها توصیه می‌کنند، زیرا کارایی تفکیک بستگی به عملکرد پمپ دارد. ابزار نمونه‌برداری قادر به خود جبرانی بر حسب جرم است.

در صورتی که گرد و غبار تحت شرایط معمول آزمایشگاهی حفظ و نگهداری شود، آن بر روی ماده پالایه نباید باعث تجزیه یا تلفات شود. در صورتی که فشار برخلاف سطح نمونه اعمال شود یا اگر مقدار نمونه بارگذاری شده زیاد باشد (بیش از ۶mg برای پالایه‌های به قطر ۲۵mg) آنگاه تلفات به وقوع خواهد پیوست. در اکثر بارگذاری‌های معمول (کمتر از ۴mg)، غبارات قابل تنفس به صورت ایمن روی پالایه رسوب کرده و اگر پالایه با دقت حمل شود از دست نخواهد رفت. در صورتی که محیط نمونه‌برداری به طور خاصی مرطوب باشد ماده پالایه تجزیه می‌شود. در اکثر شرایط حمل و انتقال و ذخیره و نگهداری برای تخمین عدم قطعیت اندازه‌گیری بلورهای سیلیس می‌تواند نادیده گرفته شود.

#### ت-۴ تجزیه‌ها

فرآیندهای بندهای ت-۴-۱ تا ت-۴-۳ مربوط به تجزیه هستند. خلاصه‌ای از مقادیر نوعی برای هر فرآیند در جدول ت ۲ نشان داده شده است.

جدول ت ۲- خلاصه نسبت‌های عدم قطعیت و مقادیر نوعی برای تجزیه ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی

متغیر	روش تعیین	مقادیر نوعی روش A	مقادیر نوعی روش B
استاندارد گواهی شده	از گواهینامه	۰٫۴٪ تا ۱٫۴٪	۰٫۴٪ تا ۱٫۴٪
دقت تجزیه‌ای	در محدوده تجدیدپذیری آزمایشگاهی	٪۹	
دقت ابزار دقیق	تکرار اندازه‌گیری‌ها	-	٪۵
واسنجی	خطای مانده	-	٪۷
اریبی بازیابی/روش	آزمون‌های بازیابی/نتایج آزمون کفایت تخصصی	به بند ت-۴-۲ مراجعه شود	به بند ت-۴-۲ مراجعه شود
اتلاف دستگاهی	تنوع تفاضل‌ها	٪۲	٪۲
عدم قطعیت تجزیه		٪۹	٪۹

<sup>a</sup> برای نمونه‌ای به وزن ۱۰۰µg؛  
روش A- تخمین عدم قطعیت از طریق آزمایش تجدیدپذیری متناوب که نمونه‌های آزمون در کل روش تجزیه‌ای از جمله بازیابی دخیل هستند.  
روش B- تخمین عدم قطعیت از یک آزمون تکرار پذیری که واسنجی تا استانداردهای اولیه قابل راستی آزمایشی است.

#### ت-۴-۱ دقت تجزیه‌ای

##### ت-۴-۱-۱ روش A- تعیین تنوع تجزیه‌ای از تجدیدپذیری متناوب

این مولفه هر دوی خطای ابزاری و خطای واسنجی را باهم ترکیب کرده و می‌تواند از طریق آزمون‌های درون آزمایشگاهی، با اندازه‌گیری تعدادی نمونه به ازای سطوح مختلف اندازه در محدوده تجزیه در روزهای مختلف و محاسبه تجدیدپذیری با استفاده از تجزیه واریانس تعیین شود. بهتر است رابطه بین تجدیدپذیری و جرم اندازه‌گیری شده در دامنه تجزیه‌ای و معادله به کار رفته در محاسبه عدم قطعیت گزارش شده باشد، زیرا انتظار نمی‌رود که دقت در کل سطوح اندازه‌گیری ثابت باشد. کار سختی است که با استفاده از روش‌های رسوب‌دهی ذرات گرد و غبار نمونه‌های تکراری به دست آوریم و در این شرایط، آزمایشگاه‌ها ممکن است محاسبه عدم قطعیت از طریق تکرارپذیری و داده‌های واسنجی (روش B) یا استفاده از نتایج دقیق درون آزمایشگاهی حاصل از مقایسات بین آزمایشگاهی را برگزینند (با توجه به تمهیدات معین). هنگامی که آزمایشگاه‌ها از روش‌هایی استفاده می‌کنند که قادر به تولید نمونه‌های آزمایشی تکراری هستند، از این روش می‌توان استفاده نمود. همچنین این آزمایشگاه‌ها با استفاده از روش‌های مستقیم با پالایه ممکن است جفت‌هایی از نمونه‌هایی با بارگذاری مشابه تهیه کرده، نتایج به دست آمده را به ازای هر جفت را با میانگین آن‌ها نرمال کرده و تجدیدپذیری نتایج نرمال شده را محاسبه کند.

