



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲-۲۱۲۶۲

چاپ اول

۱۳۹۵

INSO
21262-2

1st.Edition

2017

Identical with
ISO 16258-2:
2015

هوای محل کار - تجزیه بلورهای سیلیس قابل
استنشاق با اشعه ایکس -
قسمت ۲: روش تجزیه غیرمستقیم -
روش آزمون

**Workplace air- Analysis of respirable
crystalline silica by X-ray diffraction-
Part 2: Method by indirect analysis-
Test method**

ICS: 13.040.30

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

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

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

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

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

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«هوای محل کار- تجزیه بلورهای سیلیس قابل استنشاق با اشعه ایکس-

قسمت ۲: روش تجزیه غیرمستقیم- روش آزمون»

رئیس:

کیانفر، مریم

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

دبیر:

عسکری نیا، مانیا

(کارشناسی ارشد شیمی)

سمت و/ یا محل اشتغال:

معاونت تدوین استاندارد- اداره کل استاندارد استان
کرمان

رئیس اداره تائید صلاحیت و سیستم‌های مدیریت
کیفیت- اداره کل استاندارد استان کرمان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آذر آیین، حسن

(کارشناسی ارشد زمین‌شناسی)

کارشناس امور معدنی- اداره صنعت، معدن تجارت
استان کرمان

انصاری، شینا

(دکتری مدیریت محیط زیست)

مدیر کل دفتر پایش فراگیر- سازمان حفاظت محیط
زیست

بختیاری، لیندا

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

مسئول آزمایشگاه- آزمایشگاه همکار ایرانیان غذا آزما

پیروزیان، رزا

(کارشناسی ارشد شیمی)

رئیس اداره آزمایشگاه- اداره کل حفاظت محیط
زیست استان کرمان

ترابی، معصومه

(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس آزمایشگاه- معدن مس سرچشمه

حافظی اردکانی، پرتو

(کارشناسی شیمی کاربردی)

رئیس اداره تدوین استاندارد- اداره کل استاندارد
استان کرمان

حکاک زاده، ستاره

(کارشناسی ارشد میکروبیولوژی)

کارشناس امور استاندارد - اداره کل استاندارد استان
کرمان

خالویی، طالب

(کارشناسی ارشد منابع طبیعی- محیط زیست)

رئیس اداره آموزش- اداره کل استاندارد استان کرمان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

دانشیار، امینه

(کارشناسی بهداشت محیط)

سالاروند، علی

(کارشناسی ارشد مهندسی محیط زیست- گرایش

آلودگی‌های محیط زیست)

رئیس اداره نظارت و پایش- اداره کل حفاظت محیط

زیست استان لرستان

معاون دفتر پایش فراگیر- سازمان حفاظت محیط

زیست

سمایی، زهرا

(کارشناسی ارشد محیط زیست)

کارشناس امور استاندارد- اداره کل استاندارد استان

کرمان

سهرج زاده، مریم

(کارشناسی ارشد شیمی)

مسئول آزمایشگاه کروماتوگرافی- سازمان حفاظت

محیط زیست

صادق اسدی، اعظم

(کارشناسی ارشد آلودگی محیط زیست)

رئیس گروه هوا و صدا- سازمان حفاظت محیط

زیست

کسمایی، زهره

(کارشناسی بهداشت محیط)

کارشناس آزمایشگاه- اداره کل حفاظت محیط

زیست استان کرمان

نظری، نجمه

(کارشناسی ارشد شیمی)

مسئول آزمایشگاه- آزمایشگاه پویا سنجش کیفیت

نقوی، ستوده

(کارشناسی شیمی)

ویراستار:

امیری دهنو، مجید

(کارشناسی شیمی محض)

رئیس اداره امور آزمایشگاه‌ها- اداره کل استاندارد

استان لرستان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
ط	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۹	۴ اصول
۱۰	۵ نمونه‌برداری
۱۰	۵-۱ تجهیزات نمونه‌برداری
۱۰	۵-۱-۱ نمونه‌بردارها
۱۰	۵-۱-۲ زیرلایه‌های جمع‌آوری نمونه
۱۲	۵-۱-۳ پمپ‌های نمونه‌برداری
۱۳	۵-۱-۴ جریان‌سنج‌ها
۱۳	۵-۱-۵ سایر تجهیزات مورد نیاز
۱۳	۵-۲ جمع‌آوری نمونه
۱۵	۵-۳ انتقال نمونه
۱۶	۶ روش تجزیه‌ای
۱۶	۶-۱ دستگاه‌ها و تجهیزات
۱۶	۶-۱-۱ دستگاه پراش پرتو ایکس
۱۶	۶-۱-۲ ترازو
۱۶	۶-۱-۳ تجهیزات آزمایشگاهی
۱۶	۶-۱-۴ تجهیزات مورد نیاز برای بازیابی گرد و غبار از روی صافی نمونه هوا
۱۷	۶-۱-۵ مواد مرجع استاندارد
۱۷	۶-۱-۶ شناساگرها
۱۷	۶-۱-۷ نمونه تصحیح رانش
۱۸	۶-۲ تجزیه ثقلی گرد و غبار قابل استنشاق
۱۸	۶-۳ تجزیه پراش پرتو ایکس
۱۸	۶-۳-۱ پارامترهای دستگاهی
۱۸	۶-۳-۲ پارامترهای پویشی
۱۸	۶-۴ منحنی واسنجی

صفحه	عنوان
۲۱	۵-۶ تصفیه نمونه زیرلایه جمع‌آوری
۲۱	۱-۵-۶ صافی‌های پی‌وی‌سی و سلولز آمیخته با استر
۲۳	۲-۵-۶ صافی‌های نیترات سلولز
۲۳	۳-۵-۶ فوم‌های پلی‌یورتان
۲۴	۶-۶ رسوب‌گیری مجدد بر روی صافی تجزیه
۲۴	۱-۶-۶ بوته‌های به‌دست آمده از کوره
۲۴	۲-۶-۶ بطری‌ها یا بشرهای به‌دست آمده از خاکسترساز پلاسما
۲۵	۷-۶ تجزیه نمونه
۲۵	۷ روش محاسبه
۲۵	۱-۷ تجزیه ثقلی
۲۶	۲-۷ تجزیه پراش پرتو ایکس
۲۶	۳-۷ غلظت‌های سیلیس بلورین قابل استنشاق
۲۷	۸ مشخصات عملکردی
۲۷	۱-۸ حد تشخیص
۲۸	۲-۸ کمترین مقدار قابل تشخیص
۲۸	۳-۸ حدود کمیت‌گذاری
۲۹	۴-۸ عدم قطعیت
۲۹	۵-۸ تفاوت بین نمونه‌بردارها
۲۹	۶-۸ تفاوت‌های بین روش‌های تجزیه‌ای
۲۹	۹ گزارش آزمون
۳۱	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) روش‌های تصفیه نمونه
۳۳	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) مثالی از شرایط دستگامی
۳۴	پیوست پ (الزامی) پارامترهای جمع‌آوری اطلاعات
۳۶	پیوست ت (الزامی) تصحیح‌های جذب
۴۰	پیوست ث (آگاهی‌دهنده) محدوده حدود تشخیص نوعی
۴۱	پیوست ج (آگاهی‌دهنده) عدم قطعیت گسترده نوعی برای روش مستقیم روی صافی
۴۲	پیوست چ (آگاهی‌دهنده) تفاوت بین نمونه‌بردارها
۴۴	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «هوای محل کار- تجزیه بلورهای سیلیس قابل استنشاق با اشعه ایکس- قسمت ۲: روش تجزیه غیرمستقیم- روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در یکصد و سی و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۱۲ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای مزبور است:

ISO 16258-2: 2015, Workplace air- Analysis of respirable crystalline silica by X-ray diffraction- Part 2: Method by indirect analysis

مقدمه

این استاندارد یک قسمت از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۲۱۲۶۲ است.

سیلیس بلورین قابل استنشاق (RCS)^۱ سلامت کارگران بسیاری از صنایع را از طریق تنفس تهدید می‌کند. متخصصان بهداشت صنعتی و بهداشت عمومی نیاز دارند تا کارآیی اندازه‌گیری‌های انجام شده برای کنترل هوایی که کارگران در معرض آن قرار می‌گیرند، تعیین شود. اغلب برای ارزیابی مواجهه افراد، کارآیی کنترل‌ها و یا حفاظت تنفسی، نمونه‌های هوا هنگام شرایط کاری جمع‌آوری شده و سپس مقدار سیلیس بلورین قابل استنشاق اندازه‌گیری می‌شود. در بسیاری از کشورها اصلی‌ترین روش به کار گرفته شده برای اندازه‌گیری و برآورد میزان مواجهه سیلیس بلورین قابل استنشاق، تجزیه پراش پرتو ایکس (XRD) سیلیس قابل استنشاق در یک نمونه حاوی گرد و غبار قابل استنشاق است. روش پراش پرتو ایکس امکان شناسایی آشکار پلی‌مورف‌های^۲ سیلیس بلورین را فراهم می‌کند.

در این استاندارد روش تجزیه مستقیم سیلیس بلورین قابل استنشاق بر روی صافی نمونه هوا، ارائه شده است. یکی از الزامات خاص این روش این است که قطر صافی تجهیزات نمونه‌برداری ۲۵ mm باشد. در این روش در مورد پارامترهای دستگاهی انواع گوناگون آشکارسازهایی که در زمان انتشار این استاندارد به‌طور رایج استفاده می‌شوند، نیز بحث می‌شود. این استاندارد همراه با استاندارد ISO 24095 استفاده می‌شود که بهترین روش برای این تجزیه‌ها را تعیین می‌کند.

این مجموعه استاندارد دارای دو قسمت است که شامل موارد زیر می‌باشد:

- قسمت ۱: روش مستقیم روی فیلتر- روش آزمون
- قسمت ۲: روش تجزیه غیرمستقیم- روش آزمون

1- Respirable crystalline silica (RCS)

2- Polymorph

هوای محل کار - تجزیه بلورهای سیلیس قابل استنشاق با اشعه ایکس -

قسمت ۲: روش تجزیه غیرمستقیم - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش تجزیه به وسیله پراش پرتو ایکس برای سنجش میزان سیلیس بلورین قابل استنشاق در نمونه‌های هوای جمع‌آوری شده بر روی زیرلایه‌های جمع‌آوری نمونه (مانند صافی‌ها یا فوم‌ها) مشخص شده است. در این استاندارد از روش تجزیه‌ای استفاده می‌شود که در آن گرد و غبار به دست آمده از زیرلایه جمع‌آوری نمونه بازیابی شده، تصفیه می‌شود و به منظور تجزیه توسط دستگاه روی یک صافی دیگر لایه‌نشانی می‌شود.

این استاندارد اطلاعاتی در مورد پارامترهای دستگاهی، حساسیت دستگاه‌های نمونه‌برداری متفاوت، کاربردهای صافی‌های مختلف، تصفیه نمونه برای حذف تداخل‌ها و تصحیح اثرات جذبی را شامل می‌شود. در این استاندارد، اصطلاح سیلیس بلورین قابل استنشاق (RCS)^۱، شامل اکثر پلی‌مورف‌های^۲ رایج کوآرتز و کریستوبالیت است.

این استاندارد برای پلی‌مورف‌های سیلیس بلورین با فراوانی کمتر مانند تری‌دیمیت^۳ کاربرد ندارد، زیرا مواد مرجع استاندارد در دسترس نیست. در موقعیت‌های معین (مانند رسوبات گرد و غباری کم بر روی صافی، مقدار سیلیس کم) روش تجزیه‌ای ارائه شده در این استاندارد نمی‌تواند الزامات مربوط به عدم قطعیت گسترده‌ی^۴ استاندارد EN 482 را برآورده سازد [۷]. راهنمای محاسبه اندازه‌گیری عدم قطعیت مربوط به سیلیس بلورین قابل استنشاق در استاندارد ISO 24095 ارائه شده است.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

1- Respirable Crystalline Silica (RCS)

2- Polymorphs

3- Tridymite

4- Expanded uncertainty

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

- 2-1 ISO 7708, Air quality- Particle size fraction definitions for health-related sampling
- 2-2 ISO 13137, Workplace atmospheres- Pumps for personal sampling of chemical and biological agents- Requirements and test methods
- 2-3 ISO 15767, Workplace atmospheres- Controlling and characterizing uncertainty in weighing collected aerosols
- 2-4 ISO 24095, Workplace air- Guidance for the measurement of respirable crystalline silica

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۲۳۴: سال ۱۳۸۴، هوای محل کار- اندازه‌گیری بلورهای سیلیس قابل استنشاق- آیین کار، با استفاده از استاندارد ISO 24095: 2009 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳ تعاریف عمومی^۱

۱-۱-۳

ذرات معلق هوا

airborne particles

به مواد ریز به شکل مایع یا جامد گفته می‌شود که در هوا پخش هستند.

[منبع: استاندارد EN 1540].

یادآوری- دود، دژدود^۲، گرد و غبار و مه حاوی ذرات معلق هوا هستند.

۲-۱-۳

هواویز

aerosol

به مخلوط ذرات معلق هوا و گازها (و بخار) گفته می‌شود.

[منبع: استاندارد EN 1540].

یادآوری- ذرات معلق هوا می‌توانند در تعادل یا خارج از تعادل با بخارهایشان باشند.

1- General definitions

2- Fume

۳-۱-۳

سیلیس بلورین قابل استنشاق
RCS

respirable crystalline silica

به ذرات سیلیس بلورین که مطابق با جریان هوای قابل استنشاق توصیف شده در استاندارد ISO 7708 به مسیره‌های جریان هوا نفوذ می‌کنند، گفته می‌شود.

۴-۱-۳

در معرض قرار گرفتن (توسط تنفس)

exposure (by inhalation)

به وضعیتی گفته می‌شود که در آن ماده‌ای شیمیایی در هوای تنفس شده توسط یک فرد وجود داشته باشد.
[منبع: استاندارد EN 1540].

۵-۱-۳

میزان حد آستانه در معرض قرار گرفتن شغلی
OELV

occupational exposure limit value

حد متوسط غلظت وزنی-زمانی یک معرف شیمیایی موجود در هوای منطقه تنفس یک کارگر، نسبت به یک دوره مرجع مشخص است.
[منبع: استاندارد EN 1540].

یادآوری - مقادیر حدی اصولاً برای دوره‌های مرجع هشت ساعته تنظیم می‌شوند، اما می‌توان این مقادیر را برای دوره‌های کوتاه‌تر یا گردش‌های غلظتی نیز تنظیم کرد. مقادیر حدی ذرات معلق هوا و مخلوط ذرات و بخارات بر حسب میلی‌گرم بر متر مکعب و یا مضر بی از آن‌ها برای شرایط محیطی واقعی (دما و فشار) در محیط کار ارائه می‌شوند.

۶-۱-۳

محل کار

workplace

منطقه طراحی شده یا محدوده‌هایی که فعالیت‌های کاری در آن انجام می‌گیرد.
[منبع: استاندارد EN 1540].

