



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۷۱۰۹

تجدیدنظر اول

۱۳۹۴

INSO

7109

1st. Revision

2016

کیفیت آب – اندازه گیری هیدرازین –
روش آزمون

**Water quality — Determination of
hydrazine — Test method**

ICS:13.060.50



به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

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

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال 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 می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در 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 میدهد به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و 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 Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission



کمیسیون فنی تدوین استاندارد
«کیفیت آب – اندازه‌گیری هیدرازین – روش آزمون»
(تجدید نظر اول)

رئیس:

عدل نسب، لاله
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بیگدلی، داوود
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه پیرایه زیست قزوین

دیانی، مریم
(کارشناس صنایع غذایی)

آزمایشگاه پیشگامان کیفیت پارت

ردائی، احسان
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

صنعتگر، الهام
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

علیائی، احسان
(دکتری مهندسی آب)

شرکت آب منطقه‌ای همدان

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

دانشگاه بوعلی سینا همدان



فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ تداخلات
۲	۶ وسایل
۲	۷ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۸ نمونه‌برداری
۳	۹ کالیبراسیون
۴	۱۰ روش انجام آزمون
۴	۱۱ محاسبات
۵	۱۲ دقت و اریبی
۶	۱۳ کنترل کیفیت
۷	پیوست الف (اطلاعاتی) کتاب‌نامه



پیش‌گفتار

استاندارد «کیفیت آب - اندازه‌گیری هیدرازین - روش آزمون» نخستین بار در سال ۱۳۸۲ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت رویان پژوهان سینا و تایید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در یک هزار و چهارصد و سی و چهارمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۲۵ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۰۹ سال ۱۳۸۲ است.

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

ASTM D1385: 2013, Standard Test Method for Hydrazine in Water

مقدمه

هیدرازین یک ماده شیمیایی سنتزی می باشد که در آب های طبیعی وجود ندارد. هیدرازین به طور معمول در مورد آب دیگ های بخار، آب های فرآیند شیمیایی و دیگر آب ها جهت جلوگیری از خوردگی توسط اکسیژن محلول در آب مورد استفاده قرار می گیرد. این ماده احیاء کننده، با اکسیژن محلول در آب واکنش می دهد و تولید نیتروژن و آب می کند. با این حال تحت شرایط خاص، هیدرازین به آمونیاک و نیتروژن نیز تبدیل می شود. استفاده عمده از هیدرازین در دیگ های بخار با فشار بالا برای جاروب کردن مقادیر کمتر اکسیژن محلول می باشد که توسط هوادهی مکانیکی حذف نشده اند. برتری هیدرازین نسبت به سولفیت ها در این است که هیچگونه ماده جامد محلول در آب دیگ های بخار، تولید نمی شود. هیدرازین اغلب در مقادیر کمتر از 0.1 mg/l اندازه گیری شده است ولی در محلول های ذخیره شده، جهت حفاظت بویلرهای بلااستفاده، غلظت آن ممکن است به حدود 200 mg/l نیز برسد. در شرایط کاهش به ویژه در سامانه های فلزی، هیدرازین حفاظت از آلیاژهای مس را فراهم می کند. هیدرازین یک ماده مشکوک به سرطان زایی می باشد و سازمان ایمنی شغلی (OSHA)¹ مقدار حداکثر غلظت مجاز آن را در هوا 1 mg/l تعیین کرده است. در محلول آبی، هیدرازین در حضور هوا در یک زمان نسبتاً کم، تبدیل به نیتروژن و آب می گردد.

کیفیت آب - اندازه‌گیری هیدرازین - روش آزمون

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری اقدامات ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مقدار هیدرازین موجود در آب دیگ‌های بخار، کندانسورها، آب‌های طبیعی و چاه که با هیدرازین واکنش می‌دهند به روش رنگ‌سنجی می‌باشد. این استاندارد برای تعیین هیدرازین در گستره $5 \mu\text{g/l}$ تا $200 \mu\text{g/l}$ کاربرد دارد. این گستره با انجام اندازه‌گیری‌های فتومتری در طول موج 458 nm در یک سل 50 mm به دست آمده است. غلظت‌های بالاتر هیدرازین را می‌توان با رقیق‌سازی بیشتر محلول اندازه‌گیری کرد.