#### ت-۴-۱-۲- روش B- تعیین دقت تجزیه‌ای از طریق داده تکرارپذیری

بهتر است مولفه‌های تشریح شده در بندهای ت-۴-۱-۲-۱ تا ت-۴-۱-۲-۳ برای تجزیه ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی مد نظر قرار گیرند.

#### ت-۴-۱-۲-۱- دقت ابزار دقیق

این دقت از اندازه‌گیری تکرار شده نمونه‌های بارگذاری شده با جرم‌های مختلف بلورهای سیلیس در داخل محدوده تجزیه مورد انتظار حاصل می‌شود. بهتر است رابطه بین دقت و جرم اندازه‌گیری شده مشخص شده و در محاسبه عدم قطعیت گزارش شده استفاده شود. در تجزیه‌های طیف‌سنجی پراش پرتو X دقت ابزار دقیق ممکن است با توجه به پیک پراش یا پیک‌های پراش انتخاب شده برای گزارش متغیر بوده و بهتر است این مورد مورد توجه قرار گیرد.

#### ت-۴-۱-۲-۲- دقت واسنجی

زمانی که در روش استفاده شده، نمونه‌های آزمون با پیپت کردن مقدار معینی از مایع معلق نظیر NIOSH روش ۷۵۰۰ تهیه می‌شود، عدم قطعیت روش‌های وزنی و حجمی مورد استفاده در تهیه نمونه‌های آزمون واسنجی کوچک است. به هر حال در روشی که نمونه‌های آزمون با توزین مکرر پالایه‌ها تهیه می‌شوند، خطا ممکن است در یک محیط کنترل شده خوب بیش از  $\pm 6\%$  باشد. در صورتی که وزن کردن برای تهیه نمونه‌های آزمون واسنجی به کار رود، به دلیل این که آن ممکن است سهم زیادی در عدم قطعیت خط واسنجی داشته باشد، بهتر است این عامل به دقت کنترل شود.

عدم قطعیت خط واسنجی از طریق ریشه دوم مجموع مربعات خطاهای باقیمانده تعیین می‌شود. این مقدار برابر مجموع تفاضلات در مقدار جرم استاندارد در مقایسه با مقدار محاسبه شده از شدت به دست آمده هنگام اندازه‌گیری ضرایب استاندارد و واسنجی است. عدم قطعیت خط واسنجی uc با معادله ت-۴-۱-۲-۲ ارائه می‌شود (به منبع شماره [۱۳] کتاب‌نامه مراجعه شود).

$$u_c = \frac{s_{c, res err}}{b_c} \sqrt{\frac{1}{n_p} + \frac{1}{n_c} + \frac{(m_{obs} - \bar{m})^2}{\sum (m_i - \bar{m})^2}} \quad (ت۴)$$

که در آن:

$b_c$  ضریب شیب واسنجی؛

$s_{c, res err}$  انحراف استاندارد خطای باقیمانده خط واسنجی؛

$n_c$  تعداد استانداردهای واسنجی؛

$n_p$  تعداد اندازه‌گیری‌ها؛

$m_{obs}$  مقدار مشاهده شده،

$\bar{m}$  جرم متوسط استانداردهای واسنجی؛

$m_i$  جرم استاندارد واسنجی  $i$  است؛ که در آن:

$$s_{c, \text{res err}} = \sqrt{\frac{\sum (I_{\text{pred}} - I_i)^2}{(n_c - 2)}} \quad (\text{ت } 5)$$

که در آن:

$I_i$  شدت استاندارد واسنجی  $i$ ؛

$I_{\text{pred}}$  مقدار مشاهده شده شدت.

مربع میانگین ریشه (RMS)  $s_{c, \text{res err}}$  با در نظر گرفتن درجات آزادی  $(n_c - 2)$  محاسبه می شود.

اصطلاح ت ۶،

$$\frac{(m_{\text{pred}} - \bar{m})^2}{\sum (m_i - \bar{m})^2} \quad (\text{ت } 6)$$

اجازه افزایش در عدم قطعیت به ازای جرم‌های نهایی واسنجی داده شده و به‌طور معمول در مرکز محدوده واسنجی برابر صفر است.