۳-۲ تعاریف نمونه برداری^۱

۳-۲-۱

نمونه بردار هواویز

نمونه بردار ذرات (معلق در هوا)

نمونه بردار ذرات ریز (معلق در هوا)

aerosol sampler
(airborne) particle sampler
(airborne) particulate sampler

نمونه برداری است که برای انتقال ذرات معلق هوا به زیرلایه جمع آوری نمونه استفاده می شود.

[منبع: استاندارد EN 1540].

۳-۲-۲

زیرلایه جمع آوری

زیرلایه نمونه برداری

وسیله جمع آوری

وسیله نمونه برداری

collection substrate
sampling substrate
collection medium
sampling medium

وسیله ای است که مواد شیمیایی با زیست شناختی معلق در هوا برای تجزیه های بعدی روی آن جمع می شوند.

[منبع: استاندارد EN 1540].

یادآوری - صافی ها، فوم های پلی یورتان و کاسیت های نمونه برداری نمونه هایی از زیرلایه های جمع آوری ذرات معلق هوا هستند.

۳-۲-۳

نمونه شاهد آزمایشگاهی

laboratory blank

به زیرلایه جمع آوری استفاده نشده ای گفته می شود که از مجموعه مشابهی که برای نمونه برداری استفاده شده انتخاب شده و از آزمایشگاه خارج نمی شود.

[منبع: استاندارد EN 1540].

یادآوری - نتایج به دست آمده از تجزیه شاهد های آزمایشگاهی برای تصحیح نتایج مربوط به نمونه ها در حالت آلوده شدن با سیلیس بلورین و یا پارامترهای مداخله کننده، استفاده می شوند.

۴-۲-۳

نمونه شاهد میدانی

field blank

به زیرلایه جمع آوری استفاده نشده ای گفته می شود که از مجموعه مشابهی که برای نمونه برداری استفاده شده انتخاب شده و مانند یک زیرلایه جمع آوری مورد استفاده برای نمونه برداری با آن کار می شود. به استثنای این که از این شاهد برای کنترل نمونه استفاده نمی شود.

[منبع: استاندارد EN 1540].

یادآوری ۱ - شاهد میدانی به محل نمونه برداری منتقل شده، درون نمونه بردار (در صورتی که کاربرد داشته باشد) قرار می گیرد و مشابه یک نمونه به آزمایشگاه برگردانده می شود.

یادآوری ۲ - نتایج تجزیه شاهد های میدانی برای تعیین آلودگی یک نمونه که از جابه جا کردن در محل آزمون و هنگام انتقال ناشی می شود، استفاده می گردد.

۵-۲-۳

ناحیه تنفسی

breathing zone

به فضای اطراف بینی و دهان یک کارگر گفته می شود که در آن منطقه تنفس انجام می شود.

[منبع: استاندارد EN 1540].

یادآوری - ناحیه تنفسی از نظر فنی به نیم کره ای (عموماً پذیرفته شده است که قطر این نیم کره ۳۰ cm باشد) گفته می شود که در جلوی صورت انسان امتداد یافته و محور آن نقطه میانی خطی که گوش های را به هم وصل می کند می باشد. قاعده این نیم کره صفحه ای است که از این خط، بالای سر و حنجره عبور می کند. این شرح فنی در شرایط استفاده از تجهیزات حفاظتی تنفسی قابل کاربرد نیست.

۶-۲-۳

وسیله نمونه بردار ویژه کارکنان

personal sampler

به نمونه بردار متصل به یک فرد گفته می شود که گازها، بخارات و یا ذرات معلق هوا را در ناحیه تنفسی جمع آوری می کند تا میزان مواجهه با مواد شیمیایی و یا زیست شناختی را تعیین کند.

[منبع: استاندارد EN 1540].

۷-۲-۳

روش نمونه برداری ویژه کارکنان

personal sampling

به فرآیند نمونه برداری گفته می شود که با استفاده از یک نمونه بردار ویژه کارکنان انجام می شود.

[منبع: استاندارد EN 1540].

۸-۲-۳

مجموعه نمونه برداری

sampling train

به تجهیزات جمع آوری ذرات معلق هوا شامل تجهیزات نمونه برداری، پمپ و لوله های اتصال گفته می شود.

[منبع: استاندارد ISO 24095].

۳-۳ تعاریف تجزیه ای^۱

۱-۳-۳

حد تشخیص

LOD

limit of detection

کمترین مقدار ماده مورد تجزیه است که در یک سطح اطمینان معین، قابل تشخیص باشد.

یادآوری ۱- حد تشخیص را می توان به عنوان مقدار حد آستانه برای ارزیابی حضور ماده ای با سطح اطمینان معین، استفاده کرد. این بیانگر ٪ ۵۰ احتمال این است که ماده مورد تجزیه هنگام حضور در غلظت های LOD قابل تشخیص نخواهد بود.

یادآوری ۲- حد تشخیص را می توان به عنوان مقدار حد آستانه برای ارزیابی حضور موادی با سطح اطمینان معین استفاده کرد.

یادآوری ۳- بسیاری از روش های تجزیه ای، آزمایشگاه ها را به محاسبه حد تشخیص با ضرب انحراف معیار داده های اندازه گیری شده تعدادی از نمونه های شاهد (حدود ۱۰ نمونه) در عدد سه، ملزم می کنند. باید توجه داشت در صورتی که مقادیر جرم سیلیس بلورین قابل استنشاق اندازه گیری شده کم باشد در مورد ارتباط بین پیام و جرم شبهه وجود دارد و معادله خاصی برای تعیین حد تشخیص با استفاده از آماره ها بر اساس توزیع نرمال، در این استاندارد ارائه نشده است.

نمونه‌های آزمون مورد استفاده برای واسنجی^۱ بافت جفت شده نبوده و حد تشخیص را بر اساس سه انحراف معیار پارامترهای مداخله‌گر پس زمینه گزارش می‌کند، که می‌تواند تصور خوش‌بینانه‌ای را از قابلیت روش هنگام تجزیه نمونه‌های واقعی به‌دست بدهد. توصیه می‌شود تجزیه‌گران هنگام تجزیه نمونه‌ها برای سیلیس بلورین قابل استنشاق، این نکات را در نظر داشته باشند (استاندارد ISO 24095).

۲-۳-۳

حد کمیت‌گذاری

LOQ

limit of quantification

به کمترین جرم قابل تشخیص ماده مورد تجزیه گفته می‌شود که در یک سطح اطمینان مشخص به‌صورت کمی قابل بیان است و اثرات بافت در نمونه را در نظر می‌گیرد.

[منبع: استاندارد EN 1540].

یادآوری ۱- حد کمیت‌گذاری را می‌توان به‌صورت ۱۰ برابر انحراف معیار اندازه‌گیری‌های شاهد محاسبه کرد.

یادآوری ۲- مقدار حد کمیت‌گذاری را می‌توان به‌عنوان حد آستانه برای اطمینان یافتن از دقت بودن اندازه‌گیری‌های یک ماده، به کار برد.

یادآوری ۳- با استفاده از حد کمیت‌گذاری تعیین شده از آزمون ارزیابی و بر اساس ده درجه آزادی، احتمال قرار گرفتن برآورد یک مقدار در حد آستانه کمیت‌گذاری در بازه $\pm 31\%$ مقدار واقعی و سطح اطمینان 95% ، برابر با 95% می‌باشد.

۴-۳ اصطلاحات آماری^۲

۱-۴-۳

درستی (صحت)

accuracy

میزان توافق بین نتیجه آزمون و مقادیر مرجع پذیرفته شده است.

[منبع: استاندارد ISO 3534].

۲-۴-۳

بازیابی تجزیه‌ای

analytical recovery

نسبت جرم ماده مورد تجزیه هنگام آزمون نمونه به جرم مشخص ماده مورد تجزیه در آن نمونه است.

1- Calibration

2- Statistical terms

[منبع: استاندارد ISO 24095].

۳-۴-۳

بازیابی روش

method recovery

نسبت غلظت تعیین شده ماده شیمیایی در هوا به غلظت واقعی آن است.

[منبع: استاندارد EN 1540].

یادآوری - بازیابی روش، راندمان نمونه‌برداری و بازیابی تجزیه‌ای را با هم ترکیب می‌کند.

۴-۴-۳

آریبی

bias

اختلاف بین مقادیر مورد انتظار نتایج آزمون و مقدار مرجع پذیرفته شده است.

[منبع: استاندارد ISO 6879].

یادآوری - آریبی خطای نظام‌مند کل است که در نقطه مقابل خطای تصادفی قرار دارد. ممکن است یک یا چند خطای نظام‌مند وجود داشته باشند که در آریبی نقش دارند. اختلاف نظام‌مند زیاد از مقدار واقعی به‌صورت مقدار آریبی بیش‌تر خود را نشان می‌دهد.

۵-۴-۳ دقت

precision

میزان توافق بین نتایج اندازه‌گیری یا آزمون مستقل به‌دست آمده تحت شرایط صریح است.

[منبع: استاندارد ISO 6879].

۶-۴-۳

مقدار مرجع پذیرفته شده

true value

به مقداری گفته می‌شود که کمیت یا مشخصه‌ای کمی را توصیف می‌کند، در شرایطی که آن کمیت یا مشخصه کمی مد نظر، به‌طور کامل تعریف شده است.

[منبع: استاندارد ISO 3534].

عدم قطعیت (اندازه‌گیری)

uncertainty (of measurement)

پارامتر مربوط به نتیجه یک اندازه‌گیری که به‌طور منطقی، پراکندگی مقادیر مشارکت‌کننده در اندازه‌گیری‌ها را مشخص می‌کند.

[منبع: استاندارد ISO 3534].

یادآوری ۱- پارامتر ممکن است یک انحراف استاندارد (یا مضرب مشخصی از آن)، یا به‌صورت یک فاصله (بازه) معنی داری بیان شده باشد.

یادآوری ۲- 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. به راهنمای ISO 98:2008 مراجعه شود.

۴ اصول

در این استاندارد، روش تجزیه غیرمستقیم سیلیس بلورین قابل تنفس در گرد و غبار قابل تنفس جمع‌آوری شده روی یک صافی (معمولاً با قطر ۳۷ mm) یا فوم تعیین شده است. در این روش گرد و غبار از روی زیرلایه جمع‌آوری نمونه (مانند صافی یا فوم) بازیابی شده، تصفیه شده و به منظور تجزیه توسط دستگاه روی صافی دیگری نشانده می‌شود. دستگاه از طریق آماده‌سازی نمونه‌ها از بخشی از یک تعلیق گرد و غبار استاندارد، واسنجی می‌شود.

جرم سیلیس بلورین قابل تنفس بر روی صافی، توسط پاسخ پرتو ایکس واسنجی شده در برابر صافی‌های بارگذاری شده با مقادیر معینی از کوآرتز یا کریستوبالیت استاندارد، تعیین می‌شود. با توجه به این که حجم هوای نمونه‌برداری شده مشخص است، غلظت سیلیس بلورین قابل تنفس موجود در هوا به آسانی قابل محاسبه است. در صورتی که نمونه لایه‌نشانی شده بر روی صافی خیلی ضخیم باشد، پرتو پرتو ایکس نمی‌تواند درون کل نمونه نفوذ کرده و ممکن است توسط بافت نمونه جذب شود. در این روش چنین فرض می‌شود که ضخامت نمونه لایه‌نشانی شده روی صافی به قدری نازک است که در صورت کمتر بودن لایه گرد و غبار نشسته روی صافی از جرم بحرانی نمونه، اثرات جذبی قابل چشم‌پوشی هستند. نقطه‌ای که در آن جذب پرتو قابل توجه می‌شود، به ضخامت و ضریب جذب جرمی گرد و غبار موجود بر روی سطح صافی بستگی خواهد داشت. این موضوع به‌طور کلی پذیرفته شده است که نمونه‌های تهیه شده از محیط‌های به شدت صنعتی به میزان قابل توجهی تحت تاثیر جذب پرتو قرار ندارند. امکان تصحیح جذب پرتو ایکس با اندازه‌گیری میزان عبور صافی نقره و یا صفحه آلومنیومی از طریق گرد و غبار لایه‌نشانی شده، وجود دارد.

۵ نمونه برداری

راهنمای مربوط به الزامات نمونه برداری سیلیس بلورین قابل استنشاق در استاندارد ISO 24095 ارائه شده است. راهنمای عمومی نمونه برداری بخشی از هواویز قابل استنشاق نیز در استاندارد CEN/TR 15230 ارائه شده است.

۱-۵ تجهیزات نمونه برداری

۱-۱-۵ نمونه بردارها

۱-۱-۱-۵ عملکرد نمونه بردارهای مورد استفاده باید مطابق با معیارهای مربوط به گرد و غبار قابل استنشاق مشخص شده در استاندارد ISO 7708 باشد.

۲-۱-۱-۵ به نمونه بردارهایی نیاز است که از صافی‌هایی به قطر ۲۵ mm یا ۳۷ mm به‌عنوان وسیله جمع‌آوری نمونه استفاده می‌کنند. تفکیک‌کننده ذرات و نمونه بردارهایی که در آن‌ها از یک لایه فوم استفاده می‌شود (مانند CIP 10) برای این روش مناسب نیستند.

یادآوری- در پیوست چ اطلاعاتی در مورد عملکرد نمونه بردارهای قابل تنفس فردی مختلف که به‌طور رایج مورد استفاده قرار می‌گیرند، ارائه شده است.

۳-۱-۱-۵ هر یک از نمونه بردارها باید با یک شماره منحصر به فرد نشانه‌گذاری شود تا نمونه بردارهایی که پس از استفاده بلند مدت تحت اجرا قرار می‌گیرند، مشخص باشند.

۴-۱-۱-۵ نمونه بردارها باید با الزامات سازنده در ارتباط با واسنجی انطباق داشته باشند.

۲-۱-۵ زیرلایه‌های جمع‌آوری نمونه

۱-۲-۱-۵ قطر صافی‌ها باید برای استفاده در نمونه بردارهای انتخاب شده مناسب بوده و راندمان ربایش ذرات قابل تنفس آن‌ها کمتر از ۹۹٪ نباشد.

۲-۲-۱-۵ تجزیه‌گر باید از اجزای تشکیل‌دهنده صافی که برای جمع‌آوری نمونه استفاده می‌شود، آگاه باشد. زیرا این اطلاعات اثر مستقیمی بر روی روش تجزیه‌ای مورد استفاده دارد. زیرلایه‌های جمع‌آوری نمونه که عموماً برای نمونه برداری سیلیس بلورین قابل تنفس مورد استفاده قرار می‌گیرند و مزایا و معایب آن‌ها در جدول ۱ فهرست شده‌اند.

جدول ۱- زیرلایه‌های جمع‌آوری گرد و غبار

توضیحات	شاخص ثبات جرمی ^۱	ماده صافی
معمولاً از یک صافی با اندازه منافذ ۵ μm استفاده می‌شود.	بالا	پلی وینیل کلراید (پی وی سی)
معمولاً با نمونه‌بردار FSP 10 با اندازه منافذ ۸ μm استفاده می‌شود.	متوسط	نیترات سلولز
از اندازه منافذ بالاتر از ۰/۸ μm و نمونه‌بردارهایی با دبی جریان بیس از ۴ l/min استفاده می‌شود.	پایین	سلولز آمیخته با استر
همراه با نمونه‌بردار CIP 10 استفاده می‌شود.	پایین	فوم پلی‌یورتان

^۱ ثبات جرمی با فرض حذف الکتروسیسته ساکن

۳-۲-۱-۵ انواع صافی‌هایی که عموماً برای تجزیه پراش پرتو ایکس سیلیس بلورین قابل تنفس استفاده می‌شوند و معایب و مزایای آن‌ها در جدول ۲ فهرست شده است.