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 موردنظر 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 موردنظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۴۷، روش نمونه‌برداری آب
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۰۶۳، توصیف و عملکرد اندازه‌گیری طیف‌سنج‌های نوری مرئی و ماوراء بنفش
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۵۲۷، کیفیت آب - نمونه‌برداری بخار
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۷۵۰، نگارش مشخصات کنترل کیفیت برای روش‌های آزمون آب-آیین کار

2-6 ASTM D1129, Terminology Relating to Water

2-7 ASTM D5810, Guide for Spiking into Aqueous Samples

2-8 ASTM E60, Practice for Analysis of Metals, Ores, and Related Materials by Spectrophotometry

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ASTM D1129 به کار می‌رود.

۴ اصول آزمون

هنگامی که محلول پارا-دی‌متیل آمینو بنزآلدهید در متانول و هیدروکلریک اسید به هیدرازین در محلول هیدروکلریک اسید رقیق اضافه می‌شود، ترکیب زرد رنگ پارا-دی‌متیل آمینو بنزال آزین ایجاد خواهد شد که شدت رنگ آن متناسب با غلظت هیدرازین است و در گستره غلظت $5 \mu\text{g/l}$ تا $200 \mu\text{g/l}$ هیدرازین از قانون بیر لامبرت تبعیت می‌کند.

۵ تداخلات

۱-۵ موادی که به طور معمول در آب‌های صنعتی موجود می‌باشند، موجب تداخل در این روش آزمون نمی‌شود، با این حال مقدار هیدرازین ممکن است توسط عوامل اکسیدکننده از قبیل کلر، برم و ید (که با نمونه جمع‌آوری شده یا قبل از آزمون با آن جذب می‌شوند) کاهش یابد.

۲-۵ رنگ‌ها نیز ممکن است در طول موج 458 nm مانند سایر رنگ‌های تیره یا کدورت‌هایی که نمی‌توان بر آن غلبه کرد، تداخل ایجاد کنند.

۳-۵ همچنین آمین‌های آروماتیک مثل آنیلین نیز سبب تداخل می‌شوند.

۶ وسایل

۱-۶ فتومتر، یک اسپکتروفومتر برای اندازه‌گیری در طول موج 458 nm با قابلیت نگه‌داری سل‌هایی با طول مسیر نوری 50 mm مورد استفاده قرار می‌گیرد. صافی فوتومترها و روش‌های فتومتری مذکور در این استاندارد باید با الزامات مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره 16063 و ASTM E60 مطابقت داشته باشد.

۲-۶ فتومترهایی با صافی فتوالکتریک خاص قادر هستند اندازه‌گیری را در طول موج 425 nm به جای 458 nm انجام دهند. در صورت اندازه‌گیری در طول موج 425 nm ، حساسیت آن تقریباً 50% نسبت به آنچه در طول موج 458 nm انجام می‌شود کمتر است.

۳-۶ دستگاه‌هایی که غلظت را به صورت مستقیم نشان می‌دهند، می‌توانند مورد استفاده قرار گیرند. در صورت استفاده از دستگاه‌های مذکور از دستورالعمل سازنده پیروی می‌شود.

۷ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۷ خلوص مواد

در طول تجزیه، فقط از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید، مگر اینکه نوع دیگری مشخص شده باشد.



۲-۷ خلوص آب

به غیر از موارد بیان شده، باید از آب درجه ۳ مطابق با الزامات مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده می‌شود.

۳-۷ محلول ذخیره هیدرازین استاندارد ($1,0 \text{ ml} = 100 \mu\text{g N}_2\text{H}_4$)

مقدار $0,328 \text{ g}$ دی هیدروکلرید هیدرازین ($\text{HCl} \cdot \text{NH}_2 \cdot \text{NH}_2 \cdot \text{HCl}$) را در حجم 100 ml آب و 10 ml هیدروکلریک اسید با وزن مخصوص $1,19$ حل کنید. محلول فوق را با آب در یک بالن حجمی یک لیتری رقیق کرده و مخلوط کنید (هشدار- به یادآوری بند ۷-۴ مراجعه کنید).