جرم‌های گزارش شده اکثر اندازه‌گیری‌های ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی در انتهای پایین‌تر محدوده واسنجی است، بنابراین بهتر است فرمول ساده سازی نشود. مقدار به دست آمده از محاسبه بر حسب جرم بوده و بهتر است با جرم پیش‌بینی شده برای استحصال یک مقدار نسبی استفاده شده برای محاسبه عدم قطعیت بازه‌ای مقایسه شود. در صورتی که مقدار آنالیت روی نمونه‌های آزمون واسنجی به یک استاندارد اولیه قابل راستی آزمایی باشد، خطای باقیمانده نیز در بردارنده تخمینی از اریبی روش خواهد بود.

جدول ت ۳ مثالی از خط واسنجی طیف‌سنجی پراش پرتو X پیک ابتدایی کوارتز را در زاویه  $26.6^\circ$  است.

در مثال داده شده در جدول ت ۳، عدم قطعیت خط واسنجی بر حسب میکروگرم مقدار کوچکی است اما هنگام اندازه‌گیری جرم‌های  $25 \mu\text{g}$  یا کم‌تر بر حسب خطای نسبی بر عدم قطعیت بازه‌ای تاثیر می‌گذارد (به جدول ت ۴ مراجعه شود).

#### ت-۴-۲ اریبی روش

##### ت-۴-۲-۱ واسنجی استاندارد گرد و غبار

به منظور ممانعت از اریبی بالقوه، بهتر است واسنجی و نیز نتایج گزارش شده برای تبلور استاندارد گرد و غبار به کار رفته برای واسنجی تصحیح شوند. مقدار گواهی شده برای عدم قطعیت دارای تغییرپذیری معین بوده که می‌تواند در تخمین عدم قطعیت مد نظر قرار گیرد. به هر حال برای کوارتز  $\alpha$  تغییرپذیری مقدار گواهی احتمالا خیلی کوچک‌تر خواهد بود ( $0.4\%$  تا  $1.4\%$ ) و تاثیری در تخمین بازه‌ای ندارد.

##### ت-۴-۲-۲ بازبایی

یک منبع اصلی اریبی بالقوه است. در صورتی که نمونه‌های به کار رفته در آزمون دقت متناوب در کل فرآیند تجزیه‌ای درگیر شده باشند، یک تخمین جداگانه برای این مورد لازم نیست. با این وجود، بهتر است این تخمین به صورت جداگانه با اندازه‌گیری جرم بازبایی شده پالایه بارگذاری شده در فرآیند تهیه نمونه تعیین نشود. خیلی مهم است که تخمینی از تلفات آنالیت در مقدار حد و وسط مقدار حد را برای کل و /یا نمونه-

برداری حد واسط به دست آورد. لازم به ذکر است که برخی از روش‌های کار ممکن است اجازه نمونه‌برداری حد واسط را ندهد.

