



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۳۱۳

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20313

1 st.Edition

2016

دستگاه های کروماتوگرافی گازی برای
اندازه گیری آلودگی ناشی از آفت کش ها و
دیگر مواد سمی

Gas chromatographic systems for
measuring the pollution from pesticides
and other toxic substances

ICS: 17.040.30

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 استاندارد 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 صدورگواهی 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

« دستگاه های کروماتوگرافی گازی برای اندازه گیری آلودگی ناشی از آفت کش ها و دیگر مواد سمی »

رئیس : سمت و/ یا محل اشتغال

سازمان ملی استاندارد ایران

محمدی لیواری، احد
(کارشناسی ارشد فیزیک)

دبیر :

سازمان ملی استاندارد ایران

اوحدی، افشین
(کارشناسی ارشد مهندسی کشاورزی)

اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سازمان ملی استاندارد ایران

آذری کردکندی، سیاوش
(کارشناسی فیزیک)

سازمان ملی استاندارد ایران

براری، کوروش
(کارشناسی فیزیک)

وزارت جهاد کشاورزی -

موسسه تحقیقات علوم شیلاتی
کشور

پورنگ، نیما
(دکترای آلودگی محیطی)

وزارت جهاد کشاورزی -

موسسه تحقیقات ثبت و گواهی
بذرو نهال

حمیدی، آیدین
(دکترای علوم کشاورزی)

پژوهشگاه استاندارد

خانه زر، حسن
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

سازمان حفاظت محیط زیست

دارابی، المیرا
(کارشناسی ارشد آلودگی دریا)

شرکت پژوهشی کیمیا شنگرف
پارس

عشقی، کامران
(کارشناسی فیزیک)

شرکت بازرسی تاک

غیبی، میربهروز
(کارشناسی ارشد گیاه پزشکی)

شرکت خدماتی آموزشی
و تحقیقاتی مرجعان خاتم

مشکانی، اعظم السادات
(کارشناسی زیست شناسی)

شرکت خدماتی آموزشی
و تحقیقاتی مرجعان خاتم

منافی، محمد حنیف
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

دانشگاه پیام نور

نژادعلی ، عزیزا...
(دکترای شیمی تجزیه)

پژوهشگاه استاندارد

نوربخش، رویا
(کارشناسی ارشد سم شناسی)

سازمان ملی استاندارد ایران

نیک بین ، حمیده
(کارشناسی ارشد علوم بهداشتی در تغذیه)

سازمان ملی استاندارد ایران

ویراستار :
حشمی، مهناز
(کارشناسی فیزیک)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۷	۴ توصیف دستگاه
۱۱	۵ الزامات اندازه شناختی
۱۳	۶ الزامات فنی
۱۴	۷ آموزش های عملی
۱۵	۸ کنترل های اندازه شناختی
۱۷	پیوست الف (آگاهی دهنده)
	مثال های انواع ترکیبات مورد آشکارسازی
۱۸	پیوست ب (الزامی)
	روش اجرایی آزمون

۲۱

پیوست پ (آگاهی دهنده)

حدود آشکار سازی دست یافتنی و فاصله های دامنه خطی

۲۲

پیوست ت (الزامی)

فرمت گزارش آزمون

۲۸

کتاب نامه

پیش‌گفتار

استاندارد « دستگاه های کروماتوگرافی گازی برای اندازه گیری آلودگی ناشی از آفت کش ها و دیگر مواد سمی » که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده است، در دوپست و شصت و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه شناسی و اوزان و مقیاس ها مورخ ۹۴/۱۱/۲۵ تصویب شد . اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود .

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

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

OIML R82:2006, Gas chromatographic systems for measuring the pollution from pesticides and other toxic substances

مقدمه

دستگاه‌های کروماتوگرافی گازی^۱ از استفاده متنوع و گسترده‌ای در حوزه‌های متنوع آنالیز ترکیبات و شیمی تجزیه برخوردارند و عملکرد درست و صحیح و دقیق دستگاه نیازمند رعایت الزامات اندازه‌شناختی است. مواد تشکیل‌دهنده یک نمونه در صورتی توسط این دستگاه قابل شناسایی می‌باشند که در حین عبور از یک ستون کروماتوگرافی گازی دچار تجزیه دمایی یا کاتالیتیک و یا جذب سطحی نشوند. این دستگاه می‌تواند برای آنالیز انواع نمونه‌ها نظیر آب‌های زیرزمینی، آب‌های سطحی، فاضلاب‌های صنعتی، خاک و رسوبات، بافت‌های گیاهی و جانوری و مواد غذایی به کار آید. ممکن است بعضی از ترکیبات غیر فرار یا ناپایدار از نظر دمایی به مشتقاتی فرار و پایدار تبدیل شوند و از این رو توسط دستگاه، قابل تفکیک و شناسایی خواهند بود. مثال‌هایی از انواع ترکیباتی که باین دستگاه تعیین می‌شوند، در پیوست الف این استاندارد ارائه شده‌اند.