۴-۲-۱-۵ صافی‌های فهرست شده در جدول ۱ عموماً در اندازه‌گیری بازتابش‌های اصلی کوآرتز (۱۰۱)، (۱۰۰) و (۱۱۲) و کریستوبالیت (۱۰۱)، (۱۱۲ و ۲۰۰) و (۱۰۲)، تداخلی ایجاد نمی‌کنند. ناخالصی‌ها می‌توانند هنگام فرآیند تولید صافی‌ها وارد شده و بازتابش‌های پس‌زمینه بسته به مواد صافی افزایش یابند. بنابراین، مجموعه صافی‌های مورد استفاده باید به‌طور منظم آزمون شوند تا تداخل‌ها و تراز زمینه تعیین شوند.

۵-۲-۱-۵ گاهی ممکن است اندازه‌گیری بازتابش‌های ترکیب شده کریستوبالیت (۱۱۲ و ۲۰۰) دشوار باشد. زیرا این بازتابش‌ها در انتهای بازتابش نقره قرار دارند (۱۰۰).

۶-۲-۱-۵ زمینه متغیر بر روی قابلیت خوانش نقاط حداکثری پراش تاثیر می‌گذارد و موجب افزایش حد تشخیص سیلیس بلورین قابل استنشاق می‌شود. صافی‌های نقره حداقل میزان تغییرات و کمترین ترازهای زمینه را از خود نشان داده و بنابراین برای استفاده در موقعیت‌هایی که نیاز به حدود تشخیص کم است، قابل کاربرد هستند.

۷-۲-۱-۵ عمل توزین باید مطابق با استاندارد ISO 15767 انجام شود. صافی‌ها نباید در کاست‌هایی توزین شوند که تغییرات جرمی زیادی در مورد آن‌ها گزارش شده است [۲۱]. مرجع مربوط به دستورالعمل ساخت زیرلایه جمع‌آوری نمونه نیز باید ارائه شود.

۸-۲-۱-۵ صافی‌های نقره و صافی‌های سلولزی آمیخته با سلولز سخت بوده و جابه‌جایی آن‌ها هنگام توزین و قرار دادن در نمونه‌بردار آسان است. صافی‌های پلی‌وینیل کلراید و صافی‌های پلی‌کربناتی مخصوص انعطاف‌پذیر بوده و هنگام جابه‌جایی آن‌ها باید دقت شود.

۹-۲-۱-۵ صافی نقره مورد استفاده در نمونه‌برداری امکان تصحیح موثر جذب در حالتی که نمونه سنگینی مورد تجزیه قرار می‌گیرد را فراهم می‌کند (پیوست ت). در صورت استفاده از صافی آلی برای نمونه‌برداری و

تجزیه نیز می‌توان تصحیح موثر جذب را در صورتی که ماده از قابلیت عبور بالایی برای پرتو ایکس برخوردار باشد، با اندازه‌گیری شدت بازتابش زمینه فلزی زیرین انجام داد (به جدول ۲ مراجعه شود).

۱۰-۲-۱-۵ در صورتی که به نمونه‌برداری در طول کامل یک نوبت کاری هشت ساعته نیاز باشد، مقادیر بالای فشار متقابل^۱ می‌تواند زمان نمونه‌برداری را تعدیل کند. جدول ۲ نشان می‌دهد که اگر صافی‌های معین شده استفاده شوند، پمپ‌هایی که نمی‌توانند از عهده فشار متقابل نشان داده شده در جدول بر بیایند، به‌طور محتمل نمی‌توانند به دبی جریان ۲/۲۱ لیتر در دقیقه رسیده یا آن را حفظ کنند [۱۰].

۱۱-۲-۱-۵ در این استاندارد روشی غیر مخرب شرح داده شده است و می‌توان نمونه‌ها را در زمانی دیگر تجزیه کرد. صافی‌های آلی برای انبارش ایده‌آل هستند. صافی‌های نقره در هوا اکسید می‌شوند و یک لایه اکسید تیره رنگ روی آن‌ها شکل می‌گیرد. برای جلوگیری از اکسید شدن صافی‌های نقره را در محفظه‌های غیر قابل نفوذ توسط هوا نگهداری کنید.

جدول ۲- صافی‌های مورد استفاده برای تجزیه پراش پرتو ایکس

تجزیه پراش پرتو ایکس									توزین	نمونه‌برداری	ماده صافی
تصحیح جذب جرمی	نوسانات زمینه		بازتابش‌های تداخلی						ثبات جرم ^۱	فشار متقابل در دبی جریان ۲/۲۱ l/min kPa	
	قابلیت عبور صافی در برابر پرتو ایکس	کوآرتز		کریستوبلاست			کوآرتز				
عدم عبور	پایین	پایین	بله	بله	خیر	خیر	خیر	خیر	بالا	۱/۷	نقره ۰٫۸ μm
پایین	پایین	پایین	خیر	خیر	خیر	خیر	خیر	خیر	بالا	۰/۵	پی وی سی ۵ μm
متوسط	بالا	بالا	خیر	خیر	خیر	خیر	خیر	خیر	پایین	۳/۲	استرهای آمیخته سلولزی ۰٫۸ μm
بالا	بالا	پایین	خیر	خیر	خیر	خیر	خیر	خیر	بالا	نامعلوم	پلی کربنات ۰٫۸ μm

^۱ ثبات جرم با فرض حذف الکتروسیسته ساکن.

۳-۱-۵ پمپ‌های نمونه‌برداری

پمپ‌های نمونه‌برداری باید مطابق با الزامات استاندارد ISO 13137 باشند.

۴-۱-۵ جریان سنج‌ها

جریان سنج‌ها باید مطابق با الزامات استاندارد ISO 13137 باشند.

۵-۱-۵ سایر تجهیزات مورد نیاز

سایر تجهیزات مورد نیاز برای نمونه‌برداری عبارتند از:

الف- قلاب‌ها یا تسمه‌هایی که بتوان پمپ‌های نمونه‌برداری را با آنها به راحتی محکم کرد.

ب- لوله‌های انعطاف‌پذیر برای اتصال نمونه‌بردار به پمپ نمونه‌برداری.

پ- وسیله‌ای برای انتقال نمونه‌ها از محیط کار به آزمایشگاه که احتمال انتقال تصادفی گرد و غبار به زیرلایه جمع‌آوری نمونه (صافی) و یا از آن را به حداقل می‌رساند. معمولاً برای انتقال نمونه‌ها به درپوش یا کلاهکی برای نمونه‌بردارها، کاست‌ها صافی و یا سایر زیرلایه‌ها نیاز است که در دستورالعمل‌های سازنده برای استفاده دستگاه به تفصیل شرح داده شده است.

یادآوری- در صورتی که دما و فشار در زمان استفاده با شرایط واسنجی جریان‌سنج متفاوت باشد، برای تصحیح دبی جریان به یک دماسنج (با دقت خوانش 1°C) و یک فشارسنج (با دقت خوانش 0.1 kPa) برای اندازه‌گیری دما و فشار اتمسفر نیاز است (به استاندارد ISO 24095 مراجعه شود).

۲-۵ جمع‌آوری نمونه

راهنمایی کلی برای نمونه‌برداری بخشی از هواویز قابل استنشاق در CEN/TR 15230 ارائه شده است [۷]. یک راهنمای مخصوص برای اندازه‌گیری سیلیس بلورین قابل استنشاق نیز در استاندارد ISO 24095 ارائه شده است.

۱-۲-۵ نمونه‌بردارها را قبل از استفاده تمیز کنید تا از آلودگی ناشی از استفاده قبلی جلوگیری شود. قطعاتی که در تماس با گرد و غبار قرار می‌گیرند را پیاده کنید (در صورت لزوم با توجه به دستورالعمل‌های سازنده انجام شود)، نمونه‌بردارها را درون ماده شوینده غوطه‌ور کرده، از مافوق صوت برای خارج کردن گرد و غبار ریز استفاده کنید و در نهایت توسط آب بشوید. قبل از سوار کردن قطعات اجازه دهید تا خشک شوند.

۲-۲-۵ ابتدا هر یک از صافی‌های تعیین شده (شامل حداقل سه نمونه شاهد) را با استفاده از انبرک نوک تیز با صحت 0.1 mg توزین کنید تا از آلوده شدن و آسیب رسیدن به آنها جلوگیری شود (مطابق با استاندارد ISO 15767).

۳-۲-۵ صافی از قبل توزین شده را درون هر یک از نمونه‌بردارها قرار داده و هر یک از این نمونه‌بردارها را به پمپ نمونه‌برداری متصل کنید.

یادآوری- در برخی از انواع نمونه‌بردارها ممکن است با توجه به دستورالعمل سازنده به روش متفاوتی نیاز باشد.

۴-۲-۵ مطمئن شوید که هر یک نمونه‌بردارهای بارگذاری شده با صافی از نظر نشتی آزمون شده باشند. آزمون نشتی به‌عنوان یک آزمون معیار برای نصب صحیح استفاده می‌شود [۱۱].

یادآوری ۱- وجود نشتی عملکرد نمونه‌بردار را تغییر خواهد داد که موجب تغییر پاسخ پراش پرتو ایکس نیز خواهد شد.

یادآوری ۲- دو آزمون نشت برای ارزیابی نشتی انشعاب وجود دارد که عبارتند از آزمون نشتی ذره شمار که با استفاده از شمارنده نوری و یا یک شمارنده ذره میعانی انجام شده [۱۱] و آزمون نشتی افت فشار که با استفاده از یک میکرو فشارسنج (مانومتر) انجام می‌گیرد [۱۲].

۵-۲-۵ مجموعه نمونه‌برداری را متصل کرده و دبی جریان را بر روی مقدار مشخص شده برای نمونه‌بردار در محدوده $\pm ۲,۵\%$ تنظیم کنید. حداکثر انحراف از دبی جریان (قبل و بعد از نمونه‌برداری) نباید از پنج درصد بیش‌تر باشد.

۶-۲-۵ به منظور نمونه‌برداری فردی در محیط کار، نمونه‌بردار را در ناحیه تنفسی کارگر نصب کنید، پمپ را به تسمه یا قلاب مخصوص وصل کرده و با استفاده از لوله انعطاف‌پذیر طوری آن را به نمونه‌بردار متصل کنید که مانعی برای فعالیت کارگر ایجاد نکند.

۷-۲-۵ از هر کارگاه حداقل یک صافی استفاده نشده را به‌عنوان شاهد میدانی درون یک نمونه‌بردار نگه دارید.

۸-۲-۵ پمپ را برای شروع نمونه‌برداری روشن کرده و زمان را یادداشت کنید.

۹-۲-۵ حداقل زمان نمونه‌برداری را باید با در نظر گرفتن حد کمیت‌گذاری روش پراش پرتو ایکس برای سیلیس بلورین قابل استنشاق (به زیربند ۳-۸ مراجعه شود) و دبی جریان دستگاه نمونه‌برداری، محاسبه کرد. به طوری که بتوان میزان سازگاری با حدود مواجهه شغلی را به‌طور قابل اعتمادی ارزیابی کرد. برای انجام آزمون انطباق، باید در صورت امکان در نوبت کاری کامل نمونه‌برداری انجام شود. زمان‌های نمونه‌برداری طولانی‌تر جز در شرایطی که بارگذاری اضافی رخ می‌دهد، دقت اندازه‌گیری نمونه‌بردارها را بهبود می‌بخشد.

باید دقت شود که صافی‌های تحت بارگذاری اضافی قرار نگیرند.

یادآوری- افت پتانسیل درون نمونه‌بردار (برای مثال وارد کردن نمونه درون نمونه‌بردار که بدون استفاده از فیلتر انجام می‌شود) با تغییرپذیری زیادی در نمونه‌برداری میدانی مشاهده شده است [۱۳]. این افت‌های پتانسیل با چشم غیر مسلح قابل رویت نبوده و نمی‌توان آن‌ها را با روش مستقیم روی صافی به‌صورت کمی بیان کرد.

۵-۲-۱۰ در پایان مرحله نمونه‌برداری پمپ را خاموش و زمان را یادداشت کرده و مدت زمان مرحله نمونه‌برداری را محاسبه کنید. دبی جریان مجموعه نمونه‌برداری را با توجه به زیربند ۵-۲-۵ بررسی کنید.

۵-۲-۱۱ جزئیات مربوط به جمع‌آوری نمونه را یادداشت کنید. جزئیات مورد نیاز از سوی تجزیه‌گر آزمایشگاه عبارتند از:

الف- نوع نمونه‌بردار مورد استفاده برای جمع‌آوری نمونه؛

ب- نوع صافی نمونه‌بردار؛

پ- شناسه منحصر به فرد هر نمونه؛

ت- حجم هوای نمونه‌برداری شده؛

ث- جرم گرد و غبار قابل تنفس جمع شده روی زیرلایه جمع‌آوری نمونه برای تعیین بازیابی پس از رسوب‌گیری دوباره گرد و غبار؛

ث- اطلاعاتی در مورد فرآیند صنعتی که می‌تواند به ارزیابی نتایج کمک کند.

۵-۲-۱۲ در حالت ایده‌آل به نمونه گرد و غباری که بتواند معرف محیط کار یا فعالیت مربوطه باشد نیاز است تا به تجزیه‌گر در برآورد تداخل پتانسیل کمک کند. در غیاب اطلاعات مربوط به مواد مورد استفاده در فرآیند صنعتی، یک نمونه صافی با بارگذاری زیاد و یا نمونه گرد و غبار رسوب کرده می‌تواند اطلاعاتی کیفی مناسبی را فراهم کند. این پویش کیفی اطلاعات سودمندی را برای متخصصین بهداشت شغلی (برای مثال هنگام نمونه‌برداری فرآیندی جدید یا فرآیندی که مواد درگیر در فعالیت کاری ممکن است تغییر کنند)، فراهم می‌کند.

۵-۳ انتقال نمونه

هنگام انتقال نمونه‌بردارهای هواویز باید دقت کرد تا نمونه‌بردار به‌صورت قائم منتقل شود تا از رسوب احتمالی گرد و غبار بر روی صافی نمونه هوا از دیگ‌چه شن و ماسه، جلوگیری شود. از کاست‌های برخی از نمونه‌بردارها می‌توان برای انتقال ایمن صافی‌ها استفاده کرد. در صورتی که بر روی سطح گرد و غبار جمع‌آوری شده روی صافی فشار اعمال شود (به ویژه هنگام انتقال صافی از کاست نمونه‌بردار یا محفظه نمونه)، تلفات نمونه می‌تواند رخ بدهد. برای مثال، در صورت تماس سطحی نمونه با انبرک‌ها، آب‌بندهای حلقه‌ای شکل و یا لبه نمونه‌بردار نیز تلفات نمونه می‌تواند رخ بدهد. صافی‌ها نیز می‌توانند هنگام نمونه‌برداری باردار شده و ممکن است به سمت این اقلام جذب شوند. تلفات گرد و غبار از سطح صافی و یا کاست‌ها باید در گزارش تجزیه‌گر ذکر شوند.