جدول ت ۳- مثال برای واسنجی پراش پرتو X

$(I_{pred} - I_i)^2$	اختلاف $I_{pred} - I_i$	$I_{pred}$ از معادله واسنجی	شدت $I_i$	$(m_i - \bar{m})^2$	$(m_i - \bar{m})$	نقاط واسنجی $-m_i$
۰,۸۰۶	۰,۸۹۸	۹,۳۳۶	۸,۴۳۸	۹۴۴۲,۰۱	۹۷,۱۷	۷۴
۰,۰۰۴	-۰,۰۶۱	۳,۵۶۱	۳,۶۲۲	۱۹۶۴۷,۶۳	-۱۴۰,۱۷	۳۱
۱,۰۰۲	۱,۰۰۱	۱۸,۸۷۱	۷,۸۷	۶۸۴,۸۷	-۲۶,۱۷	۱۴۵
۰,۰۰۰	۰,۰۰۴	۲۰,۲۱۴	۲۰,۲۱	۲۶۱,۴۷	-۱۶,۱۷	۱۵۵
۰,۱۵۸	-۰,۳۹۷	۱۸,۶۰۳	۱۹,۰۰	۷۹۳,۵۵	-۲۸,۱۷	۱۴۳
۰,۲۳۵	-۰,۴۸۵	۱۹,۰۰۵	۱۹,۴۹	۶۳۳,۵۳	-۲۵,۱۷	۱۴۶
۱,۰۶۰	۱,۰۳۰	۴۶,۰۰۰	۴۴,۹۷	۳۰۹۱۶,۱۹	۱۷۵,۸۳	۳۴۷
۰,۰۹۷	-۰,۳۱۲	۲۸,۱۳۸	۲۸,۴۵	۳۰۹۱۶,۱۹	۴۲,۸۳	۲۱۴
۰,۰۷۱	-۰,۲۶۷	۳۴,۸۵۳	۳۵,۱۲	۱۸۳۴,۴۱	۹۲,۸۳	۲۶۴
۰,۵۹۴	-۰,۷۷۱	۲۷,۸۶۹	۲۸,۶۴	۸۶۱۷,۴۱	۴۰,۸۳	۲۱۲
۲,۸۱۷	-۱,۶۷۹	۲۲,۶۳۲	۲۴,۳۱	۱۶۶۷,۰۹	۱,۸۳	۱۷۳
۱,۲۶۰	۱,۱۲۳	۱۹,۵۴۳	۱۸,۴۲	۳,۳۵	-۲۱,۱۷	۱۵۰
۸,۱۱	مجموع			۷۴۹۴۹,۶۷	مجموع	
از معادله خط رگرسیون						
		$\sum (I_{pred} - I_i)^2$ مجموع مربع تفاضل‌ها			۸,۱۱	
		RMS, $s_{c, res\ err}$			۰,۹۰۰	
		شیب، b، از معادله			۰,۱۳۴۳	
		$s_{c, res\ err} / b$			۶,۷۰۴	
		$\bar{m}$ میانگین جرمی نقطه واسنجی			۱۷۱,۱۷	
		$\sum (m_i - \bar{m})^2$ مجموع مربعات			۷۴۹۴۹,۶۷	

ت-۴-۲-۳ ماده مرجع گواهی شده

اریبی روش می‌تواند از طریق استفاده از یک CRM معتبر یا با شرکت در برنامه‌های آزمون کفایت تخصصی تعیین شود. قابلیت دسترسی به یک CRM معتبر یا ماده مرجع آزمایشگاهی بر روی پالایه‌ها خیلی محدود می‌شود. در صورتی که CRM استفاده شود بهتر است عدم قطعیت گزارش شده اریبی روش  $u_{mb}$  ترکیب عدم قطعیت مقدار تصریح شده و تنوع خطای نتایج اندازه‌گیری در مقایسه با مقدار تصریح شده CRM باشد.

$$u_{mb} = \sqrt{u_{CRM}^2 + s_m^2} \quad (ت۷)$$

که در آن:

$U_{CRM}$  عدم قطعیت CRM اخذ شده از گواهی؛  
 $s_m$  انحراف استاندارد اندازه‌گیری‌های مربوط به مقدار مرجع گواهی شده است.

جدول ۴- عدم قطعیت پیش‌بینی شده در تجزیه RCS ناشی از واسنجی XRD

جرم اندازه‌گیری شده $m_{pred}$	$(m_{pred} - \bar{m})^2$	عدم قطعیت $u_c$ μg	عدم قطعیت نسبی %
۲۵	۲۱۳۶۴٫۶۹	۷٫۸۴۲	۳۱٫۳۷
۵۰	۱۴۶۸۲٫۱۷	۷٫۵۸۲	۱۵٫۱۶
۱۰۰	۵۰۶۵٫۱۷	۷٫۱۹۲	۷٫۱۹
۱۵۰	۴۴۸٫۱۷	۶٫۹۹۷	۴٫۶۶
۳۰۰	۱۶۵۹۷٫۱۷	۷٫۶۵۸	۲٫۵۵

#### ت-۴-۲-۴ طرح و برنامه‌های آزمون تخصصی

به طور جایگزین، شرکت طولانی مدت در طرح و برنامه‌های آزمون کفایت تخصصی می‌تواند تخمین‌هایی از اریبی روش را از طریق نتایج حاصل شده فراهم کند. برای تخمین عدم قطعیت اریبی روش، بهتر است انحراف استاندارد تقاضات آزمایشگاه‌ها از مقادیر تصریح شده، توسط ارائه دهنده آزمون کفایت تخصصی محاسبه شود. بهتر است برای ارائه یک تخمین واقعی، بارگذاری تا نزدیکی EL یا تا یک سوم پایین دامنه تجزیه‌ای ارائه شده با آزمون کفایت تخصصی در ارجاع به آن‌هایی که انتهای بالاتر دامنه تجزیه‌ای هستند در نظر گرفته شود. بهتر است تغییر نتایج آزمایشگاه‌ها با عدم قطعیت مقدار تصریح شده ترکیب شود.

$$u_{mb} = \sqrt{s_{PT}^2 + \sigma_m^2} \quad (ت۸)$$

که در آن:

$\sigma_m$  انحراف استاندارد اندازه‌گیری‌های حاصل از مقدار تصریح شده آزمون تخصصی؛

$s_{PT}$  عدم قطعیت مقادیر تصریح شده است.