تعدادی از کاربردهای ویژه دستگاه در ارتباط با اندازه‌گیری‌های زیست‌محیطی در کتاب‌نامه [1-3] ارائه گردیده‌اند.

دستگاه های کروماتوگرافی گازی برای اندازه گیری آلودگی ناشی از آفت کش ها و دیگر مواد سمی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه قالب عملیاتی برای آزمون و تصدیق عملکرد یک دستگاه کروماتوگرافی گازی در زمان بهره برداری برای اندازه گیری آفت کش ها و دیگر مواد سمی در ارتباط با پیشبرد برنامه های کنترل و پایش آلودگی و ارزیابی کیفیت محصولات (فرآورده های) غذایی در قالب ضوابط و مقررات ملی است. این استاندارد مغایر تجهیزات معادل برای اندازه گیری یا آنالیز اینگونه مواد سمی نمی باشد.

دستگاه کروماتوگرافی گازی مورد نظر این استاندارد، برای استفاده در یک آزمایشگاه ثابت یا سیار (تحت شرایط محیطی کنترل شده)، مورد نظر می باشد. دستگاه های کروماتوگرافی گازی قابل حمل که دارای قابلیت کاربرد میدانی می باشند، در استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۳۲۱ توصیف گردیده اند.

دستگاه های کروماتوگرافی گازی جفت شده با دیگر دستگاه های تجزیه ای نظیر کروماتوگراف های گازی متصل به طیف سنج جرمی (GC-mass) و طیف سنج های تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR¹) در دامنه کاربرد این استاندارد نیستند. با بهینه سازی عملکرد اجزای عمده دستگاه اندازه گیری، این امکان وجود دارد که عملکرد دستگاه مطلوب تر از معیارهای در نظر گرفته شده در این استاندارد انجام شود. در چنین مواردی، میزان موفقیت به دانش، مهارت و تجربه ی کاربر بستگی دارد.

معمولا پیش از آنالیز هر نوع نمونه با دستگاه کروماتوگراف گازی، بکارگیری یک شیوه آماده سازی اختصاصی مورد نیازی باشد. شیوه های نمونه برداری و روش های آنالیز در دامنه کاربرد این استاندارد است. این استاندارد، الزامات و آزمون های لازم برای ایمنی کاربر را در بر ندارد. بنابراین کاروران بهتر است چگونگی رعایت الزامات ایمنی و برچسب گذاری را در مجموعه ی ضوابط ملی بیابند.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن ها ارجاع داده شده است .
بدین ترتیب آن ضوابط، جزئی از این استاندارد محسوب می شوند .
در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد ، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد، الزام آور نیست . در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها برای این استاندارد، الزام آور است .
استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۳۲۱، کروماتوگراف های گازی قابل حمل برای اندازه گیری های میدانی
آلاینده های شیمیایی خطرناک

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات با تعاریف زیر به کار می رود :

۱-۳

گاز حامل

carrier gas

گاز وارده به دستگاه کروماتوگرافی گازی برای انتقال نمونه جهت فرآیندهای تجزیه ای است که به طور پیوسته از میان ستون عبور می کند و حرکت آن، باعث شویس اجزای تشکیل دهنده نمونه می شود. این گاز به همراه بخش هایی از نمونه موجود در آن، فاز متحرک را تشکیل می دهد.

۲-۳

وسیله تزریق

injection device

وسیله ای است که با استفاده از آن، بخشی از نمونه به داخل ستون کروماتوگرافی گازی ، وارد می شود یا انتقال می یابد.

۳-۳ ستون

column

لوله ای داخل کروماتوگراف گازی است که حاوی فاز ساکن بوده و فاز متحرک گازی از داخل آن، جریان می یابد.

۴-۳ فاز متحرک

mobile phase

گاز حامل و نمونه تزریقی گازی شده است که به ستون وارد می‌شود و در طول آن حرکت می‌کند.

۳-۵ فاز ساکن

stationary phase

فاز غیرمتحرک، جامد یا مایع در داخل ستون است که به صورت انتخابی، اجزای تشکیل‌دهنده نمونه را جذب یا جذب سطحی می‌کند.