۴-۷ محلول استاندارد هیدرازین ($1,0 \text{ ml} = 0,500 \mu\text{g N}_2\text{H}_4$)

مقدار 5 ml محلول ذخیره هیدرازین (بند ۷-۳) را با آب به حجم یک لیتر رسانده به خوبی مخلوط کنید. این محلول را هنگام استفاده تهیه و بلافاصله مصرف نمایید.

یادآوری- هیدرازین یک ماده مشکوک به سرطان زایی می‌باشد و توصیه می‌شود، در هنگام جابه‌جایی اقدامات احتیاطی لازم را انجام دهید [۱].

۵-۷ هیدروکلریک اسید غلیظ (با وزن مخصوص $1,19$)

۶-۷ محلول پارا - دی‌متیل آمینو بنزآلدئید

مقدار 4 g پارا - دی‌متیل آمینو بنزآلدئید ($(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{CHO}$) را در 200 ml متیل الکل و 20 ml هیدروکلریک اسید حل کنید. محلول را در یک بطری تیره و دور از نور مستقیم خورشید نگه‌داری کنید.

۸ نمونه‌برداری

۱-۸ نمونه‌برداری را مطابق با استانداردهای ملی ایران شماره ۲۳۴۷ و ۱۶۵۲۷ انجام دهید.

هشدار- به یادآوری بند ۷-۴ مراجعه کنید.

۲-۸ مقدار 1 ml از هیدروکلریک اسید غلیظ را به یک بالن حجمی با ظرفیت 100 ml منتقل کنید و بلافاصله با پیپت 50 ml از نمونه را به بالن حجمی اضافه کرده و با آب مقطر به حجم برسانید. به طور همزمان یک شاهد از آب مقطر تهیه کنید.

۳-۸ در صورتی که غلظت هیدرازین در آب، بیشتر از $200 \mu\text{g/l}$ باشد باید حجم کمتری از نمونه را انتخاب کنید.

۹ کالیبراسیون

۱-۹ یک سری از محلول‌های استاندارد هیدرازین را با افزودن به ترتیب 0 ml ، 5 ml ، 10 ml ، 25 ml ، 50 ml ، 100 ml و 200 ml محلول استاندارد هیدرازین ($1 \text{ ml} = 0,5 \mu\text{g N}_2\text{H}_4$) به بالن‌های حجمی 500 ml آماده کنید. سپس 5 ml از هیدروکلریک اسید را به هر بالن افزوده و با آب مقطر به حجم



رسانده و به خوبی مخلوط کنید. به این ترتیب محلول‌های استاندارد حاوی $0 \mu\text{g/l}$ ، $5 \mu\text{g/l}$ ، $10 \mu\text{g/l}$ ، $25 \mu\text{g/l}$ ، $50 \mu\text{g/l}$ و $100 \mu\text{g/l}$ و $200 \mu\text{g/l}$ هیدرازین حاصل می‌شود.

۲-۹ مقدار 50 ml از هر کدام از محلول‌های استاندارد هیدرازین را با پیپت 50 ml به بشرهای خشک و تمیز 100 ml یا بالن‌های حجمی منتقل کنید و سپس مطابق با بند ۱۰-۲ ادامه دهید. نمودار مقدار جذب را بر حسب $\mu\text{g/l}$ هیدرازین رسم کنید.

۳-۹ منحنی کالیبراسیون باید به صورت جداگانه برای هر فتومتر رسم شود و در صورت نیاز به هرگونه تغییر در سل، لامپ یا صافی دستگاه یا هرگونه تغییرات دیگر در دستگاه یا مواد شیمیایی، باید کالیبراسیون مجدد صورت گیرد. منحنی را برای هر سری از آزمون‌ها با آزمون دو یا چند محلول هیدرازین با غلظت مشخص کنترل کنید.

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ به وسیله پیپت، 50 ml از محلول شاهد، محلول‌های استاندارد و نمونه رقیق شده اسیدی را به بشرها یا بالن‌های حجمی خشک و تمیز 100 ml منتقل کنید.