در صورتی که عدم قطعیت‌های مقادیر تصریح شده توسط متصدی آزمون کفایت تخصصی ارائه نشده باشد، می‌توان با استفاده از معادله ت-۹ و از طریق انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی و تعداد شرکت‌کنندگان عدم قطعیت‌ها را تخمین زد.

$$s_{PT} = \frac{s_T}{\sqrt{n}} \quad (ت۹)$$

که در آن:

$s_T$  میانگین انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی نتایج پیش‌بینی حاصل از تحقیقات یا از گزارشات آزمون کفایت تخصصی؛

$n$  میانگین تعداد شرکت‌کنندگان در دورها.

به هر حال در تجزیه ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی به طور منطبق به ازای تقریباً  $50 \mu\text{g}$ ، انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی برابر ۱۵٪ می‌تواند حاصل شود. در صورتی که تعداد ۱۵ آزمایشگاه در برنامه سهمیم باشند، قبل از این که SPT بیش از ۱٪ در عدم قطعیت اریبی روش سهمیم شود  $\sigma_m$  به طور تقریب ۵٪ یا کم‌تر خواهد شد.

#### ت-۴-۳ اتلاف دستگاهی<sup>۱</sup>

اتلاف دستگاهی از پایش تفاضلات مقدار یک اندازه‌گیری قبل و بعد از تجزیه نمونه‌ها محاسبه می‌شود. برای ابزارهای فروسرخ واسنجی انتظار نمی‌رود که در حین تجزیه مجموعه معینی از نمونه‌ها تغییر کرده و برای اکثر ابزارهای طیف‌سنجی پراش پرتو X تغییر در پایش اغلب ۲٪ یا کم‌تر است. به هر حال هنگامی که واسنجی فروسرخ برای مدتی بررسی نشده یا هنگامی که شدت لوله اشعه X شدیداً از مقدار اولیه‌اش کاهش می‌یابد، در انواع ابزارهای قدیمی‌تر، افت ابزاری می‌تواند ضعیف‌تر باشد.

#### ت-۵ عدم قطعیت تخمین زده شده از معادله هورویتز

معادله هورویتز<sup>۲</sup> برای داده‌های دقیق بین آزمایشگاهی به عنوان روشی برای تخمین عدم قطعیت اندازه‌گیری‌های ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی پیشنهاد می‌شود. معادله هورویتز یک انتظار تجربی برای پراکندگی نتایج در اطراف میانه بر اساس داده‌های حاصل از دامنه وسیعی از برنامه‌های آزمون واسنجی در انجمن شیمی‌دانان تجزیه در ایالات متحده آمریکا است. به خاطر این که آزمون کفایت تخصصی به-کارگیری روش‌های مختلفی را اغلب مجاز می‌شمارد، لذا آزمون واسنجی و آزمون کفایت تخصصی ممکن است در دقت به دست آمده باهمدیگر تفاوت داشته باشند. معادله هورویتز برای ضریب تغییرات CV درصدی، در این استاندارد به صورت زیر بیان می‌شود:

$$C_V = Am^B \quad (\text{ت } 10)$$

که در آن:

$A$  و  $B$  عدد ثابت؛

$m$  سطح غلظت است که بر حسب وزن آنالیت نمونه برداری شده بیان می‌شود.

منبع [۲۰] کتاب‌نامه، انطباق کم‌ترین مربعات یک حالت خطی شده از معادله هورویتز به عنوان یک ابزار مفید برای بازبینی سامانه‌های تجزیه‌ای را تبیین می‌کند. معادله هورویتز با لگاریتم‌گیری از طرفین به صورت خطی زیر در می‌آید:

$$\log CV = B \log m + \log A \quad (\text{ت } 11)$$

معادله خطی شده دارای سادگی بیش‌تری بوده و امکان استفاده از واحد تجزیه‌ای اندازه‌گیری با استفاده معادله هورویتز را به جای کسر جرمی مورد نیاز در رویکرد استاندارد مقدور می‌سازد. در صورتی که ثابت‌های معادله با واحد تجزیه‌ای اندازه استفاده شده برای استحصال آن‌ها در نظر گرفته شود، معادله به مقدار متوسط CV تبدیل خواهد شد. زمانی که ثابت‌های  $A$  و  $B$  بر داده‌های حاصل از برنامه آزمون کفایت