۳-۶ بستر جامد

solid support

عبارت از ماده داخل ستون (معمولاً بی اثر) که نگهدارنده فاز ساکن و متشکل از اجزای متخلخل یا غیر قابل نفوذ، یا دیواره داخلی ستون به تنهایی، یا ترکیبی از آن‌ها می‌باشد که گاز حامل از روی آن عبور می‌کند.

۳-۷ شویش

elution

خارج کردن یک جزء نمونه از فاز ساکن توسط فاز متحرک در ستون کروماتوگراف گازی است.

۳-۸ آشکار ساز

detector

وسیله‌ای است که می‌تواند نسبت به اجزای نمونه شویش شده موجود در گاز حامل خروجی از ستون کروماتوگرافی پاسخ دهد.

۳-۹ نوفه

noise

ظهور تغییرات در سیگنال خروجی کروماتوگراف گازی است که با تغییرات در شرایط کروماتوگرافی (برای مثال: شیب دما) ارتباطی ندارد و می‌تواند به دو جز تقسیم شود:

۳-۹-۱ کوتاه مدت

short term noise

شامل تمامی تغییرات (واریانس های) تصادفی قابل مشاهده از ناحیه آشکارساز یا سایر اجزا با فرکانسی از یک یا چند چرخه در هر دقیقه است.

۳-۹-۲ رانش

drift

برای نمونه عبارت است از متوسط شیب اندازه گیری شده سیگنال خط پایه که حداقل در طول زمان نیم ساعت اندازه گیری شده باشد.

۳-۱۰ نمونه مرجع

reference sample

عبارت است از ماده مرجع مایع یا گازی شامل غلظت مشخص و معینی از اجزای نمونه مورد نظر و مورد استفاده برای آزمون یا کالیبراسیون دستگاه.

۳-۱۱ حد آشکارسازی

detection limit

عبارت است از مقدار سرعت جریان جرمی (برای آشکار سازهای وابسته به آهنگ شارش جرمی) یا مقدار غلظت (برای آشکار سازهای وابسته به غلظت)، تولید کننده یک سیگنال معادل سه برابر سطح نوفه کوتاه مدت که بر اساس محاسبات آماری تعیین شده است.

یادآوری- این اصطلاح هم چنین تحت عنوان «کمینه آشکارسازی» یا «حد آشکارسازی کمینه^۱» در تعدادی از منابع و اسناد سازنده، ارجاع داده می شود. این عامل گاه تحت عنوان یک سیگنال خروجی معادل تعدادی سطح نوفه مختلط (۲ یا ۱۰) می باشد و تاحدی بسته به آن است که برای آنالیز کمی یا کیفی به کار رود.

۳-۱۲ گستره خطی

linear age

عبارت است از گستره میزان سرعت جریان جرمی یا غلظت یک جزئی نمونه در گاز حامل در مسیر که در آن گستره حساسیت در محدوده مشخصی ثابت می ماند. این عامل به عنوان نسبت حد بالایی خطی بودن و حد آشکارسازی بیان می گردد.

۳-۱۳ حساسیت

sensitivity

عبارت است از سیگنال خروجی به ازای هر واحد جرم جزئی نمونه مورد نظر در گاز حامل. ادر حقیقت میزان حساسیت دستگاه، برای غلظت ها یا جرم های متفاوت تعریف می شود. یعنی با تغییر غلظت، سیگنال هم تغییر کند [این عامل حساسیت به یکی از دو روش زیر بیان می گردد :
۳-۱۳-۱ با یک آشکارساز وابسته به غلظت . حساسیت دستگاه ، S ، این گونه بیان می شود:
 $A \cdot mL \cdot g^{-1}$ یا $V \cdot mL \cdot g^{-1}$ و با معادله زیر:

$$S = \frac{P \cdot F}{M}$$

که در آن :

P : سطح زیر پیک یا سطح زیر پیک

F : میزان جریان گاز حامل

M : جرم جزئی نمونه در گاز حامل است .

واحد ها : A : آمپر ؛ mL : میلی لیتر ؛ g : گرم ؛ v : ولت.

یادآوری - سطح زیر پیک^۱ مستقل از اثرات پهن شده گی است که توسط عواملی نظیر دمای ستون ، میزان سرعت شویش و استخراج کننده و سرعت تزریق نمونه بوجود می آید . بنابر این، از این دیدگاه سطح زیر پیک، پارامتر تحلیلی مناسب تری نسبت به ارتفاع پیک می باشد . از طرف دیگر ، ارتفاع پیک ها ، ساده تر اندازه گیری می شوند و در مورد پیک های نازک تر، درستی اندازه گیری ها بالاتر می باشد . بسیاری از دستگاه های جدید کروماتوگرافی مجهز به انتگرال گیرهای الکترونیک می باشند که سنجش های دقیقی را از سطح نسبی پیک ها ارائه می دهند .