یادآوری- صافی بارگذاری شده تا ۴ mg از بخش قابل استنشاق را می‌توان توسط خدمات پستی و بدون تلفات قابل توجه منتقل کرد. به شرطی که از نگهدارنده صافی مناسب و محفظه‌ای که برای جلوگیری از آسیب رساندن طراحی شده است، استفاده شود [۱۴].

۶ روش تجزیه‌ای

۱-۶ دستگاه‌ها و تجهیزات

۱-۱-۶ دستگاه پراش پرتو ایکس

به دستگاه پراش‌سنگ پودری پرتو ایکس با هندسه بازتابش نیاز است. پراش‌سنگ‌هایی با هندسه نیمه کانونی Bragg-Brentano و با تخته هدف مسی یا کبالتی به‌طور معمول استفاده می‌شود.

۲-۱-۶ ترازو

برای آماده‌سازی نمونه‌های واسنجی، به یک میکرو ترازو با قابلیت توزین $1 \mu\text{g} \pm$ یا بهتر در محدوده صفر گرم تا پنج گرم نیاز است. هنگام توزین نمونه‌ها به حذف‌کننده الکتروسیسته ساکن نیز نیاز است. برای توزین فوم‌ها از نمونه‌بردار CIP 10-R نیز به ترازویی با حساسیت تجزیه‌ای $10 \mu\text{g}$ با محدوده اختیاری بین صفر گرم تا ۲۰ g نیاز است. توزین باید با توجه به استاندارد ISO 15767 انجام شود.

۳-۱-۶ تجهیزات آزمایشگاهی

بوته سرامیکی لعاب‌دار یا پلاتینیومی، بشر، انبر، پیپت‌های واسنجی شده، حمام مافوق صوت، هم‌زن مغناطیسی، تجهیزاتی برای پالایش نمونه روی صافی به قطر ۲۵ mm، یک پمپ برای تولید خلاء و محفظه دژدود برای نگهداری گرد و غبار، بخارات و گازها.

۴-۱-۶ تجهیزات مورد نیاز برای بازیابی گرد و غبار از روی صافی نمونه هوا

به کوره‌ای با قابلیت کار در حداقل دمای 600°C (برای حذف غشای صافی) و یا خاکسترساز پلاسما‌ی دما پایین نیاز است. به جای خاکسترساز پلاسما یا کوره می‌توان از تترا هیدرو فوران (THF) برای حل کردن صافی‌های پی وی سی استفاده کرد.

یادآوری- برای حذف زیرلایه‌های مداخله‌گر ممکن است به دماهای بالای 1000°C نیاز باشد.

۵-۱-۶ مواد مرجع استاندارد

باید از گرد و غبار استاندارد برای واسنجی استفاده کرد که خلوص و بلورینگی آن به خوبی مشخص شده باشد. موسسه ملی علوم و فناوری ایالات متحده آمریکا (NIST)^۱ مواد مرجع استاندارد (SRM)^۲ را برای کوآرتز قابل استنشاق (مجموعه ۱۸۷۸) و کریستوبالیت قابل استنشاق (مجموعه ۱۸۷۹) تولید کرده است. در مطالعه صورت گرفته توسط Stacey و همکارانش مواد مرجع متفاوتی برای تجزیه کوآرتز و مقادیر برآورد شده آن‌ها، مشخص شده است [۱۶]. مواد مورد استفاده برای واسنجی باید با توصیه‌های ISO 24095 انطباق داشته باشند.

۶-۱-۶ شناساگرها

۱-۶-۱-۶ تعلیق (سوسپانسیون)

– آب یون‌زدایی شده؛

– ۲- پروپانول؛

– اتانول.

۲-۶-۱-۶ انحلال صافی

– تتراهیدرو فوران (THF)؛

– ۱ و ۳- بوتانیدیول (در صورت استفاده از صافی‌های نمونه هوای نیترات سلولز).

۳-۶-۱-۶ حذف مداخله‌گرها

– هیدروکلریک اسید ۰٫۱ تا ۱ نرمال.

۷-۱-۶ نمونه تصحیح رانش^۳

برای تصحیح رانش شدت تابش در طول زمان باید از یک صفحه آلومنیومی یا سایر مواد قوی مناسب استفاده کرد. صفحه آلومنیوم مرجع NIST SRM 1976b به کرات استفاده شده است.

1- National Institute of Standards and Technology (NIST)

2- Standard Reference Materials (SRM)

3- Drift correction sample

۲-۶ تجزیه ثقلی گرد و غبار قابل استنشاق

در این روش، اندازه‌گیری ثقلی گرد و غبار قابل استنشاق قبل از تجزیه نمونه برای سیلیس بلورین قابل استنشاق انجام شده و مقدار آن یادداشت می‌شود. این تجزیه از آن جهت اهمیت دارد که آگاهی از جرم گرد و غبار روی صافی به تجزیه‌گر کمک می‌کند تا کیفیت نتایج خود را ارزیابی کرده و پتانسیل مورد نیاز برای تصحیح را به دلیل اثرات جذب پرتو ایکس توسط نمونه، تعیین کنند. در برخی از روش‌های ملی نیاز به تعیین درصد سیلیس بلورین در گرد و غبار قابل استنشاق وجود دارد. عمل توزین باید مطابق با استاندارد ISO 15767 انجام شود.

۳-۶ تجزیه پراش پرتو ایکس

۱-۳-۶ پارامترهای دستگاهی

دستگاه باید ترجیحاً نسبت به شدت بهینه‌سازی شود تا وضوح آن. در حالت ایده‌آل بهتر است باریکه‌ها و ماسک‌هایی طراحی شوند که امکان تابش قسمت بیشتر نمونه صافی را فراهم کنند. برای مثال، باریکه‌های خودکاری که بر ۱۸ mm از سطح نمونه تابش دارند، انتخاب خوب خواهند بود. لامپ‌هایی با فاصله کانونی پهن نیز با توجه به این که شار بیش‌تری را در واحد سطح نمونه صافی توزیع می‌کنند، توصیه می‌شوند. از شدت برق مجاز حداقل ۱/۶ kW استفاده می‌شود. اگر چه شدت برق‌ها بالاتر حساسیت بهتری را به دست می‌دهند. مثال‌هایی در مورد پارامترهای دستگاهی در پیوست ب ارائه شده است.

۲-۳-۶ پارامترهای پویشی

پارامترهای پویشی باید برای دستیابی به حداقل دقت دستگاهی حدود چهار درصد یا بهتر، روی جرم نمونه‌ای از سیلیس بلورین قابل استنشاق که معرف حدود مواجهه شغلی باشد، بهینه‌سازی شود. برای این بهینه‌سازی پارامترهای اندازه‌گیری تا نقطه‌ای تغییر داده می‌شوند که هنگام اندازه‌گیری یک صافی با جرم معین سیلیس بلورین قابل استنشاق، امکان بهبود دقت بیش‌تر وجود نداشته باشد. نوعاً از جرم‌های مشخص شده در حدود و نصف حدود مواجهه شغلی استفاده می‌شود. سازندگان دستگاه‌ها محصولات نرم‌افزاری متنوعی را ارائه می‌کنند که ممکن است از روش‌های متفاوتی برای جمع‌آوری اطلاعات استفاده کنند. به‌طور کلی اطلاعات در محدوده 2θ دو درجه‌ای و حول هر بازتابش پراش پرتو ایکس جمع‌آوری می‌شود. اگرچه به برخی برنامه‌های کمیت‌گذاری نیز برای محدوده‌های پویش بزرگ‌تر نیاز است. مثال‌هایی از پارامترهای جمع‌آوری اطلاعات در پیوست پ ارائه شده است.

۴-۶ منحنی واسنجی

واسنجی از طریق تهیه صافی‌های آزمون واسنجی که با مقادیر معینی از سیلیس بلورین قابل استنشاق بارگذاری شده است انجام شده و منحنی واسنجی شدت نقاط حداکثری در برابر جرم ماده سیلیس بلورین

قابل استنشاق مرجع به دست می‌آید. گرد و غبار باید از قسمت‌هایی مساوی از تعلیق سیلیس بلورین قابل استنشاق استاندارد بر روی صافی‌ها نشانده شود. مقدار سیلیس بلورین قابل تنفس از روی جرم‌های قبل و بعد از رسوب‌گیری تعیین شده و بر اساس بلورینگی ماده مرجع مورد استفاده برای بارگذاری صافی‌های آزمون واسنجی، تعیین می‌شود. برای بارگذاری‌های نازک تا مقادیر بحرانی جرم گرد و غبار (پیوست ت)، پاسخ شدت پرتو ایکس در ناحیه‌ای از صافی که توسط پرتو پرتو ایکس تابیده می‌شود، با جرم موجود بر روی صافی رابطه‌ای خطی دارد. در مورد بارگذاری‌های بیش‌تر، دیگر نمی‌توان از جذب پرتو ایکس چشم‌پوشی نمود و به تصحیح خاصی نیاز است (پیوست ت).

جزئیات بیش‌تر روش ساخت منحنی واسنجی در بخش‌های زیر ارائه شده است. به استاندارد ISO 11095 مراجعه شود [۲].

۶-۴-۱ حداقل دو تعلیق از ماده مورد تجزیه را از طریق توزین چند میلی‌گرم از ماده استاندارد (با صحت mg ۰٫۰۱) تهیه کنید.

۶-۴-۲ جرم سیلیس را برحسب میکروگرم در لیتر تعلیق محاسبه کنید تا برنامه‌ریزی برای تهیه قسمت‌های مساوی برای صافی‌های واسنجی را تسهیل کند.

۶-۴-۳ با استفاده از یک کوند^۱ مافوق صوت به مدت حداقل ۳ min پودر را درون شناساگر معلق کنید. سپس محلول تعلیق را بلافاصله به یک همزن مغناطیسی منتقل کنید (بدون حرارت) و با اضافه کردن یک میله همزن فرصت دهید تا محلول تعلیق پیش از برداشتن قسمتی از آن، همگن شود.

۶-۴-۴ با توجه به استاندارد ISO 15767، صافی‌های ۲۵ mm را آماده‌سازی کرده و با صحت mg ۰٫۰۱ توزین کنید. اطمینان یابید که سه توزین پی در پی صافی‌های یکسان در حدود ۱۵ µg باشد (1σ). در مورد صافی‌های نقره و پلی‌کربناتی نیز اطمینان یابید که سه توزین پی در پی حدود ۳ µg باشد (1σ).

یادآوری- دقت توزین صافی‌ها یکی از پارامترهای مهم دخیل در عدم قطعیت واسنجی می‌باشد (به مرجع [۱] مراجعه شود).

۶-۴-۵ صافی را در دستگاه پالایش قرار دهید. مقدار ۲ ml تا ۳ ml از شناساگر را روی صافی قرار دهید و همزن را خاموش کرده و تعلیق را با دست تکان دهید. بلافاصله قسمتی از محلول را از نزدیکی مرکز تعلیق برداشته و آن را از پیپت به قیف صافی منتقل کنید. حجم محلول موجود در پیپت را از به درون قیف صافی تخلیه کنید. کناره‌های قیف را چندین بار با مقادیر کمی از حلال بشوید.

یادآوری ۱- قطر قیف صافی و ناحیه مکش قرار گرفته در زیر صافی بر روی مساحت رسوب‌گیری نمونه و بنابراین حساسیت واسنجی تاثیرگذار خواهد بود. دستگاه‌های پالایش می‌توانند از هر دو جنبه متفاوت باشند. به همین دلیل استفاده از دستگاه‌هایی با ابعاد یکسان اهمیت دارد.

یادآوری ۲- هنگام استفاده از صافی‌های پی‌وی‌سی، سمت زیر صافی را برای رسوب‌گیری مجدد استفاده کنید.

۶-۴-۶ با استفاده از شرایط خلاء محلول تعلیق را به سرعت پالایش کنید. پس از قرار گرفتن رسوب نمونه در جای خود کناره‌های قیف را نشورید. زیرا این کار موجب آرایش مجدد مواد بر روی صافی تجزیه خواهد شد. مادامی که صافی خشک است، سیستم خلاء را روشن نگه دارید. صافی را بیرون آورده و اجازه دهید تا خشک شود. پس از این که صافی به‌طور کامل خشک شد، آن را مجدداً توزین کنید تا جرم رسوب تعیین شود.

۷-۴-۶ مجموعه‌ای از صافی‌های واسنجی را به منظور دستیابی به حداقل محدوده تقریباً ۰٫۱ برابر تا ۲ برابری حد مواجهه شغلی مناسب برای زیرلایه جمع‌آوری نمونه انتخاب شده در مرحله نمونه‌برداری که به‌طور معمول در محیط کار استفاده می‌شود، تهیه کنید:

(۱) حد بالا= حد مواجهه شغلی (mg/m^3) × دبی جریان ($(\text{l}/\text{min})/1000$) × زمان نمونه‌برداری (min) × ۲ (ضریب بارگذاری)

(۲) حد پایین= حد مواجهه شغلی (mg/m^3) × دبی جریان ($(\text{l}/\text{min})/1000$) × زمان نمونه‌برداری (min) × ۰٫۱ (ضریب بارگذاری)

۸-۴-۶ صافی‌های آزمون واسنجی و صافی‌های شاهد آزمایشگاهی را مجدداً توزین کنید. جرم ماده مرجع لایه‌نشانی شده روی صافی (M_{RM}) به‌صورت اختلاف میان جرم قبل و بعد از توزین محاسبه شده و با توجه به ناپایداری جرمی تصحیح می‌شود. تصحیح جرم با کم کردن تغییر جرم متوسط نمونه شاهد از تغییر جرم نمونه‌های در حال استفاده انجام می‌شود (استاندارد ISO 15767).

۹-۴-۶ جرم سیلیس بلورین قابل استنشاق (RCS) رسوب کرده روی صافی (M_{RCS}) با استفاده از جرم ماده مرجع (M_{RM}) که از طریق توزین به‌دست آمده و نسبت به بلورینگی آن (X_{RM}) تصحیح شده است، با استفاده از معادله (۳) محاسبه می‌شود.

$$M_{RCS} = M_{RM} \cdot X_{RM} \quad (3)$$

۱۰-۴-۶ هر یک از صافی‌ها را پی در پی درون پراش‌سنج قرار داده و شدت پراش سه بازتابش شدیدتر سیلیس بلورین قابل استنشاق را از روی صافی‌های آزمون واسنجی اندازه‌گیری کنید.

۱۱-۴-۶ تصحیح رانش شدت پرتو ایکس را اندازه‌گیری کرده و به‌طور دوره‌ای آن را در دسته نمونه‌ها تحت پایش داشته باشد.

۱۲-۴-۶ شدت میانگین ناحیه‌ای (I_{M0}) بازتابش نمونه تصحیح رانش باید یادداشت شده و بعداً برای تصحیح رانش استفاده شود.