۲-۱۰ 10 ml از محلول پارا - دی‌متیل آمینو بنزآلدئید را به وسیله پیپت به بشر یا بالن حجمی افزوده و به خوبی مخلوط کنید.

۳-۱۰ بعد از حداقل 10 دقیقه و حداکثر 100 دقیقه، مقدار جذب رنگ هر کدام از محلول‌ها را در طول موج 458 nm و در یک سل 50 mm ، با یک اسپکتروفوتومتر اندازه‌گیری کنید. از محلول شاهد برای تنظیم اولیه دستگاه در مقدار صفر استفاده کنید. در صورتی که دستگاه قادر به خوانش مستقیم غلظت باشد، دستگاه را با محلول‌های استاندارد جهت خوانش مستقیم غلظت کالیبره کنید.

۴-۱۰ مقدار هیدرازین را بر حسب $\mu\text{g/l}$ به کمک مقدار جذب به دست آمده برای نمونه از طریق منحنی کالیبراسیون یا خوانش مستقیم غلظت هیدرازین تعیین کنید.

۱۱ محاسبات

۱-۱۱ مقدار هیدرازین در نمونه را بر حسب $\mu\text{g/l}$ با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$\text{مقدار هیدرازین } (\mu\text{g/l}) = \frac{A \times B}{C} \quad (1)$$

که در آن:

A مقدار هیدرازین مشخص شده به وسیله منحنی کالیبراسیون یا خوانده شده از دستگاه به صورت مستقیم، بر حسب $\mu\text{g/l}$ ؛

B حجم بالن حجمی بر حسب ml ، که در آن نمونه مطابق بند ۸-۲ رقیق شده است؛

C حجم نمونه بر حسب ml ، مطابق بند ۸-۲.

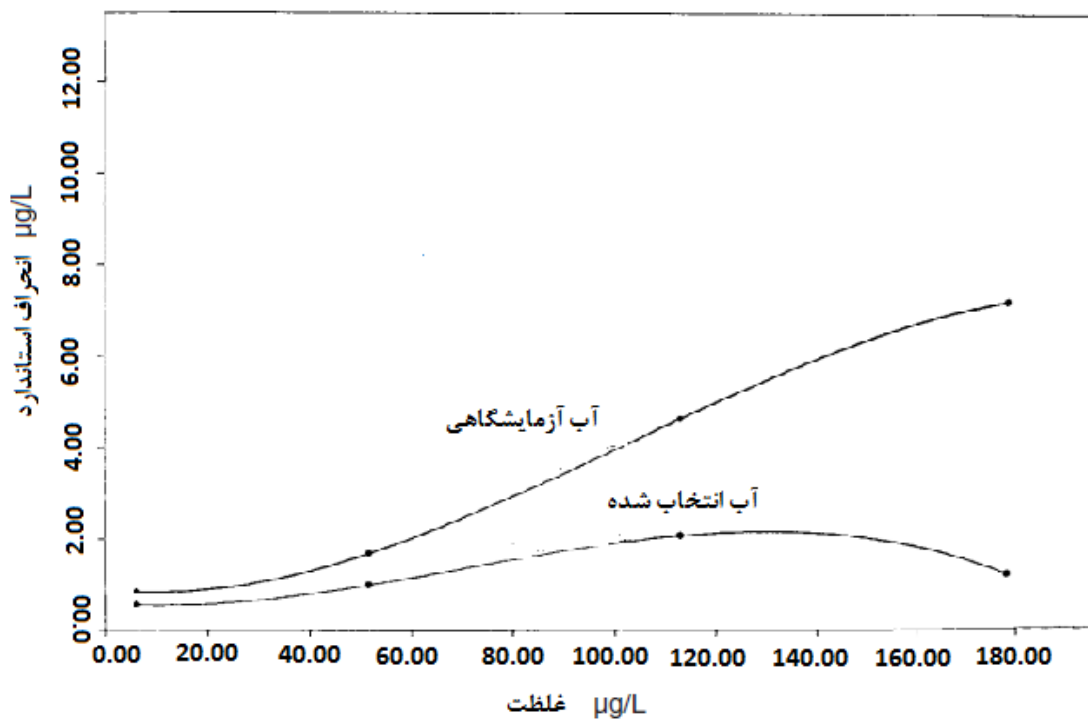
۱۲ دقت و اریبی

۱-۱۲ دقت این روش آزمون، با مشارکت هفت آزمایشگاه مختلف در مورد آب آزمایشگاهی، کندانس^۱، آب چاه و آب طبیعی مورد آزمون قرار گرفته است. سه آزمایشگاه داده‌های به دست آمده به وسیله دو کاربر را گزارش نموده‌اند.