۳-۱۳-۲ با یک آشکارساز وابسته به سرعت جریان جرمی، حساسیت دستگاه ، S ، این گونه بیان می شود:

A.s.g⁻¹ یا V.s. g⁻¹ و به وسیله رابطه زیر:

$$S = \frac{P}{M}$$

که در آن علائم طبق تعاریف بند ۳-۱۳-۱ می باشند و واحد افزون بر آن، s معادل ثانیه است .

۳-۱۴ کروماتوگرام

chromatogram

عبارت است از ثبت سیگنال خروجی آشکارساز بر حسب زمان که پیک های طبق اجزای خاص نمونه را دربردارد .

۳-۱۵ زمان بازداری

retention time

عبارت است از زمان سپری شده از تزریق یک جزئی نمونه نسبت به ثبت حد بیشینه پیک آن .

۳-۱۶ تکرار پذیری

repeatability

عبارت است از نزدیکی توافق بین نتایج اندازه گیری های موفق یک اندازه ده^۱ تحت همان شرایط و در محدوده دوره زمانی نسبتا کوتاه .

یادآوری- شرایط تکرار پذیری شامل این موارد است : روش اندازه گیری - کارور- دستگاه ا اندازه گیری - موقعیت مکانی و شرایط محیطی.

۴ توصیف دستگاه

۴-۱ کلیات

۴-۱-۱ کروماتوگراف های گازی با طرح ها و ساخت های متنوع برای استفاده آزمایشگاهی در دسترس هستند . به طور کلی یک ظرف با گاز فشرده و یک سیستم کنترل نوماتیکی فراهم کننده جریان قابل کنترل از گاز حامل در داخل یک ستون کروماتوگرافی است که در یک دمای ساکن و کنترل شده در طول دوره آنالیز، برقرار نگاه داشته می شود . یک وسیله تزریق برای معرفی حجم مشخصی از یک نمونه که گاز حامل در داخل ستون آن را به آشکارساز، می رساند به کار برده می شود.

آشکارساز به هر جز نمونه همانطور که از ستون شسته می شود واکنش نشان می دهد . سیگنال خروجی آشکارساز به صورت تابعی از زمان (کروماتوگرام) آشکار می شود و نموداری بر روی ثبات رسم شده (به صورت کاغذی) و یا در یک سیستم داده ها (بانک اطلاعاتی الکترونیکی) ثبت می گردد که امکان بازیابی آن وجود دارد .

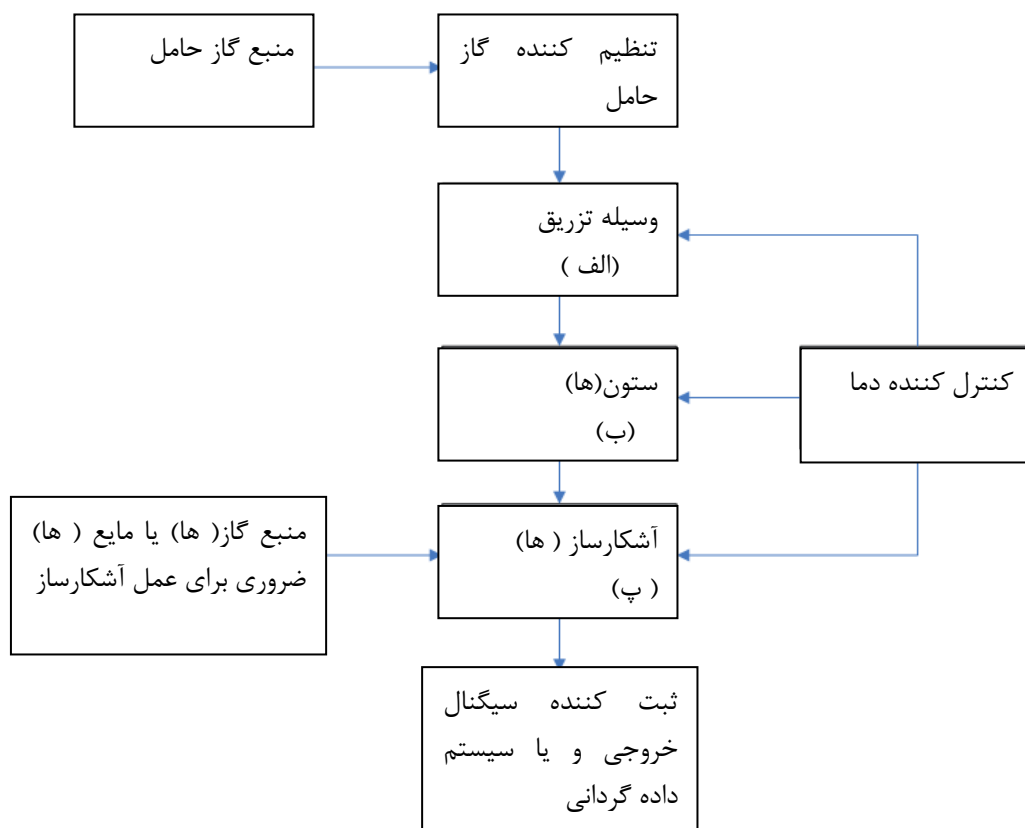
۴-۱-۲ نموداری از دستگاه در شکل ۱ ارائه شده است . امکان دارد جریان گاز حامل توسط کنترل کننده فشار یا جریان تنظیم گردد.