۱۳-۴-۶ در صورتی که جرم گرد و غبار نشسته بر روی صافی از جرم بحرانی تجاوز کرد، شدت بازتابش از ماده مرجع انتخاب شده برای تصحیح جذب را با و بدون قرار دادن نمونه اندازه‌گیری کنید (پیوست ت).

۶-۴-۱۴ با استفاده از مقدار شدت هر بازتابش (که در صورت لزوم با توجه به جذب تصحیح می‌شود) و از روی رابطه بین پاسخ و جرم سیلیس بلورین قابل استنشاق بارگذاری شده روی صافی خط روند را استخراج کنید. فرض اساسی برای ساخت منحنی واسنجی این است که تابع واسنجی خطی بوده و بنابراین شیب و محل تقاطع این خط صاف باید تعیین شود [۱۴].

یادآوری ۱- برای شمارش بهتر خط روند را به مبدا منتقل کنید و یا از وایازی^۱ جرمی استفاده کنید. در صورتی که نتایج از طریق نمونه‌های مرجع یا آزمون تخصصی تجدیدپذیر باشند، می‌توان از یک وایازی با نقطه تقاطع استفاده کرد.

یادآوری ۲- دلایل وجود نقطه تقاطعی با اختلاف قابل توجه نسبت به نقطه مبدا می‌تواند پارامترهای دستگاهی باشند که امکان روشن بودن کل نمونه را نمی‌دهند، و یا این که یک اریبی نامناسب به نرم‌افزار برازش نقاط حداکثری وارد شده است.

یادآوری ۳- صافی‌های پلی‌کربناتی سطوح خیلی صافی دارند و می‌توانند موجب آرایش ترجیحی برای بازتابش ۲۶۶ درجه کوآرتز شوند. این امر موجب می‌شود تا رابطه بین پاسخ پرتو ایکس و جرم اندازه‌گیری شده در جرم‌های پایین (کمتر از ۲۰۰ µg) به جای خط راست تبدیل به منحنی شود. یک روش برای تعیین آرایش ترجیحی اضافه کردن ۱/۵ mg از فلوراید کلسیم (CaF₂) به استانداردهای واسنجی است تا رسوب‌گیری یک نمونه واقعی، شبیه‌سازی شود.

۵-۶ تصفیه نمونه زیرلایه جمع‌آوری

اطمینان حاصل کنید که تمامی عملیات‌هایی که در آن‌ها از حلال‌های قابل اشتعال استفاده می‌شود، در یک محفظه دود و یا تحت شرایط خارج کردن هوا انجام شوند. نمونه جمع‌آوری شده بر روی صافی هوا را برداشته و پارامترهای مداخله‌گر را خارج کنید. به برخی از روش‌های تصفیه نمونه ذکر شده در پیوست الف مراجعه شود. سپس از روش تصفیه مناسب بر اساس نوع زیرلایه جمع‌آوری نمونه استفاده کنید.

- برای صافی‌های پی‌وی‌سی و سلولز آمیخته با استر از دستورالعمل زیربند ۶-۵-۱ پیروی کنید.

- برای صافی‌های نیترات سلولز از دستورالعمل‌های زیربند ۶-۵-۲ پیروی کنید.

- برای فوم‌های پلی‌یورتان نیز از دستورالعمل‌های زیربند ۶-۵-۳ پیروی کنید.

۶-۵-۱ صافی‌های پی‌وی‌سی و سلولز آمیخته با استر

از روش‌های تصفیه کوره (زیربند ۶-۵-۱-۱) یا خاکسترساز پلاسما (زیربند ۶-۵-۱-۲) برای خاکستر کردن صافی نمونه‌برداری شده استفاده کنید. به جای این روش‌ها می‌توانید از تصفیه با تتراهیدرو فروان برای حل کردن صافی نمونه‌برداری شده نیز استفاده کرد (زیربند ۶-۵-۱-۳).

۶-۵-۱-۱ تصفیه کوره

الف- هر یک از صافی‌ها را درون یک بوتله تمیز قرار داده و درون کوره‌ای با دمای °C ۴۵۰ تا °C ۶۰۰ به مدت حداقل چهار ساعت حرارت دهید.

ب- در صورتی که گرافیت وجود داشت، به روش‌های تصفیه ارائه شده برای نمونه در پیوست الف مراجعه شود.

پ- به محض این که صافی خاکستر شد، نمونه را جمع‌آوری کرده و اجازه دهید تا بوتله سرد شده و به دمای اتاق برسد.

ت- آزمون را با دستورالعمل ارائه شده در زیربند ۶-۶-۱ ادامه دهید.

۶-۵-۱-۲ خاکسترسازی پلاسما

الف- توان خاکسترساز پلاسما باید حداقل از مرتبه سه وات بوده و خاکسترساز باید دارای سوپاپ هوای محصور شده‌ای باشد تا اطمینان حاصل شود که گرد و غبار نمونه به هنگام قطع شرایط خلاء از دست نمی‌رود.

ب- نمونه صافی هوا را درون یک بطری شیشه‌ای تمیز یا بشر قرار دهید.

پ- سمت باز ظرف را با ورقه فلزی سوراخ‌دار بپوشانید تا امکان چرخش گازهای مورد استفاده برای پلاسما برقرار بوده و از هرگونه از دست رفتن بالقوه گرد و غبار جلوگیری شود.

ت- نمونه را خاکستر کنید تا مطمئن شوید که باقیمانده صافی نمونه هوا به حداقل برسد.

ث- آزمون را با دستورالعمل ارائه شده در زیربند ۶-۶-۲ ادامه دهید.

یادآوری- در روش خاکسترسازی پلاسما باقیمانده کمی از صافی در حدود ۰/۱٪ به جا می‌ماند.

۶-۵-۱-۳ تصفیه با تترا هیدرو فوران (THF)

الف- صافی پی‌وی‌سی را درون یک بشر کوچک و نازک (و یا لوله گریز از مرکز) و یا بطری شیشه‌ای درپوش‌دار قرار دهید.

ب- با انجام احتیاط‌های لازم برای حفاظت دست‌ها از تماس با حلال، در یک محفظه دود ۸ ml تا ۱۰ ml از تترا هیدرو فوران را اضافه کنید.

پ- انتهای مخزن را پوشانده و حلال را یا با دست و یا با استفاده از مخلوط‌کن گردابی، هم بزنید. مراقب باشید که محتویات آن ریزش نکند.

ت- سپس درون یک حمام مافوق صوت قرار دهید تا صافی حل شود.

ث- آزمون را مطابق با دستورالعمل‌های زیربند ۶-۶-۲ و با استفاده از تترا هیدرو فوران به عنوان شناساگر، ادامه دهید.

۲-۵-۶ صافی‌های نیترا ت سلولز

الف- صافی را با دقت درون یک بوته تمیز قرار دهید.

ب- صافی را در یک محفظه دود با مقدار کمی از ۱ و ۳-بوتانندیول تر کنید.

پ- سپس آن را در زیر یک دودکش تخلیه هوا و در دمای اتاق درون یک کوره قرار دهید.

ت- کوره را پیش از قرار دادن نمونه‌ها در آن گرم نکنید. از عینک‌های ایمنی استفاده کنید.

ث- دمای کوره را به آرامی از دمای اتاق به مدت حداقل چهار ساعت تا دمای 450°C تا 600°C برسانید.

ج- نمونه را جمع‌آوری کرده و اجازه دهید تا بوته سرد شده و به دمای اتاق برسد.

چ- آزمون را مطابق با زیربند ۶-۶-۱ ادامه دهید.

۳-۵-۶ فوم‌های پلی‌یورتان

الف- یک بوته خالی را به مدت ۱۰ min تا ۱۵ min در یک کوره آستر دار^۱ با دمای 450°C تا 600°C قرار داده، سپس اجازه دهید تا در یک خشکانه^۲ به مدت حداقل چهار ساعت سرد شود. بعد از سرد شدن بوته را توزین کنید. جرم دقیق بوته را (M_1) را با صحت 0.1 mg یادداشت کنید.

ب- فوم را از کاست (جعبه) خارج کرده و درون بوته تمیز و از قبل توزین شده قرار دهید.

پ- کاست (جعبه) را با استفاده از ۲ ml تا ۳ ml از شناساگر (۲-پروپانول یا اتانول) حداقل دو مرتبه درون بوته آب‌شویی کنید. هر یک از اقلامی که باید در تماس با نمونه باشند (مانند انبرها) را درون بوته آب-شویی کنید.

ت- اطمینان یابید که فوم با شناساگر پوشانده شده است.

ث- شناساگر درون بوته را مشتعل کنید.

ج- پس از ذوب شدن فوم، آن را به مدت ۳۰ min درون کوره‌ای با دمای 200°C تا 300°C قرار داده و دمای آن را در حداقل مدت سه ساعت به تدریج از 550°C تا 650°C ، افزایش دهید.

چ- اجازه دهید تا بوته درون یک خشکانه سرد شود و سپس بوته را بعد از آماده‌سازی در یک اتاق توزین با صحت 0.1 mg توزین کنید (M_2).

1- Muffle furnace
2- Desiccator

ح- میزان باقیمانده به صورت تفاضل $M_2 - M_1$ محاسبه می شود. این عدد را ثبت کرده و هرگونه بازیابی کم را یادداشت کنید.

خ- آزمون را مطابق با دستورالعمل های زیربند ۶-۶-۱ ادامه دهید.

۶-۶ رسوب گیری مجدد بر روی صافی تجزیه

۱-۶-۶ بوتله های به دست آمده از کوره

۱-۱-۶-۶ اجازه دهید تا بوتله ها در ناحیه ای که عاری از آلودگی های احتمالی می باشد، سرد شود.

۲-۱-۶-۶ یک صافی تجزیه با قطر ۲۵ mm را با صحت ۱ μg توزین کنید.

۳-۱-۶-۶ یک دستگاه پالایش مناسب برای استفاده صافی های به قطر ۲۵ mm را راه اندازی کنید.

۴-۱-۶-۶ بوتله حاوی باقیمانده نمونه را درون یک بشر قرار داده و روی آن را با شناساگر کافی بیوشانید (۳ ml تا ۵ ml).

۵-۱-۶-۶ بشر را با شیشه ساعت بیوشانید.

۶-۱-۶-۶ از مافوق صوت به مدت سه تا پنج دقیقه استفاده کنید.

۷-۱-۶-۶ شیشه ساعت را درون یک بشر بشوید.

۸-۱-۶-۶ محتویات بوتله را به دقت درون یک بوتله بشوید.

۹-۱-۶-۶ محتویات بشر را بر روی یک صافی از قبل توزین شده پالایش کنید.

۱۰-۱-۶-۶ اجازه دهید تا صافی توسط هوا خشک شود.

۱۱-۱-۶-۶ صافی را پس از آماده سازی توزین کنید و میزان بازیابی را از روی جرم ثقلی یادداشت شده از نمونه برداری تعیین کنید.

۱۲-۱-۶-۶ نمونه را مطابق با دستورالعمل زیربند ۶-۶ تجزیه کنید.

۲-۶-۶ بطری ها یا بشرهای به دست آمده از خاکستر ساز پلاسما

۱-۲-۶-۶ ورقه فلزی یا درپوش سوراخ دار را از روی بطری شیشه ای یا بشر بردارید.

۳-۲-۶-۶ در صورت حضور ترکیبات حل شدنی به پیوست الف برای روش های تصفیه نمونه مراجعه شود.

۴-۲-۶-۶ مقداری از شناساگر را به بطری اضافه کرده و کناره های آن را به دقت بشوید.

۵-۲-۶-۶ حلال را به طور مستقیم بر روی نمونه ها افشانه نکنید. زیرا این امر می تواند موجب هواویز شدن نمونه گرد و غبار شود.

۶-۲-۶-۶ درپوش را روی یک بطری یا شیشه ساعت را روی یک بشر قرار داده و به مدت ۵ min تا ۱۰ min از مافوق صوت استفاده کنید.

۷-۲-۶-۶ باقیمانده را بر روی صافی به قطر ۲۵ mm پالایش کنید.

۸-۲-۶-۶ نمونه را مطابق با دستورالعمل زیربند ۶-۷ تجزیه کنید.

۶-۷ تجزیه نمونه

۱-۷-۶ بهتر است بر روی حداقل یکی از نمونه‌های جمع‌آوری شده از هر یک از محیط‌های کار یا فعالیت تجزیه کمی را انجام دهید تا هرگونه عامل مداخله‌گر بالقوه را شناسایی کنید. باید دقت کرد تا نمونه‌ها دارای ترکیبات معدنی یکسانی نباشند. برای مثال، سنگ‌تراش‌ها در یک محیط کاری یکسان می‌توانند روی سنگ‌های مختلفی کار کنند.

۲-۷-۶ برای انجام تجزیه‌های کمی حداقل سه بازتابش اصلی سیلیس بلورین قابل تنفس هر یک از نمونه‌ها را پوشش کرده و ناحیه انتگرال‌گیری شده برای هر بازتابش را جمع کنید.

۳-۷-۶ تصحیح رانش شدت پرتو ایکس را با بازبینی دوره‌ای دسته‌ای از نمونه‌ها، اندازه‌گیری کنید.

۴-۷-۶ در صورتی که جرم گرد و غبار نشسته بر روی صافی از جرم بحرانی بیش‌تر بود، شدت بازتابش از یک ماده مرجع انتخاب شده برای تصحیح جذب را با و بدون قرار دادن نمونه در آن (پیوست ت) اندازه‌گیری کنید.

۷ روش محاسبه

۱-۷ تجزیه ثقلی

جرم گرد و غبار (M_{dust}) روی صافی با استفاده از معادله (۴) محاسبه می‌شود:

$$M_{dust} = (M_{after\ sampling} - M_{filter}) - \Delta M_{blanks} \quad (4)$$

که در آن:

M_{filter} جرم صافی قبل از نمونه‌برداری؛

$M_{after\ sampling}$ جرم صافی بعد از نمونه‌برداری؛

ΔM_{blanks} تغییر جرم میانگین نمونه شاهد پس از نمونه‌برداری ($M_{blank\ after}$) و قبل از نمونه‌برداری ($M_{blank\ before}$) مطابق با معادله (۵).

$$\Delta M_{blank} = M_{blank\ after} - M_{blank\ before} \quad (۵)$$

۲-۷ تجزیه پراش پرتو ایکس

۱-۲-۷ شدت سطحی (IRCS) هر یک از بازتابش‌های پراش پرتو ایکس سیلیس بلورین قابل استنشاق اندازه‌گیری شده در نمونه را محاسبه کنید. موقعیت‌های زمینه باید به‌طور ثابت انتخاب شده و باید عاری از تداخل‌ها باشند.

۲-۲-۷ شدت سطحی هر یک از بازتابش‌های پراش پرتو ایکس سیلیس بلورین قابل استنشاق را برای رانش شدت لامپ از واسنجی اصلی را با استفاده از معادله (۶) تصحیح کنید:

$$I_{RCS*} = I_{RCS} \cdot (I_M^0 / I_M) \quad (۶)$$

که در آن:

I_M میانگین شدت سطحی بازتابشی است که در طول یک روز تجزیه نمونه گرفته شده است؛

I_M^0 میانگین شدت سطحی بازتابش هنگام اندازه‌گیری اولیه استانداردهای واسنجی؛

I_{RCS*} شدت سطحی بازتابش سیلیس بلورین قابل استنشاق در نمونه تصحیح شده برای رانش شدت لامپ.