1 - Instrumental drift

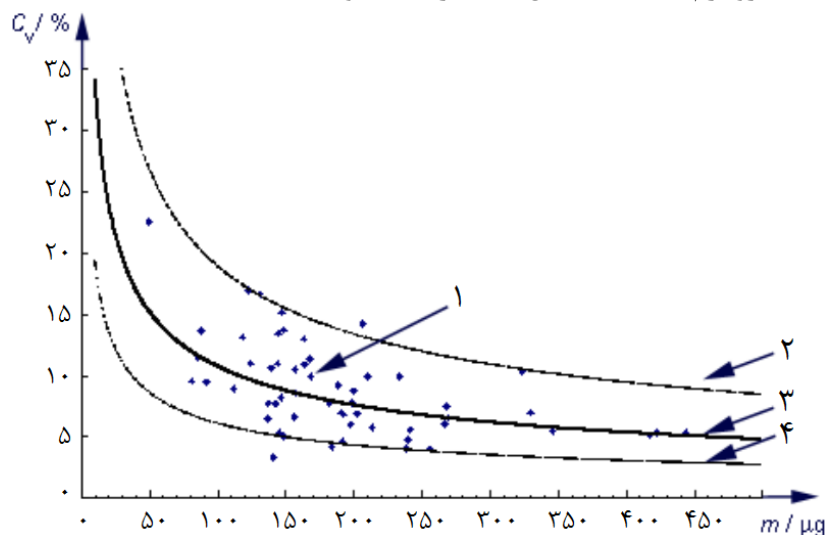
2 - Horwitz equation

تخصصی اتحادیه پادشاهی انگلستان منطبق شود، طرح و برنامه تجزیه محیط کار قیاسی (WASP) (دوره‌های 70-49-36 WASP) معادله تجربی نهایی هوریتز به صورت زیر خواهد شد:

$$CV = 109,01 m^{-0,5036} \quad (ت ۱۲)$$

که در آن:

$m$  جرم بر حسب میکروگرم است، به شکل ۱ مراجعه شود.



راهنما:

$$C_V = 109,01 m^{-0,5036} \text{ ضریب تغییرات}$$

$m$  جرم

- ۱ انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی مربوط به نتایج حاصل از شرکای WASP با استفاده از روش‌های تجزیه مستقیم با پالایه
- ۲ بالاتر از سطح اطمینان ۹۷,۵٪
- ۳ منحنی هوریتز خطی شده
- ۴ پایین‌تر از سطح اطمینان ۹۷,۵٪

شکل ت ۱- ضریب تغییرات (بر حسب درصد)، پیش‌بینی شده با استفاده از ضرایب حاصل از معادله هوریتز خطی شده برای نتایج آزمایشگاه‌ها و با استفاده از روش‌های تجزیه مستقیم با پالایه

سطح اطمینان متقارن ۹۰٪ بر اساس خطای استاندارد تخمین (SEE)، و  $\log CV$ ،  $\log m$ ،  $(s/\sqrt{np})$  حاصل از معادله خطی شده محاسبه می‌شود. برای این داده،  $(s/\sqrt{np}) \log m$ ،  $\log CV = 0,1502$ .

$$CV = 109,01(m^{-0,5036}) \times 10^{1,645(0,1502)} \quad (ت ۱۳) \quad \text{برای } ۵\% \text{ مرز بالایی}$$

$$CV = 136,34(m^{-0,5036})/10^{1,645(0,1502)} \quad (ت ۱۴) \quad \text{برای } ۵\% \text{ مرز پایینی}$$

معادله تجربی هوریتز برای داده‌های WASP تطبیق خوبی دارد، اما منحنی برون‌یابی می‌تواند به انحرافات در وزن‌های بالا و پایین حساس بوده و معادلاتی شبیه هوریتز شناخته شده‌اند که به راحتی  $CV$  را در غلظت‌های پایین بیش از مقدار خود برآورد می‌کنند. به هر حال معادله تجربی به دست آمده شبیه به فرمول خطای شمارش پواسون بوده که فرمولی آشنا در اندازه‌گیری‌های طیف‌سنجی پراش پرتو X است، که خطای شمارش متناسب با خطای تجزیه‌ای است:



$$CV = 100 K m^{-0.5}$$

(ت ۱۵)

که در آن:

$K$  ثابتی است که در بردارنده نمونه برداری آماری از شیب‌های واسنجی آزمایشگاه‌های شرکت کننده در تحقیق است.