برای نمونه های مایع ، وسیله تزریق (الف) دارای تبخیر کننده های نمونه پیش از تزریق است . وسیله کنترل کننده دما برای ستون (ب) امکان دارد ثابت یا قابل تنظیم باشد . به هر حال برخی از دستگاه های کروماتوگرافی گازی در دمای محیطی نسبتا پایدار، امکان دارد بدون کنترل دما الزامات کارکرد مطلوب را فراهم آورند . در شرایط خاص استفاده، ضروری یا مطلوب است که آشکار ساز (پ) در دمای کنترل شده نسبت به ستون نگه داشته شود.

۴-۱-۳ اندازه گیری های کروماتوگرافی گازی بستگی به تفکیک یا قسمت بندی اجزای نمونه گازی یا بخار شده در گاز حامل (فاز متحرک) نسبت به فاز ساکن در ستون دارد . بخش بندی نمونه در ابتدا بستگی به پارامترهای عمل کننده ستون نظیر میزان جریان گاز ، دما ، فشار بخار ، و خصوصیات جذب سطحی فاز ساکن دارد . یادآوری - برای اطلاعات با جزئیات بیشتر در خصوص دستگاه به کتاب نامه [۶-۴] مراجعه شود .

تک تک اجزای نمونه که توسط ستون، جدا سازی شده و آشکار گردیده اند با استفاده از کروماتوگرام و یا داده های ذخیره شده در یک سیستم داده گردانی^۱ مورد تفسیر قرار می گیرند.

برای یک دستگاه کروماتوگرافی گازی که تحت شرایط تعریف شده عمل می نماید، شناسایی و مقدار یابی اجزا به دانستن زمان های بازیابی، و اندازه گیری سطح زیر پیک های مربوط نمونه مورد نظر بستگی دارد.



شکل ۱- نمودار یک دستگاه کروماتوگرافی گازی

۴-۱-۴ اجزای عمده دستگاه کروماتوگرافی گازی به شرح زیر است :

- سیستم کنترل نوماتیکی برای گاز حامل
- وسیله تزریق
- ستون
- سیستم کنترل دما
- آشکارساز
- سیستم داده گردانی

توصیفی خلاصه از تعدادی از این اجزا به شرح زیر است :

۲-۴ سیستم کنترل نوماتیک

این سیستم ، جریان گاز را در سرتاسر دستگاه تنظیم می کند .

۳-۴ وسیله تزریق

امکان دارد یکی از موارد زیر یا دیگر انواع باشد که به شکل نمونه و غلظت آن بستگی دارد.