۳-۲-۷ در صورتی که جرم گرد و غبار نشسته بر روی صافی از جرم بحرانی بیش‌تر بود، شدت هر یک از بازتابش‌های پراش پرتو ایکس کوآرتز یا کریستوبالیت را با پیروی از روش ارائه شده در پیوست ت برای جذب تصحیح کنید.

۴-۲-۷ یکی از منابع اصلی خطا در تجزیه، حضور ترکیبات بلورینی است که دارای بازتابش‌های همزمان (یا خیلی نزدیک) با کوآرتز و یا کریستوبالیت هستند. مثال‌هایی از این ترکیبات عبارتند از سیلیکات کلسیم، بیوتیت، مونت موریونیت، کائولینیت، موسکویت یا ولاستونیت. فهرست مفصل‌تری از تداخل‌ها در استاندارد ISO 24095 موجود است.

۵-۲-۷ به‌طور کلی تشخیص ترکیبات بلورین در گرد و غبار بر روی یک صافی با بارگذاری زیاد، حضور تداخل‌ها را تعیین می‌کند. در صورتی که یکی از خطوط بازتابش یک الگوی ترکیب بلورین دیگر با بازتابش اندازه‌گیری شده برای ماده مورد تجزیه همزمان باشد، در الگوهای موجود در برنامه‌های نرم‌افزاری مورد استفاده با دستگاه‌های پراش پرتو ایکس نمایان خواهد شد.

۶-۲-۷ توصیه می‌شود که نسبت‌های شدت بازتابش‌های اندازه‌گیری شده به بازتابش اولیه کوآرتز یا کریستوبالیت با نسبت‌های به‌دست آمده در نمونه‌های واسنجی مقایسه شوند. این نسبت‌ها را که بر حسب درصد نسبت به بازتابش شدیدتر ثبت می‌شوند، می‌توان برای حضور تداخل‌ها بررسی کرد. بهتر است از نسبت‌های نسبی منتشر شده در پرونده‌های کمیته بین‌المللی داده‌های پراش (ICDD) فقط به‌عنوان راهنما

استفاده شود. نسبت‌های محاسبه شده در آزمایشگاه و استفاده از باریکه‌های خودکار در دستگاه‌های پراش پرتو ایکس منجر به تولید نسبت‌هایی نسبی می‌شود که اندکی از مقادیر منتشر شده متفاوت هستند. حضور تداخل‌ها را می‌توان از طریق تعیین شدت هر یک از اندازه‌گیری‌ها با بزرگی شیب خطوط روند واسنجی مربوط به بازتابش‌های اندازه‌گیری شده، تأیید کرد.

یادآوری ۱- اختلاف بیش از ۱۰٪ تا ۱۵٪ در شدت‌های سطحی معنادار در نظر گرفته می‌شوند.

یادآوری ۲- در صورتی که مقادیر به دست آمده با سایر بازتابش‌ها تناقض داشت و یا مقادیر اندازه‌گیری شده خیلی پایین بودند، تجزیه‌گر باید مقادیر شدت تولید شده توسط دستگاه را با نرم‌افزاری که پویش‌ها را نشان می‌دهد، بررسی کند.

۷-۲-۷ نتایج کمی با توجه به تابع واسنجی در بازتابش‌های شدیدتر پرتو ایکس سیلیس بلورین قابل استنشاق که فاقد تداخل هستند، با استفاده از معادله (۷) محاسبه می‌شوند:

$$I_{RCS}^* = a + b \cdot M_{RCS} \quad (7)$$

که در آن:

I_{RCS}^* شدت تصحیح شده بازتابش‌های سیلیس بلورین قابل استنشاق

a و b به ترتیب نقطه تقاطع و شیب تابع واسنجی؛

M_{RCS} جرم سیلیس بلورین قابل استنشاق در نمونه.

۷-۳ غلظت‌های سیلیس بلورین قابل استنشاق

۷-۳-۱ حجم هر یک از نمونه‌های هوا (V_S)، و حاصل ضرب دبی جریان میانگین نمونه‌برداری و زمان نمونه‌برداری را محاسبه کنید.

۷-۳-۲ غلظت سیلیس بلورین قابل استنشاق (C_{RCS}) را به صورت حاصل تقسیم جرم (M_{RCS}) بر حجم هوای V_S ، با استفاده از معادله (۸) محاسبه کنید:

$$C_{RCS} = \frac{M_{RCS}}{V_S} \quad (8)$$

۷-۳-۳ غلظت سیلیس بلورین قابل استنشاق را با اضافه کردن غلظت تمامی پلی‌مورف‌های بلورین، محاسبه کنید.

۸ مشخصات عملکردی

۱-۸ حد تشخیص

۱-۱-۸ حد تشخیص هر بازتابش پرتو ایکس بر حسب جرم اندازه‌گیری شده روی صافی به نوع دستگاه، پارامترهای عملیاتی آن، سایر ترکیبات درون نمونه و زمینه صافی تجزیه، وابسته است.

۲-۱-۸ استفاده از اندازه‌گیری‌های تکراری صافی‌های شاهد برای تعیین حد تشخیص لزوماً برآورد خوبی را به دست نمی‌دهد. زیرا در بسیاری از نمونه‌های واقعی، بافت پارامترهای مداخله‌گر را از صافی تجزیه پنهان می‌کند. روند توصیه شده در این روش محاسبه انحراف معیار آهنگ شمارش زمینه در محدوده پویش مناسب می‌باشد و حد تشخیص در شرایطی به دست می‌آید که مطابق با معادله (۹) باشد:

$$R_A \geq 3 \cdot \sigma_{R_s} \quad (9)$$

که در آن:

R_A آهنگ شمارش بازتابش ماده مورد تجزیه؛

σ_{R_s} انحراف معیار آهنگ شمارش زمینه می‌باشد. حدود تشخیص نوعی نمونه‌های آزمون واسنجی حاوی کوآرتز خالص برای هر یک از بازتابش‌های پرتو ایکس، و برای تابش مس در پیوست د فهرست شده است.

یادآوری - حد تشخیص مربوط به یک نمونه را در مواقعی نیز می‌توان به کار برد که حد تشخیص با افزودن جرمی از ماده مورد تجزیه به صافی تجزیه که در پویش مشاهده نشده، محقق می‌شود. در صورت تحقق حد تشخیص با بارگذاری مقادیر نوعی از بافت مد نظر (برای مثال $200 \mu\text{g}$ تا $500 \mu\text{g}$ کلسیت) و در دسترس بودن نمونه‌های خالص بافت فاقد آلاینده‌های سیلیس، می‌توان از این حدود برای سنجش نمونه‌ها استفاده کرد.

۲-۸ کمترین مقدار قابل تشخیص

یکی از مشخصات متفاوت فرآیند اندازه‌گیری توسط کمترین مقدار قابل تشخیص معین می‌شود که با توجه به استاندارد ISO 11843 برای هر بازتابش پرتو ایکس و برحسب جرم سیلیس بلورین قابل استنشاق روی فیلتر تعیین می‌شود [۴]. کمترین مقدار قابل تشخیص باید با استفاده از اطلاعات واسنجی یکسان مورد استفاده برای تجزیه عادی، محاسبه شود.

۳-۸ حدود کمیت‌گذاری

در روش متداول حاصل ضرب انحراف معیار مقادیر اندازه‌گیری شده در زمینه‌های اندازه‌گیری شده روی صافی‌های شاهد در عدد ۱۰، حدود کمیت‌گذاری را تنظیم می‌کند. با این حال، حضور ترکیبات بلورین مداخله‌گر موجب افزایش حد کمیت‌گذاری بازتابش‌های یک ماده مورد تجزیه خاص می‌شود.

یادآوری ۱- حد کمیت‌گذاری می‌تواند توسط پارامترهای دستگاهی نیز محدود شود. زیرا در شرایط استفاده از نمونه‌بردارهای با دبی جریان پایین (کمتر از چهار لیتر در دقیقه) جرم‌های تجزیه شده بر روی صافی‌ها (هنگام اندازه‌گیری ۰/۱ حدود مواجهه شغلی)، به حد تشخیص برخی از بازتابش‌های پراش پرتو ایکس نزدیک هستند. این موضوع نیز می‌تواند حد کمیت‌گذاری را فراتر از مقادیر به‌دست آمده از طریق برآوردهای متداول، افزایش دهد.

یادآوری ۲- در استاندارد EN 482 بیان می‌کند که حداکثر عدم قطعیت مجاز برای نمونه‌برداری و تجزیه اندازه‌گیری‌های بهداشت شغلی بین ۰/۱ تا ۰/۵ برابر حد مواجهه، باید در محدوده $\pm 50\%$ و برای تجزیه و نمونه‌برداری اندازه‌گیری‌های بهداشت شغلی بین ۰/۵ تا ۲ برابر حد مواجهه، در محدوده $\pm 30\%$ باشد. در ایالات متحده آمریکا NIOSH روش‌های آزمایشگاهی را ملزم به داشتن دقت گسترده $\pm 25\%$ و اریبی کمتر یا مساوی 10% نموده است [۱۷]. هر گونه اندازه‌گیری که میزان عدم قطعیت گسترده برآورد شده برای نمونه‌برداری و تجزیه در آن بیش‌تر از 50% باشد، با توجه به استاندارد EN 482 به هیچ وجه، یک اندازه‌گیری مناسب محسوب نمی‌شود.

۴-۸ عدم قطعیت

روش پیشنهاد شده برای برآورد عدم قطعیت اندازه‌گیری سیلیس بلورین قابل استنشاق در استاندارد ISO 24095 شرح داده شده است. در پیوست ج نمودارهایی ارائه شده است که معادلات مربوط به ارتباط بین نمونه‌برداری ترکیبی و عدم قطعیت را در شرایط اندازه‌گیری بر روی نمونه‌های واسنجی، معین می‌کنند. معادله مربوطه محاسبه درصد عدم قطعیت گسترده را برای جرم اندازه‌گیری شده در محدوده تجزیه‌ای بین $20 \mu\text{g}$ تا $300 \mu\text{g}$ ، میسر می‌کند.

۵-۸ تفاوت بین نمونه‌بردارها

۱-۵-۸ نمونه‌بردارها می‌توانند جرم‌های متفاوت و قابل توجهی از مواد را هنگام نمونه‌برداری هواویز یکسان، جمع‌آوری کنند. حتی با وجود این که بسیاری از نمونه‌بردارها طوری طراحی می‌شوند که عملکرد آن‌ها برای گرد و غبار قابل استنشاق، مطابق با تعریف ارائه شده در استاندارد ISO 7708 می‌باشد. هیچ نمونه‌برداری برای بخش قابل استنشاق وجود ندارد که عملکرد آن به‌طور کامل مطابق با منحنی ایده‌آل نهشت گرد و غبار باشد. این امر موجب می‌شود که بین جرم‌های جمع‌آوری شده گرد و غبار قابل استنشاق تفاوت وجود داشته باشد که بر روی نتایج به‌دست آمده از پراش پرتو ایکس تاثیر می‌گذارد.

۲-۵-۸ در پیوست ج عملکرد دسته‌ای از نمونه‌بردارهای مورد استفاده برای اندازه‌گیری سیلیس بلورین قابل استنشاق در سال ۲۰۱۰، مقایسه شده‌اند.

۶-۸ تفاوت‌های بین روش‌های تجزیه‌ای

در صورت استفاده از صافی نمونه‌برداری هوا با قطر ۲۵ mm روش تجزیه‌ای جایگزینی نیز وجود دارد. در این روش نمونه بدون هیچ‌گونه تصفیه‌ای برای بازیابی گرد و غبار و قرار دادن آن بر روی صافی تجزیه، تجزیه می‌شود (به استاندارد ملی ایران شماره ۱-۲۱۲۶۲ مراجعه شود). در روش واسنجی دستگاه و نیاز به استفاده از نمونه‌بردار مورد استفاده در نمونه‌برداری برای تهیه نمونه‌های واسنجی، تفاوت‌هایی وجود دارد. با در نظر

گرفتن عدم قطعیت نمونه‌برداری و تجزیه برای بسیاری از بافت‌ها (مواد زمینه) تفاوت نتایج بین روش‌های تجزیه‌ای معنادار نیست.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد (مطابق با استاندارد ISO 24095):

- ارجاع به استاندارد ملی ایران؛
- تمامی اطلاعات ضروری برای تعیین هویت کامل نمونه؛
- شرایط وسیله نمونه‌برداری مانند آسیب، بارگذاری بیش از حد و هرگونه گرد و غبار باقی‌مانده در محفظه مورد استفاده برای انتقال نمونه‌ها؛
- استاندارد گرد و غبار مورد استفاده برای واسنجی؛
- جرم ماده مورد تجزیه بر حسب میکروگرم؛
- عدم قطعیت گسترده برآورد شده؛
- حد تشخیص و در صورت مقتضی حد کمیت‌گذاری؛
- نام تجزیه‌گر؛
- نام و نشانی آزمایشگاه؛
- امضای مدیر آزمایشگاه یا نماینده تعیین شده توسط مدیر آزمایشگاه؛
- تاریخ انجام تجزیه؛
- نام و مدل دستگاه مورد استفاده برای تجزیه؛
- تعریف گزارش؛
- تداخل‌های موجود در هنگام تجزیه نمونه؛
- محدوده تجزیه‌ای استانداردهای واسنجی؛
- مرحله انبارش نمونه‌ها؛
- تمامی جزئیات عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده‌اند و یا به‌صورت اختیاری در نظر گرفته می‌شوند، همراه با جزئیات تمامی رخدادهایی که می‌توانند بر روی نتایج تاثیرگذار باشند.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

روش‌های تصفیه نمونه

حذف پارامترهای مداخله‌گر همیشه لازم نیست (برای مثال زمانی که عامل مداخله‌گر یک ترکیب ردیابی باشد).

الف-۱ کانی‌های رُس

کائولین یکی از رایج‌ترین نمونه کانی‌های مداخله‌گر است که می‌تواند در دماهای کم مانند 450°C تجزیه شود. دمای تجزیه سایر کانی‌های کائولین مانند ناکریت و دیکریت می‌تواند تا دماهای بالایی مانند $(50 \pm 650)^{\circ}\text{C}$ باشد. اگرچه برای خارج کردن کامل این کانی‌ها به دماهایی حدود 800°C نیاز است. به هنگام حرارت دادن کوآرتز تا دماهای بالاتر از 800°C و برای هر مدت زمانی باید دقت کرد. اگر چه دمای تبدیل از کوآرتز به کریستوبالیت حدود 1100°C است، اما تبدیل جزئی برخی نمونه‌ها نیز در دماهای بالای 800°C مشاهده شده است. برخی از نمونه‌های رُس از منابع صنعتی نیز می‌توانند حاوی کلسیت (سنگ آهک بلوری) باشند. کلسیت باید با استفاده از اسید رقیق و پیروی از دستورالعمل ارائه شده در بند الف-۳ پیوست الف، پیش از حرارت دادن نمونه‌ها در یک کوره، خارج شود. در دماهای پایینی مانند 500°C ، ولاستونیت می‌تواند از واکنش ناشی از کلسیت با سیلیس تشکیل شود. از کوره‌ای با محدوده دمایی $50 \pm^{\circ}\text{C}$ که برای بافت رُس مناسب است، استفاده کنید.