شباهت بسیار نزدیک معادله با فرمول پیش‌بینی خطای پواسون بیان می‌دارد که تطبیق معادله با داده WASP ممکن است در دامنه تجزیه‌ای که اعوجاج پس‌زمینه توجیه کم‌تری دارد، مفید باشد. سایر تحقیقات نشان داده‌اند که به‌طور تقریبی به ازای  $CV = 120 \text{ ppb (ng/g)}$  نتایج حاصل تمایل به قرارگیری در محدوده ۲۰٪ تا ۲۵٪ را دارند، اگرچه معادله هوریتز ممکن است مقادیر بالاتری را پیش‌بینی کند. ضریب تغییرات داخل آزمایشگاهی اغلب یک دوم تا دو سوم دقت اندازه‌گیری شده در آزمون‌های واسنجی است. بنابراین زمانی که ضریب تغییرات بین آزمایشگاهی به مقدار تقریب ۲۲٪ نزدیک شود (به‌طور تقریب ۲۵  $\mu\text{g}$  بر اساس معادله شبه هوریتز تطبیق شده) ضریب تغییرات داخل آزمایشگاهی به LOQ خود میل می‌کند.

#### ت-۶ نتایج آزمون کفایت تخصصی

در صورتی که تخمین‌های حاصل شده برای عدم قطعیت معتبر باشند نتایج آزمون کفایت تخصصی می‌تواند برای تخمین عدم قطعیت سهیم شده و نیز برای ارزیابی به‌کار رود. به هر حال نظریات مختلفی وجود دارد:

الف- پایین‌ترین جرم در دامنه تجزیه‌ای یک نمونه آزمون کفایت تخصصی اغلب بالاتر از وزن‌های اندازه‌گیری شده برای نمونه‌های معمول است.

ب- برون‌یابی انحراف استاندارد اندازه‌گیری‌های کم‌تر از پایین‌ترین وزن نمونه آزمون کفایت تخصصی توصیه نمی‌شود مگر این‌که آزمون‌های دقیق بعدی بتواند رابطه پیش‌بینی شده را بررسی کند.

#### ت-۷ گزارش

بهتر است که عدم قطعیت بازه‌ای همراه با نتایج تجزیه و برحسب جرم گزارش شود. در صورتی که حجم نمونه برداری معلوم باشد، این مورد می‌تواند برحسب میلی‌گرم بر مترمکعب ( $\text{mg/m}^3$ ) گزارش شود. برای تجزیه ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی بسیاری از آزمایشگاه‌ها ممکن است کنترلی بر واسنجی دستگاه نمونه برداری به‌کار رفته برای جمع‌آوری نمونه‌ها نداشته باشند، بنابراین در چنین شرایطی، ممکن است گزارش مقدار ترکیبی از عدم قطعیت‌های حاصل از نمونه برداری و تجزیه صحیح نباشد. در صورت امکان، بهتر است عدم قطعیت نشان دهد که آیا تخمینی برای عدم قطعیت مرتبط با دستگاه نمونه برداری در نظر گرفته شده است، یا شاخصی از بزرگی این عدم قطعیت را به طور جداگانه ارائه کند. در صورتی که آزمایشگاه‌ها از روش یکسانی که جزئیات آن در این استاندارد تشریح شده است، استفاده کرده باشند، ممکن است مایل باشند بیان دارند که بسیاری از برآوردهای مربوط به ابزار نمونه برداری از طریق استانداردهای بین‌المللی به دست آمده است.

در اندازه‌گیری‌های ذرات سیلیس قابل تنفس در ناحیه تنفسی، عدم قطعیت به‌طور معمول با اندازه‌گیری بر روی نمونه‌های پالایه همراه با یک استاندارد گرد و غبار برای بلور خالص سیلیس تعیین می‌شود. در نمونه-

هایی که دارای تداخلات معنی‌دار هستند، عدم قطعیت گزارش شده کوچک‌تر از محدوده واقعی نتایج تجزیه است. بهتر است تداخلات احتمالی در گزارش قید شده و در صورت امکان آزمایشگاه مطالبی را در خصوص عوامل موثر بر عدم قطعیت، اضافه کند. بهتر است نتایج گزارش شده، به ازای درصد ذرات سیلیس در پودر به-کار رفته برای تهیه و آماده‌سازی نمونه‌های آزمون واسنجی تصحیح شوند.