- برای ستون های پر شده به گونه ای است که نمونه، درست قبل از فاز ساکن ستون وارد می گردد.
- برای ستون های مویینه بدون انشعاب^۱ به گونه ای است که کل نمونه به ناحیه تبخیر کننده تحت گرما درست قبل از ستون مویینه تزریق شده و با گاز حامل مخلوط می شود و بیشتر نمونه تبخیر شده به داخل ستون هدایت می شود و دریک زمان مشخص پس از تزریق، بخارهای باقیمانده در لاینر^۲ به بیرون دستگاه فرستاده می شود.
- برای ستون های مویینه با انشعاب به گونه ای است که کل نمونه به ناحیه تبخیر کننده تحت گرما درست قبل از ستون مویینه تزریق شده و با گاز حامل مخلوط می شود و به یک نسبت کنترل شده، بخشی به درون ستون و بخشی به بیرون فرستاده می شود.
- تبخیر کننده با دمای قابل برنامه ریزی تبخیر^۳، ابزار بهبود یافته تزریق کننده های انشعابی/بدون انشعاب بوده و در سایر موارد جز آنکه دمای لاینر می تواند به سرعت گرم یا سرد شود معادل آن می باشد. تزریق نمونه در لاینر خنک صورت می پذیرد و پس از آنکه سرنگ تزریق برداشته شد، درجه حرارت لاینر برای آن که تبخیر نمونه با کنترل بیشتری صورت پذیرد، به سرعت افزایش می یابد.
- وسیله مستقیم سر ستون به گونه ای است که نمونه مایع به طور مستقیم سر ستون در دمای محیط یا دمای زیر محیط تزریق می گردد به طوری که از تجزیه شدن و اثرات جذب سطحی ترکیبات با نقاط جوش بالا که در دیگر تبخیر کننده ها اتفاق می افتد جلوگیری کند.

1-splitless

2-liner

3-Program Temperature Vapourizing

- یک وسیله برپایه به دام انداختن و پالایش که از داخل آن ترکیبات فرار آلی از دامنه ای وسیع از انواع نمونه بعد از غلیظ شدن تزریق می شوند که با استفاده از یک اتاقک نمونه برداری سرباز و یک تله جاذب (کرایوژنیک یا غیر آن) انجام می گیرد.
 - وسیله تزریق دمش و تله، وسیله ای است که ترکیبات آلی فرار از گستره متنوعی از نمونه ها با بکار گیری محفظه نمونه برداری فضای فوقانی و یک تله جاذب (سرمايشی یا غیر سرمايشی) پس از تغلیظ شدن از طریق آن تزریق می گردند.
- ستون می تواند یکی از انواع زیر باشد:
پر شده یا موبینه (لوله ای آزاد)

۴-۴ آشکارساز

- آشکارساز می تواند یکی از انواع زیر باشد:
- آشکارساز ¹FID، یک نوع آشکارساز که وابسته به جریان جرمی، غیر انتخابی و به طور گسترده مورد کاربرد برای ترکیبات آلی است.
 - آشکارساز ²ECD، یک نوع آشکارساز که وابسته به غلظت است و برای ترکیبات هالوژنه و مرتبط انتخابی است.
 - آشکارساز ³FPD، یک نوع آشکارساز که وابسته به جریان جرمی است و برای ترکیبات دارای فسفر و گوگرد (سولفور) انتخابی می باشد.
 - آشکارساز ⁴TID، یک نوع آشکارساز که وابسته به جریان جرمی است و برای ترکیبات دارای فسفر و نیتروژن انتخابی می باشد. هم چنین به این آشکار ساز امکان دارد با عناوین آشکارساز ⁵NPD یا آشکارساز ⁶NSD ارجاع داده شود

1-Flame Ionization Detector
2- Electron Capture Detector
3-Flame Photometric Detector
4-Thermionic Detector
5-Nitrogen/Phosphorous Detector
6-Nitrogene Selective Detector

- آشکارساز¹ ELCD ، یک نوع آشکارساز که وابسته به جریان جرمی است و انتخابی برای ترکیبات دارای کلر، نیتروژن و گوگرد (سولفور) است.
- آشکارساز² PID ، یک نوع آشکارساز که وابسته به غلظت است، انتخابی بر اساس انرژی لامپ است و به طور گسترده برای گازهای آلی و غیر آلی کاربرد دارد.
- آشکارساز³ TCD، یک نوع آشکارساز که وابسته به غلظت است و مورد کاربرد برای گازهای آلی و غیر آلی می باشد.

۵-۴ سیستم داده گردانی

این سیستم می تواند متشکل از یک یا تعداد بیشتری از سه جزئی زیر باشد:
صفحه نمایش مستقیم، ثابت^۴ و وسیله انتقال گیری با رایانه. امکان دارد سیستمی عملکردهای این هر سه جز را تلفیق نماید و معمولا سیگنال خروجی آشکارساز را به عنوان تابعی از زمان به ثبت رساند .