الف-۲ زغال‌سنگ و مواد کربنی مشابه

برخی از ترکیبات کربنی (مانند گرافیت یا آنتراسیت) و مواد آلی را می‌توان از طریق خاکسترسازی درون کوره‌ای با دمای حدود $(50 \pm 800)^{\circ}\text{C}$ ، خارج کرد. با این حال، فرآیند حرارت دادن می‌تواند به‌طور بالقوه سایر ترکیبات موجود در نمونه را اکسید کند (مانند آهن) و به پیچیدگی تجزیه بیفزاید.

الف-۳ خارج کردن ترکیبات حل شدنی در اسید

در صورت نیاز می‌توان کلسیت، دولومیت، سنگ گچ، آهن و اکسیدهای آن را با استفاده از هیدروکلریک اسید رقیق خارج کرد. آهن از قدرت جذب بالایی برای تابش پرتو ایکس مس برخوردار بوده و در صورتی که نمونه بیشتر هماتیت (سنگ آهن)، آهن مغناطیسی و یا فلز آهن باشد، خارج کردن آن سودمند خواهد بود.

الف-۳-۱ کلسیت، سنگ گچ، دولومیت و سایر کانی‌های مشابه

از یک صافی استفاده نشده با قطر مناسب برای استفاده در دستگاه پالایش (۲ mm) استفاده کنید.

دستگاه پالایش را با صافی ۲۵ mm راه‌اندازی کنید.

صافی نمونه هوا را درون قیف دستگاه پالایش قرار دهید.

۰٫۱ تا ۱ نرمال هیدروکلریک اسید را اضافه کرده و ۵ min تا ۸ min صبر کنید.

شرایط خلاء را روی صافی اعمال کنید.

صافی را خشک کرده و با پیروی از دستورالعمل ارائه شده در زیربند ۶-۵ کلمه آب را با حلال جایگزین کنید.

الف-۳-۲ آهن و ترکیبات آهن

صافی نمونه هوا را درون یک کوره یا خاکسترساز پلاسما تحت عمل قرار دهید تا صافی نمونه هوا خارج شده و فرصت دهید تا بوتله با بطری سرد شود.

مقدار ۵ ml تا ۱۰ ml از هیدروکلریک اسید ۰٫۱ تا ۱ نرمال را اضافه کنید.

اجازه دهید تا بوتله در مدت زمان مناسب تا دمای ۵۰ °C تا ۶۰ °C خنک شود (تقریباً دو ساعت).

نمونه را مجدداً مطابق با زیربند ۶-۶ رسوب‌گیری کنید و کلمه آب یوزن‌زدایی شده را با شناساگر جایگزین کنید.

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

مثالی از شرایط دستگاهی

جدول ب-۱- مثال هایی از شرایط دستگاهی برای پراش سنج Bragg-Brentano با آشکارسازهای حالت پایا

Cu Ka1(Å) 1,540 598 Ka2(Å) 1,544 426				لامپ پرتو ایکس ماده آند: نوع طول موج: Ka1(Å) Ka2(Å)
۵۰	۴۰	۵۰	۴۰	ولتاژ (kV)
۴۵	۴۰	۴۵	۴۰	جریان (mA)
خط پهن	خط طویل	خط پهن	خط پهن	نوع فاصله کانونی
۱۲	۱۲	۱۲	۱۲	طول (mm)
۲٫۰	۰٫۴	۲٫۰	۲٫۰	عرض (mm)
۱۷۳	۱۷۳	۲۴۰	۲۴۰	شعاع مسیر پرتو (mm)
۰٫۰۴	هیچکدام	۰٫۰۴	۰٫۰۴	دهانه باریکه سولر (رادیان)
				باریکه واگرایی نوع: ارتفاع (mm):
۱ درجه ثابت	۱ درجه ثابت	خودکار ۱۸	۱٫۲ درجه ثابت	
هیچکدام	هیچکدام	۲۰	۱۵	پهنای ماسک (mm)
۱	۱	۱	۱	حرکت چرخشی نمونه/ زمان چرخش (ثانیه)
۱۷۳	۱۷۳	۲۴۰	۲۴۰	مسیر پرتو پراش شده/ شعاع (mm)
				باریکه ضد تفرق نوع: ارتفاع (mm):
ثابت ۰٫۳ mm	ثابت ۰٫۲ mm	خوکار ۱۸	۱ درجه ثابت	
نامتقارن تخت ۱	نامتقارن تخت ۱	Diff. Beam Curved graphite هیچکدام	Diff. Beam Curved graphite هیچکدام	تک فام ساز نوع: شکل: تعداد بازتابش ها:
آشکارساز نقطه ای	آشکارساز نقطه ای	آشکارساز آرایه ای حالت پایا ۲٫۱۲	آشکارساز پیکسلی حالت پایا ۳٫۳۴۷	آشکارساز نوع: طول فعال (درجه):

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

پارامترهای جمع آوری اطلاعات

جدول ب-۱- پارامترهای جمع آوری اطلاعات

آشکارساز تناسبی/چشمکزن	آشکارساز آرایه‌ای	
از ۶ تا ۶۵ درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۱۵ ثانیه در هر گام	از ۶ تا ۶۵ درجه 20 در ۱ درجه 20/min	پویش کمی
از (۳۷٫۲ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۳۹٫۵ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۱۲۰ ثانیه در هر گام	از (۳۷٫۲ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۳۹٫۵ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۴ ثانیه در هر گام	مرجع نقره (۱۱۱) در ۳۸٫۲ درجه 20 و یا صفحه آلومنیومی در ۳۸٫۵ درجه 20
از (۲۷٫۶ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۲۵٫۶ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۱۸۰ ثانیه در هر گام	از (۲۷٫۶ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۲۵٫۶ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۸ ثانیه در هر گام	کوآرتز (۱۰۱) در ۲۶٫۶ درجه 20 شدت نسبی حدود ۱۰۰
از (۲۱٫۹ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۱۹٫۹ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۲۴۰ ثانیه در هر گام	از (۲۱٫۹ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۱۹٫۹ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۱۲ ثانیه در هر گام	کوآرتز (۱۰۰) در ۲۰٫۹ درجه 20 شدت نسبی حدود ۲۰
از (۵۱٫۲ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۴۹٫۲ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۲۴۰ ثانیه در هر گام	از (۵۱٫۲ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۴۹٫۲ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۱۲ ثانیه در هر گام	کوآرتز (۱۱۲) در ۵۰٫۲ درجه 20 شدت نسبی حدود ۱۲
از (۲۳٫۰ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۲۱٫۰ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۲۴۰ ثانیه در هر گام	از (۲۳٫۰ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۲۱٫۰ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۱۲ ثانیه در هر گام	کریستوبالیت (۱۰۱) در ۲۲٫۰ درجه 20 شدت نسبی حدود ۱۰۰
از (۳۷٫۴ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۳۵٫۱ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۲۴۰ ثانیه در هر گام	از (۳۷٫۴ ± ۰٫۳) درجه 20 تا (۳۵٫۱ ± ۰٫۳) درجه 20 در گام‌های ۰٫۰۲ درجه‌ای 20 برای حداقل ۱۲ ثانیه در هر گام	کریستوبالیت (۲۰۰) در ۳۶٫۱ درجه 20 و شدت نسبی حدود ۱۲ و کریستوبالیت (112) در ۳۶٫۱ درجه 20 و شدت نسبی حدود ۵

جدول ب-۱- پارامترهای جمع آوری اطلاعات (ادامه)

آشکارساز آرایه‌ای	آشکارساز تناسبی/چشمکزن	
از (30.4 ± 0.3) درجه 20 تا (32.4 ± 0.3) درجه 20 در گام‌های 0.2 درجه‌ای 20 برای حداقل ۲۴۰ ثانیه در هر گام	از (30.4 ± 0.3) درجه 20 تا (32.4 ± 0.3) درجه 20 در گام‌های 0.2 درجه‌ای 20 برای حداقل ۱۲ ثانیه در هر گام	کریستوبالیت (۱۰۲) در 31.4 درجه 20 شدت نسبی حدود ۹

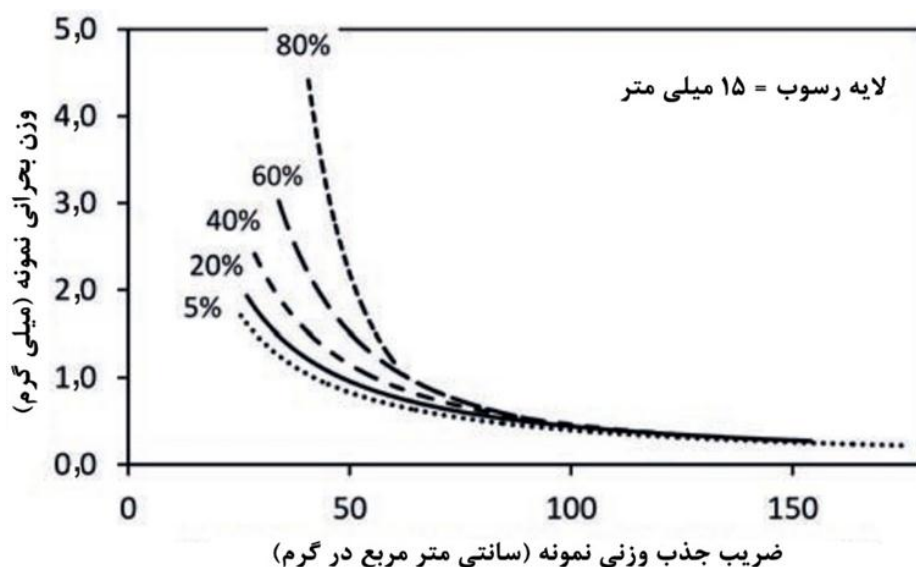
پیوست

(الزامی)

تصحیح‌های جذب

در صورتی که جرم لایه نشسته بر روی صافی تجزیه از جرم بحرانی بیش‌تر باشد، نتیجه به‌دست آمده توسط دستگاه را باید برای جذب تابش مس از بافت نمونه تصحیح کرد. از کاهش شدت بازتابش‌های پرتو ایکس یک نمونه صفحه‌ای برای اندازه‌گیری جذب استفاده می‌شود [۱۸].

در صورتی که میزان بارگذاری خیلی زیاد بوده و یا نسبت قابل توجهی از یک عنصر وجود داشته باشد که تابش اعمال شده برای تجزیه را جذب می‌کند، می‌توان مقادیر اندازه‌گیری شده سیلیس بلورین قابل استنشاق را تصحیح کرد تا اثرات جذبی پرتو ایکس تصحیح شود. جرم بحرانی یک نمونه (m_{cr}) مقداری است که در آن جرم محاسبه شده در روش پراش پرتو ایکس بدون تصحیح جذب، با یک حد آستانه معین از جرم واقعی نظری انحراف داشته باشد. حد آستانه در این روش روی انحراف 10% تنظیم شده است. در یک طول موج تابشی مشخص (نوعاً $CuK\alpha$)، جرم بحرانی نمونه برای یک کسر جرمی از کوآرتز به ناحیه نهشت نمونه بر روی صافی و ضریب جذب جرمی نمونه بستگی دارد. در شکل ت-۱ راهنمایی عملی برای بررسی جرم بحرانی نمونه و محدوده وسیعی از مشخصات نمونه‌ای امکان‌پذیر (برای تابش مس و استفاده از نمونه‌بردار سیکلونی) ارائه شده است (برای مثال در قطر نمونه جمع‌آوری شده روی صافی برابر با 18 mm و 21 mm). در این حالت‌ها ضریب جذب جرمی $100\text{ cm}^2/\text{g}$ (که معرف نمونه‌ای به شدت جاذب است)، در صورتی که جرم گرد و غبار روی صافی بیش از 1 mg (قطر لایه ته‌نشین شده: 21 mm) و یا 0.5 mg (قطر لایه ته‌نشین شده: 18 mm) باشد، به تصحیح جذب نیاز دارد. توصیه می‌شود که برای بکارگیری یک نمونه‌بردار خاص آزمون‌های خود را با توجه به روش ارائه شده در مطالعه Mecchia و همکارانش انجام دهید [۱۹].



شکل ت-۱- جرم بحرانی نمونه که در محدوده وسیعی از ضرایب جذب جرمی نمونه (تابش مس) موجب نادیده گرفتن ۱۰٪ تعیین غلظت کوآرتز می‌شود. نمودارهای مربوط به ۵٪ از کوآرتز در ترکیب، نشان داده شده است

در صورتی که نیاز به تصحیح جذب باشد، یک و یا هر دو بازتابش پرتو ایکس نقره (۱۱۱ یا ۲۰۰) قبل از نمونه‌برداری یا تجزیه نمونه روی صافی نقره اندازه‌گیری می‌شود. بازتابش‌های اصلی از یک صفحه سیلیکونی یا آلومنیومی را می‌توان برای تصحیح جذب استفاده کرد.

در صورت استفاده از صافی نقره به‌عنوان صافی تجزیه، شدت میانگین به‌دست آمده از روی پنج صافی شاهد از یک دسته یکسان را می‌توان به‌عنوان شدت اولیه‌ای که تحت تاثیر جذب قرار نداشته است، اندازه‌گیری کرد.

در صورت استفاده از صافی پلی‌کربنات به‌عنوان صافی تجزیه، آن را در بالای یک صافی نقره و یا سایر موادی که به‌عنوان یک صفحه استفاده می‌شود قرار داده و شدت را از روی بازتابش نقره (یا فلز مورد استفاده به‌عنوان صفحه پشت‌پوش) از طریق نمونه و صافی، اندازه‌گیری می‌کنیم. این امر به این دلیل امکان‌پذیر است که پلی‌کربنات پرتو ایکس مس را به میزان قابل توجهی جذب نمی‌کند.

در صورت استفاده از صافی پی‌وی‌سی نیز بهتر است بازتابش‌های صفحه از طریق هر یک از صافی‌ها قبل از نمونه‌برداری اندازه‌گیری شود. زیرا این نوع از صافی‌ها پرتو ایکس را به میزان قابل توجهی جذب می‌کنند.

شدت اندازه‌گیری با استفاده از معادله (ت-۱) برای رانش دستگاهی (I_{RCS^*}) تصحیح می‌شود. در این مثال از نقره برای ارزیابی کاهش شدت استفاده می‌شود:

$$I_{RCS^{**}} = I_{RCS^*} \left[-R \frac{\ln T}{(1 - T^R)} \right] \quad (ت-۱)$$

که در آن:

R به صورت نسبت زیر تعریف می شود:

$$\frac{\sin \theta_{Ag}}{\sin \theta_i} \quad (\text{ت-۲})$$

که در آن:

$\sin \theta_{Ag}$ سینوس زاویه θ خط نقره مورد استفاده برای تصحیح؛

$\sin \theta_i$ سینوس زاویه θ بازتابش پراش اندازه گیری شده برای ماده مورد تجزیه؛

$\ln T$ لگاریتم طبیعی انتقال است که به صورت زیر محاسبه می شود:

$$\frac{I_{Ag}}{I_{Ag}^0} \quad (\text{ت-۳})$$

که در آن:

I_{Ag} شدت اندازه گیری شده بازتابش نقره از طریق نمونه؛

I_{Ag}^0 نیز شدت بازتابش نقره قبل از قرار گرفتن گرد و غبار در بالای صافی های شاهد نقره و یا شدت میانگین پنج صافی شاهد نقره از دسته یکسان با صافی های نقره مورد استفاده در تصحیح است.