## کتاب نامه

- [1] ISO 3534-2:2006, Statistics- Vocabulary and symbols- Part 2: Applied statistics
- [2] ISO 4225:1994, Air quality- General aspects- Vocabulary
- [3] ISO 8518:2001, Workplace air- Determination of particulate lead and lead compounds- Flame orelectrothermal atomic absorption spectrometric method
- [4] ISO/IEC Guide 98-3:2008, Uncertainty of measurement- Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)
- [5] EN 1540:1998, Workplace atmospheres- Terminology
- [6] EN 15051, Workplace atmospheres- Measurement of the dustiness of bulk materials- Requirements and reference test methods
- [7] LEIDEL, N.A., BUSCH, K.A., LYNCH, J.R., editors. Occupational exposure sampling strategy manual. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH), Cincinnati, OH, 1977. 150 p. (Publication 77-173.) Available (2009-07-08) at: <http://www.cdc.gov/niosh/docs/77-173>
- [8] NIOSH Method 7500, Silica, crystalline, by XRD (filter redeposition). In: NIOSH manual of analytical methods, 4th edition. DHHS (NIOSH), Cincinnati, OH, 2003, Issue 3. Available (2009-07-08) at: <http://www.cdc.gov/niosh/nmam/pdfs/7500.pdf>
- [9] ELLER, P.M., CASSINELLI, M.E., editors. NIOSH manual of analytical methods, 4th edition, 3 vols (loose leaf). DHHS (NIOSH), Cincinnati, OH, Publication 94-113 (August, 1994), 1st Supplement Publication 96-135, 2nd Supplement Publication 98-119, 3rd Supplement 2003-154, Chapter E, Quality Assurance. Available (2009-07-08) at: <http://www.cdc.gov/niosh/nmam/pdfs/chapter-e.pdf>
- [10] OSHA Method ID-142, Quartz and cristobalite in workplace atmospheres. Available (2009-07-08) at: <http://www.osha.gov/dts/sltc/methods/inorganic/id142/id142.pdf>
- [11] MSHA Quartz Analytical Method P-7, Infrared determination of quartz in respirable coal mine dust. Available (2009-07-08) at: <http://www.osha.gov/SLTC/silicacrystalline/p7/p7.html>
- [12] Eurachem Guide, The fitness for purpose of analytical methods- A laboratory guide to method validation and related topics. Available (2009-07-08) at: <http://www.eurachem.org/guides/valid.pdf>
- [13] Eurachem/CITAC Guide CG 4, Quantifying uncertainty in analytical measurement. Available (2009-07-08) at: <http://www.measurementuncertainty.org/mu/guide/index.html>
- [14] BGIA INSTITUTE FUR ARBEITSCHUTZ DER DEUTSCHEN GESETZLICHEN UNFALLVERSICHERUNG. GESTIS- Analytical methods for chemical agents in workplaces [database]. BGIA, St Augustin. Available (2009-07-08) at: [http://www.hvbg.de/e/bia/gestis/analytical\\_methods/index.html](http://www.hvbg.de/e/bia/gestis/analytical_methods/index.html)
- [15] MDHS 101, Crystalline silica in respirable airborne dusts- Direct on-filter analyses by infrared spectroscopy and X-ray diffraction. Available (2009-07-08) at:
- [16] BULLOCK, W.H., IGNACIO, J.S., editors. A strategy for assessing and managing occupational exposures, 3rd edition. American Industrial Hygiene Association Press, Fairfax, VA, 2006. 349 p. and CD-ROM
- [17] BARTLEY, D.L., SLAVEN, J.E., ROSE, M.C., ANDREW, M.E., HARPER, M. Uncertainty determination for non-destructive chemical analytical methods using field data and application to XRF analysis for lead. J. Occup. Environ. Hyg. 2007, **4**, pp. 931-942

- [18] STACEY, P., KAUFFER, E., MOULUT, J.-C., DION, C., BEAUPARLANT, M., FERNANDEZ, P., KEY-SCHWARTZ, R., FRIEDE, B., WAKE, D., An international comparison of the crystallinity of calibration materials for the analysis of respirable  $\alpha$ -quartz using x-ray diffraction and a comparison with results from the infrared KBr disc method. *Ann. Occup. Hyg.* 2009, 53, pp. 639-649
- [19] TALVITIE., N.A. Determination of quartz in the presence of silicates using phosphoric acid. *Anal. Chem.* 1951, 23, pp. 623-626
- [20] THOMPSON, M. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing. *Analyst* 2000, 125, pp. 385-38