۵ الزامات اندازه شناختی

- ۱-۵ در طول ارزیابی نوع و تصدیق اولیه و به دنبال آن، تکرار پذیری سیگنال خروجی و زمان بازداری^۵ دستگاه کروماتوگرافی گازی باید در یک آزمایشگاه با استفاده از ترکیبات آزمون و تحت شرایط مرجع در طول ارزیابی طبق موارد زیر مورد آزمون قرار گیرد:
- دمای محیط بین 20°C و 27°C و پایدار در دامنه $3^{\circ}\text{C} \pm$ در طول اندازه گیری ؛
 - میزان رطوبت نسبی (RH) بین ۳۰٪ و ۸۰٪ ؛
 - میزان جریان گاز حامل همانگونه که توسط سازنده مشخص گردیده است؛
 - دماهای وسیله تزریق ستون و آشکارساز همانگونه که توسط سازنده مشخص شده است .

1-Electrolytic Conductivity Detector

2-Photoionization Detector

3-Thermal Conductivity Detector

4-chart recorder

5-retention time

- ۲-۵ سازنده باید تعیین کننده اجزای زیر و شرایطی باشد که تحت آن ، دستگاه، مورد آزمون قرار می گیرد:
- نوع گاز حامل؛
 - نوع تزریق کننده؛
 - نوع آشکارساز؛
 - نوع ستون

۳-۵ تکرار پذیری اندازه گیری ها برای یک دستگاه کروماتوگرافی گازی باید با ۱۰ تزریق تکراری یک نمونه از ترکیب مرتبط با آزمون با غلظتی معادل تقریبا مقداری درنقطه میانی دامنه خطی و در دوره زمانی نسبتا کوتاه مورد ارزیابی قرار گیرد.

سازنده دستگاه باید استفاده از ارتفاع پیک و یا سطح زیر پیک را به عنوان اساس محاسبه کمی اعلام نماید. این روش پیشنهادی فقط به این سطح ارجاع می نماید ولی یک دستگاه ممکن است جهت استفاده از ارتفاع پیک واجد شرایط باشد. (به یادآوری بند ۳-۱۳-۱ مراجعه شود).

انحراف معیار نسبی نتایج اندازه گیری نباید متجاوز از موارد زیر باشد:

٪ ۵ سطح پیک سیگنال خروجی ؛ ٪ ۱ زمان بازداری

یادآوری- مقادیر انحراف معیار نسبی سطح زیر پیک و زمان بازداری ، بیشینه خطاهای مجاز در نظر گرفته می شوند و طبق پیوست ب این استاندارد مورد توجه و عمل قرار می گیرند .

۴-۵ محدوده آشکار سازی و دامنه خطی یک آشکار ساز اختصاصی یا آشکار سازهای مورد استفاده دستگاه باید الزامات کارایی مشخص شده توسط سازندگان برای ترکیبات در جدول صفحه بعد را بر آورده نماید.

ترکیبات آزمون	آشکارساز
مخلوط آلکان ها	FID
تولوئن	PID
مخلوط آلکان ها	TCD
لیندن	ECD
مالاتیون	FPD
مالاتیون(P) و آزوبنزن(N)	TID
تتراکلرواتان(CI) ، آزوبنزن(N) و مالاتیون(S)	ELCD

۵-۴-۱ حد آشکار سازی و دامنه خطی برای آشکارسازها همانگونه که توسط سازنده تعیین گردیده باید با استفاده از روش اجرایی آزمون (پیوست ب) تصدیق گردد .
یادآوری - حدود آشکار سازی قابل دسترس و دامنه خطی برای آشکارسازهای مورد نظر برای ترکیبات آزمون تعیین شده، در پیوست پ ارائه شده است .

۵-۴-۲ حد آشکار سازی باید ۵٪ + یا زیر مقدار تعیین شده توسط سازنده باشد .

۵-۴-۳ دامنه خطی باید با استفاده از حد کمینه ای از پنج غلظت نمونه گازی مرجع تعیین گردد . بیشینه غلظت تعیین شده توسط سازنده و کمینه غلظت تقریباً ۱۰ برابر حد آشکار سازی باشد . برآیند داده ها باید با حد اقل مربعات خطی با تعیین ضریب هم بستگی r ، تجزیه و تحلیل شوند . برای این آنالیز ، r^2 نباید کمتر از ۰/۹۵ باشد .

۶ الزامات فنی

۱-۶ گاز حامل

۶-۱-۱ سازنده باید تعیین کننده گاز حامل و خلوص لازم آن برای آشکارسازهای اختصاصی یا آشکار سازهای مورد استفاده باشد.

۶-۱-۲ دستگاه باید وسایلی برای کنترل و نمایش میزان جریان گاز حامل داشته باشد .