جرم نشان داده شده توسط شدت جذب تصحیح شده (I_{RCS}^{**}) با بکارگیری پارامترهای واسنجی محاسبه می شود.

مثال:

مثالی برای لایه ته نشین شده بر روی صافی پلی کربنات با صفحه پشت پوش آلومینیومی که برای تصحیح استفاده شده، در ذیل آمده است.

شدت اندازه گیری کوآرتز برای بازتابش (۱۰۰) (نقطه حداکثری ۲۰٫۹ درجه ۲۰) به صورت ۴۵٫۶ عدد در هر ثانیه (I_{RCS}^*) به دست آمده و نسبت شدت صفحه آلومینیومی که قبل و بعد از نمونه برداری محاسبه شده است برابر با ۰٫۸۶۳ می باشد.

بنابراین

$$\ln T = -0,1473$$

مقدار $\sin \theta$ برای بازتابش آلومینیوم در ۳۸٫۵ درجه ۲۰ برابر با ۰٫۳۲۹ و مقدار $\sin \theta$ برای بازتابش کوآرتز در ۲۰٫۹ درجه ۲۰ برابر با ۰٫۱۸ می باشد.

پس، مقدار R برابر با ۱٫۸۲ بوده و داریم:

$$I_{RCS**} = 45.6 \left[\frac{-1.82(-0.1473)}{(1 - 0.863^{1.82})} \right]$$

و

$I_{RCS**} = 45.6 \cdot 1.140 = 52.0$ عدد در ثانیه

پیوست ث

(آگاهی دهنده)

محدوده حدود تشخیص نوعی

جدول ث-۱- محدوده حدود تشخیص نوعی

کوآرتز			
۱۱۲	۱۰۱	۱۰۰	بازتابش پراش پرتو ایکس
۱۵ تا ۲۵	۳ تا ۹	۱۰ تا ۲۰	محدوده (μg)
کریستوبالیت			
۱۱۲ و ۲۰۰	۱۰۲	۱۰۱	بازتابش پراش پرتو ایکس
۳۵ تا ۶۰	۵۰ تا ۷۰	۵ تا ۱۵	محدوده (μg)

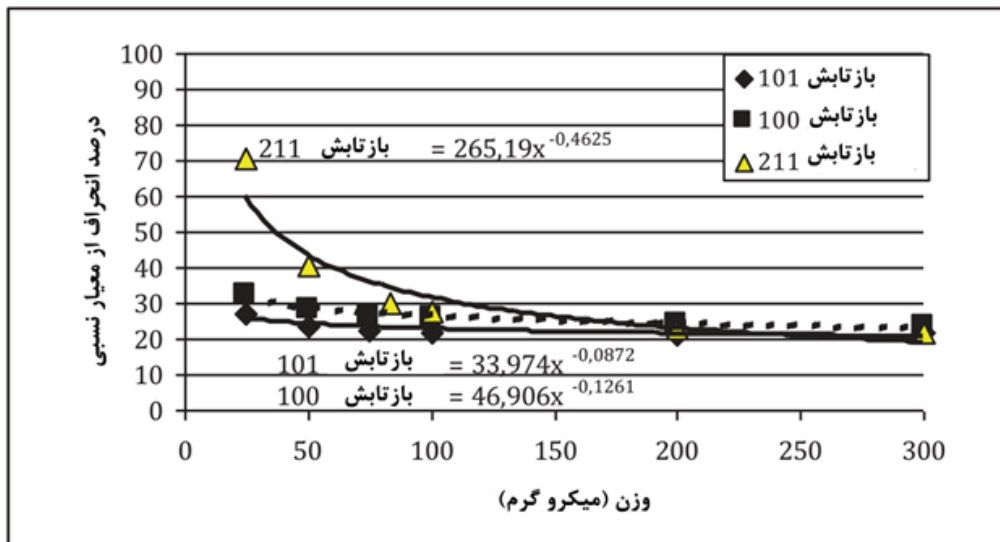
این حدود نوعی تشخیص مقادیری هستند که به اتفاق آرا از آزمایشگاه‌های بین‌المللی مختلف به دست آمده‌اند.

پیوست ج

(آگاهی‌دهنده)

عدم قطعیت گسترده نوعی برای روش مستقیم روی صافی

مثال ارائه شده در شکل ج-۱ از روی داده‌های مربوط به تجدیدپذیری به‌دست آمده‌اند که فرض می‌کند عدم قطعیت ناشی از نمونه‌برداری به مدت هشت ساعت در محدوده تجزیه‌ای، به‌طور ثابت ۱۰٫۱٪ می‌باشد. این داده‌ها از دستگاه پراش پرتو ایکس و با استفاده از باریکه‌های خودکاری که مساحتی ۱۸ mm را مورد تابش قرار می‌دهند، به‌دست می‌آیند و در صورت استفاده از باریکه‌های ثابت می‌توانند متفاوت باشند.



شکل ج-۱- عدم قطعیت گسترده (شامل نمونه‌برداری با یک چرخانه SIMPEDS) برای سه بازتابش اصلی کوآرتز بر روی صافی‌های نقره

عدم قطعیت با توجه به استاندارد ISO 24095 تعیین شده است.

پیوست چ

(آگاهی‌دهنده)

تفاوت بین نمونه‌بردارها

حتی در یک شرکت یکسان نیز معمول نیست که از نمونه‌بردارهای متفاوت برای ارزیابی یک مأموریت یکسان استفاده شود. در برخی از روش‌های ملی طیفی از نمونه‌بردارها ذکر شده‌اند و اگرچه هر یک از نمونه‌بردارها مطابق با منحنی نفوذ نمونه‌برداری غبار قابل استنشاق در استاندارد ISO 7708 طراحی می‌شوند و بسیاری از آن‌ها در انطباق نزدیکی قرار دارند، اما هیچ یک از آن‌ها عملکرد یکسانی ندارند. با توجه به این که تفاوت در عملکرد جرم غبار جمع شده توسط نمونه‌بردار را تحت تاثیر قرار می‌دهد، می‌تواند موجب بروز تفاوت در جرم اندازه‌گیری شده ماده مورد تجزیه و در نتیجه تفاوت در نتایج آزمایشگاه‌ها برای سیلیس بلورین قابل استنشاق شود. در جدول زیر عملکرد نمونه‌بردارهای قابل استنشاق که به‌طور رایج با روش مستقیم روی صافی و برای تجزیه سیلیس بلورین قابل استنشاق مورد استفاده قرار می‌گیرند، در شرایط آزمون در محفظه هوای آرام با سرعت باد کم (0.3 m/s یا کمتر)، مقایسه شده است. تفاوت‌ها به مقدار اجماع شده تمامی نمونه‌بردارها در اجرای آزمایشی مربوط هستند. نتایج بر اساس نمونه‌برداری گرد و غبار متوسط جاده آریزونا (ARD) به‌دست آمده‌اند که حاوی درصد بالایی از کوآرتز می‌باشد. به‌طور کلی، عملکرد نمونه‌بردارها به سرعت باد و میانه و انحراف معیار محدوده اندازه ذرات بستگی دارد. بنابراین این نتایج شاخص هستند.

جدول چ-۱- تفاوت نمونه‌بردارها در غلظت میانگین هوا در هوای آرام [۲۰]

متغیر	دبی جریان l/min	تفاوت	سطح اطمینان ۹۵٪	تفاوت	سطح اطمینان ۹۵٪
نمونه‌بردار			ARD متوسط		ARD خیلی ریز
SKC conductive	۲٫۲	+ ۳۴٫۰٪	± ۱۱٫۰٪	+ ۲۴٫۳٪	± ۱۱٫۴٪
SKC غیر خورنده	۲٫۲	+ ۵٫۵٪	± ۱۳٫۱٪	+ ۳٫۱٪	± ۸٫۱٪
Envirocon GX-1	۲٫۲	+ ۴٫۰٪	± ۷٫۸٪	+ ۱٫۵٪	± ۸٫۰٪
SIMPEDS	۲٫۲	+ ۳٫۵٪	± ۹٫۲٪	- ۶٫۱٪	± ۴٫۷٪
BCIRA	۲٫۲	- ۰٫۶٪	± ۱۰٫۲٪	- ۳٫۶٪	± ۸٫۰٪
GS3	۲٫۷۵	- ۱۰٫۵٪	± ۸٫۸٪	- ۹٫۲٪	± ۴٫۸٪
IOM با PUF	۲٫۰	- ۱۹٫۰٪	± ۷٫۰٪	- ۱۷٫۹٪	± ۵٫۸٪

نمونه‌بردارهای فهرست شده در این جدول جامع نیستند. نمونه‌بردارها باید با صافی‌های ۲۵ mm استفاده شده و با الزامات استاندارد ISO 7708 انطباق داشته باشند. این نتایج برای دبی‌های جریان مشخص شده توسط فروشنده قابل کاربرد بوده و در صورت استفاده از یک دبی جریان دیگر می‌تواند متفاوت باشد. لطفاً توجه داشته باشید که این نتایج در شرایط هوای آرام استفاده شده در آزمون قابل کاربرد بوده و در محیط‌های کار ممکن است به دلیل توزیع اندازه ذرات و شرایط محیطی متفاوت، عملکردهای متغیری به دست آید.

در انتشارات مربوط به عملکرد نمونه‌بردارهای گرد و غبار قابل استنشاق، به استاندارد ASTM 1565 (STP) تحت عنوان «سیلیس و ذرات کانی قابل استنشاق همراه آن» مراجعه شود.

کتابنامه

- [1] ISO 3534-1:2006, Statistics- Vocabulary and symbols- Part 1: General statistical terms and terms used in probability
- [2] ISO 11095, Linear calibration using reference materials
- یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۵۴۲، سال ۱۳۸۹، کالیبراسیون خطی با استفاده از مواد مرجع، با استفاده از استاندارد ISO 11095: 1996 تدوین شده است.
- [3] ISO 11843-1: 1997, Capability of detection- Part 1: Terms and definitions
- یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۹۲۹۹، سال ۱۳۸۶، قابلیت تشخیص- قسمت ۱: اصطلاحات و تعاریف، با استفاده از استاندارد ISO 11843-1: 1997 تدوین شده است.
- [4] ISO 11843-2: 2000, Capability of detection- Part 2: Methodology in the linear calibration case
- یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲-۹۲۹۹، سال ۱۳۸۶، قابلیت تشخیص- قسمت ۲: روش‌شناسی در مورد کالیبراسیون خطی، با استفاده از استاندارد ISO 11843-2: 2000 تدوین شده است.
- [5] BN 482, Workplace exposure – General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents
- [6] EN 1540:2011, Workplace exposure – Terminology
- [7] CEN/TR 15230, Workplace atmospheres - Guidance for sampling of inhalable, thoracic and respirable aerosol fractions
- [8] EN 13205, Workplace exposure – Assessment of sampler performance for measurement of airborne particle concentrations
- [9] EN 481, Workplace atmospheres – Size fraction definitions for measurement of airborne particles
- [10] Stacy P., & Thorpe A. Testing of high flow rate respirable samplers to assess the technical feasibility of measuring 0.05 mg.m⁻³ respirable crystalline silica. HSE Research Report/RR825, 148 p. London: Health and Safety Executive, 2010. Available (2013-03-28) at: <http://www.hse.gov.uk/research/rrpdf/rr825.pdf>
- [11] Baron P.A., Khanina A., Martinez A.B., Grinshpun S.A. Investigation of Filter Bypass Leakage and a Test for Aerosol Sampling Cassettes. Aerosol Sci. Technol. 2002, **36** pp. 857–865
- [12] Van den Heever D.J. Quantification of Bypass Leakage in Two Different Filter Cassettes during Welding Fume Sampling. Am. Ind. Hyg. Assoc. J. 1994, **55** pp. 966–969
- [13] Dobson L.R., Reichman L., Popp D. Evaluation of Quartz Residue on Cassette Interiors of AIHA Proficiency Samples. J. ASTM Int. 2005, **2** (4) pp. 1–6

- [14] Kunkar C., Incocciati E., Mecchia M., Gargaro G. Aerosol sampling in workplaces: losses of material in silver filter transportation. *Italian J. Occup. Hyg.* 2010, **1** pp. 118–124
- [15] MDHS. 101, Crystalline silica in respirable airborne dusts – Direct on-filter analyses by infrared spectroscopy and X-ray diffraction. Available (2013-03-28) at: <http://www.hse.gov.uk/pubns/mdhs/pdfs/mdhs101.pdf>
- [16] Stacey P., Kauffer E., Moulut J.C., Dion C., Beauparlant M., Fernandez P. An International Comparison of the Crystallinity of Calibration Materials for the Analysis of Respirable α -Quartz using X-Ray Diffraction and a Comparison with Results from the Infrared KBr Disc Method. *Ann. Occup. Hyg.* 2009, **53** pp. 639–649
- [17] National Institute of Safety and Health. NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM®), 4th ed. DHHS (NIOSH) Publication 94-113 (August, 1994), 1st Supplement Publication 96-135, 2nd Supplement Publication 98-119, 3rd Supplement 2003-154, Chapter E, Quality Assurance, <http://www.cdc.gov/niosh/nmam/pdfs/chapter-e.pdf>
- [18] Altree-Williams S., Lee J., Mezin N.V. Quantitative X-ray Diffractometry on Respirable Dust Collected on Nuclepore Filters. *Ann. Occup. Hyg.* 1977, **20** pp. 109–126
- [19] MECCHIA M., PRETORIUS C., STACY P., MATTENKLOTT M., INCOCCIATI E. X-Ray absorption effect in aerosol Samples Collected on Filter Media. In: *Silica and Associated Respirable Mineral Particles*. In: *Silica and Associated Respirable Mineral Particles*, STP 1565, (Harper M., & Lee T. eds.). ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013, pp. 139–68.
- [20] Stacey P., Mecchia M., Verpaele S., Pretorius C., Key-Schwartz R., Mattenklott M. Differences Between Samplers for Respirable Dust and the Analysis of Quartz - An International Study. In: *Silica and Associated Respirable Mineral Particles*, STP 1565, (Harper M., & Lee T. eds.). ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013, pp. 73–102.
- [21] MDHS. 14/4 General methods for sampling and gravimetric analysis of respirable, thoracic and inhalable aerosols. Available 2014-09-30 at <http://www.hse.gov.uk/pubns/mdhs/pdfs/mdhs14-4.pdf>
- [22] AFNOR. NF X 43-295 Détermination par rayons X de la concentration de dépôt alvéolaire de silice cristalline. Echantillonnage par dispositif à coupelle rotative. La Plaine Saint Denis. Association Française de Normalisation, France, 1995