۲-۱۲ دقت کلی این روش آزمون، همانگونه که در شکل ۱ نشان داده شده است، در گستره غلظتی مشخص شده برای آب آزمایشگاهی و آب انتخاب شده با مقادیری که آزمون شده است متفاوت می‌باشد.

۳-۱۲ داده‌های بازیابی و اریبی برای این روش آزمون در جدول شماره ۱ ارائه شده است.

۴-۱۲ این داده‌ها ممکن است قابل کاربرد برای آب‌های سایر منابع نباشند. بنابراین صحت این روش آزمون برای سایر منابع به عهده آنالیزکننده است.



شکل ۱- دقت برای هیدرازین

۱ - آب حاصل از تراکم بخار

جدول ۱ - بازیابی و اریبی

مقدار هیدرازین اضافه شده به آب (µg/l)	مقدار به دست آمده از آزمون (µg/l)	اریبی %	معنی داری در سطح اطمینان ۹۵٪
آب آزمایشگاهی نوع II			
۶۰۴۱	۵,۸۹۱	-۲,۵	نیست
۵۱,۵۷	۵۱,۵۴	-۰,۱	نیست
۱۷۷,۸	۱۷۸,۱	۰,۲	نیست
۱۱۲,۹	۱۱۳,۲	۰,۳	نیست
آب طبیعی مورد آزمون			
۶۰۴۱	۵,۹۳۵	-۱,۷	نیست
۵۱,۵۷	۵۰,۷۷	-۱,۶	نیست
۱۷۷,۸	۱۷۶,۲	-۰,۹	است
۱۱۲,۹	۱۱۱,۲	-۱,۵	نیست

۱۳ کنترل کیفیت

۱-۱۳ به منظور اطمینان از صحت و دقت مقادیر تجزیه‌ای به دست آمده در سطح اطمینان این روش، روش‌های QC^۱ زیر باید در هنگام اجرای آزمون انجام شود.

۱۳-۲ کالیبراسیون و تایید کالیبراسیون

۱۳-۲-۱ در هنگام شروع این روش، یک استاندارد تایید کالیبراسیون اولیه (CVS)^۲ باید به منظور بررسی استانداردهای کالیبراسیون و عملکرد قابل قبول دستگاه استفاده شود. توصیه می‌شود این تایید در هر روز تجزیه انجام شود. استاندارد تایید کالیبراسیون اولیه، محلولی از گونه مورد آزمون با غلظت مشخص (میانگستره کالیبراسیون) می‌باشد که جهت غنی‌سازی آب مورد مصرف در آزمایشگاه استفاده می‌شود. اگر غلظت‌های CVS تعیین شده در $\pm 15\%$ نتایج مشخص شده نباشد، توصیه می‌شود کاربر مجدد CVS را تجزیه کند. در صورتی که نتایج خارج از محدوده قابل قبول باشد، یک منحنی کالیبراسیون جدید مطابق با CVS قابل قبول، قبل از ادامه تجزیه مورد نیاز می‌باشد.

۱۳-۲-۲ یک CVS باید با هر بچ نمونه (حداکثر ۲۰ نمونه) جهت بررسی منحنی‌های کالیبراسیون رسم شده قبلی آزمون شود. اگر غلظت‌های گونه مورد آزمون خارج از حدود قابل قبول باشد ($\pm 15\%$)، گونه مورد آزمون خارج از کنترل در نظر گرفته شده و منبع مشکل باید قبل از ادامه تجزیه شناسایی شود.

1- Quality Control

2- Calibration verification standard

۳-۱۳ اثبات اولیه توانمندی آزمایشگاه (IDP)^۱

آزمایشگاه استفاده کننده از این روش آزمون باید اثبات اولیه توانمندی آزمایشگاه را انجام دهد. محلول IDP را با هفت بار تکرار آزمون کنید. این محلول حاوی گونه‌های مورد آزمون با غلظت مشخص می‌باشد که از منابع مختلف با استانداردهای کالیبراسیون آماده شده و جهت غنی‌سازی آب مورد استفاده در آزمایشگاه استفاده می‌شود. در حالت ایده‌آل محلول IDP باید با منابع مستقل از مواد مرجع آماده شود. انحراف استاندارد و میانگین هفت مقدار، محاسبه شده و مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۷۵۰ مقایسه می‌شود.

۴-۱۳ نمونه کنترل آزمایشگاهی (LCS)^۲

یک نمونه کنترل آزمایشگاهی باید با هر بیچ نمونه (حداکثر ۲۰ نمونه) تجزیه شود. LCS، محلولی با غلظت مشخص از گونه مورد آزمون می‌باشد که برای بررسی ماتریس^۳ روش آزمون اضافه می‌شود. یک ماتریس سنتزی (برای مثال آب آشامیدنی یا فاضلاب) در سطح محلول IDP (به عنوان مثال یک LCS مناسب) با گونه مورد آزمون غنی می‌شود. بازیابی‌های گونه مورد آزمون برای LCS باید در حدود کنترل ($x \pm 3S$) باشد.

۵-۱۳ یک محلول شاهد باید در هنگام رسم منحنی‌های کالیبراسیون اولیه تجزیه شود. همچنین این شاهد باید با هر بیچ نمونه (حداکثر ۲۰ نمونه) جهت کنترل آلودگی‌های سامانه یا نمونه تجزیه شود.

۶-۱۳ غنی‌سازی ماتریس (MS)^۴

غنی‌سازی یک ماتریس باید با هر بیچ نمونه (حداکثر ۲۰ نمونه) با بازیابی روش آزمون انجام شود. MS باید مطابق با استاندارد ASTM D5810 آماده شود. بخشی از آب یا دیگر نمونه‌ها از هر بیچ را با گونه‌های مورد آزمون در سطح محلول IDP غنی کنید. درصد بازیابی غنی‌سازی باید در حدود ایجاد شده از داده‌های مطالعات دقت و اریبی بین آزمایشگاهی (با فرض زمینه صفر) مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۷۵۰ باشد.

۷-۱۳ تکرار

یک تکرار ماتریس (MD)^۵ باید با هر بیچ نمونه (حداکثر ۲۰ نمونه) با دقت روش آزمون انجام شود. در صورتی که در تمام نمونه‌های مورد تجزیه غیرقابل تشخیص باشد، تکرار غنی‌سازی ماتریس باید به جای آن اجرا شود. دقت تجزیه‌های تکراری باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۷۵۰ مقایسه شده و نزدیک به مقادیر S_0 ایجاد شده از داده‌های مطالعات دقت و اریبی بین آزمایشگاهی از هرگونه مورد آزمون باشد.

1- Initial demonstration of performance
2- Laboratory Control Sample
3-Matrix
4- Matrix Spike
5- matrix duplicate



۸-۱۳ مواد مرجع مستقل (IRM)^۱

به منظور بررسی مقادیر کمی ایجاد شده با این روش آزمون، یک ماده مرجع مستقل، ارسال شده به آزمایشگاه به عنوان نمونه عادی (در صورت عملی بودن) باید در هر سه ماه تجزیه شود. غلظت IRM باید در دامنه تعریف شده در بند ۱-۱ باشد. مقادیر به دست آمده باید در حدود مشخص شده با منابع خارجی باشد.

1- Independent Reference Material



پیوست الف
(اطلاعاتی)
کتابنامه

- [1] MacEwen, J. D., Vernot, E. H., Haun, C. C., and Kinkead, E. B., "Chronic Inhalation Toxicity of Hydrazine: Onconogenic Effects," in cooperation with the University of California (Irvine) and the Airforce Aero Medical Research Laboratory.