یادآوری ۱- مثال هایی از گازهای حامل که عموماً مورد استفاده قرار می گیرند به شرح زیر است:

هیدروژن ، هلیوم، نیتروژن، و آرگون و متان . مقادیر ناچیز بخارها و ذرات ناخواسته باید به وسیله جاذب های الک مولکولی، فیلترها و خشک کننده های فیلتری که بهتر است در خطوط ذخیره گاز و تا حد امکان نزدیک به ستون تعبیه شده باشند، از میان برود.
یادآوری ۲- ممکن است مقدار جریان گاز با فشار سر ستون یا نزدیک ورودی ستون مشخص شود.

۲-۶ سیستم کنترل دما

۱-۲-۶ کنترل دما باید برای وسیله تزریق ، ستون و آشکارساز وجود داشته باشد .

۲-۲-۶ دامنه برنامه ریزی دمایی و آهنگ تغییرات دمایی قابل دسترس در آن دامنه باید مشخص گردد.

۳-۶ سازنده باید انواع ستونی را که امکان دارد در دستگاه تعبیه شود تعیین کند .

۴-۶ سیستم داده گردانی

این سیستم باید قادر به ایجاد ثبت دقیق، قابل بایگانی و قابل بازیابی : پاسخ آشکار ساز، ویژگی های نمونه، ترکیب گاز و پارامتر های جریان، نمودار حرارتی و دیگر اطلاعات ضروری آنالیز باشد.

۵-۶ نشانه گذاری

نشانه گذاری ها باید به وضوح برای تمامی اجزای عمده دستگاه به شرح زیر در نظر گرفته شوند :

- نام سازنده ؛
- مدل دستگاه، شماره سریال، و تاریخ تولید/ساخت
- ولتاژ، فرکانس، و الزامات جاری

۶-۶ سازنده باید کتابچه راهنمای کار با دستگاه و نگهداری روزمره دستگاه را فراهم سازد.

۷ آموزش های عملی

۱-۷ کار با دستگاه کروماتوگرافی گازی مستلزم استفاده از ولتاژ بالا ، گازهای فشرده، دماهای بالا می باشد و ممکن است هم چنین شامل اشعه ماورای بنفش و مواد رادیو اکتیو باشد. بر چسب های هشدار باید در معرض دید روی دستگاه قرار گیرد تا کاربر را از مخاطرات بالقوه آگاه سازد. این موضوع ها باید در چارچوب ضوابط و یا مقررات ملی ایمنی باشد.

۲-۷ قبل از نصب یک دستگاه کروماتوگرافی گازی ، باید تمامی فاکتور های زیست محیطی شامل شرایط کاری در دما و رطوبت های مختلف محیط در نظر گرفته شود.

۳-۷ وسیله مناسب برای تزریق یک نمونه امکان دارد بر اساس داده های در دسترس از آهنگ شارش گاز حامل، فشار سر ستون و کنترل دما برای اجزای مختلف انتخاب شود.

۸ کنترل های اندازه شناختی

۱-۸ ارزیابی نوع

۱-۱-۸ سازندگان باید دستگاه کروماتوگراف گازی را با کتابچه راهنما در اختیار نهاد ملی مسئول قرار دهند و همچنین داده های آزمون و دیگر اطلاعات مرتبط را که می تواند در تصمیم اینکه دستگاه، الزامات پیشنهادی در این استاندارد را بر آورده می سازد، پشتیبانی نمایند .

۲-۱-۸ کتابچه راهنمای کار با دستگاه باید برای کامل بودن و شفافیت آموزش ها، مورد باز بینی واقع شود . دستگاه باید مورد بازرسی چشمی در ارتباط با مروری بر ویژگی های فراهم شده توسط سازنده در راستای برآورده شدن تعیین الزامات بند ۶-۱ الی ۶-۶ قرار گیرد.

۳-۱-۸ نهاد ملی مسئول باید آزمون های عملکردی زیر را به انجام رساند یا می تواند داده های آزمون سازنده را بپذیرد که تایید کننده عملکرد قابل قبول برای موارد زیر است.

- تکرار پذیری سطح زیر پیک (به بند ۵-۳ و پیوست ب مراجعه شود).
- تکرار پذیری زمان بازداری (به بند ۵-۳ و پیوست ب مراجعه شود).
- حد آشکار سازی برای آشکارساز ها (به بند ۵-۴ و پیوست ب مراجعه شود).
- دامنه خطی برای آشکارساز ها (به بند ۵-۴ و پیوست ب مراجعه شود).

۴-۱-۸ گزارش آزمون های انجام شده دستگاه در حین ارزیابی نوع که به قصد استفاده در دامنه شمول نظام صدور گواهی OIML برای تجهیزات اندازه گیری تهیه می گردد باید حداقل موارد اطلاعات طبق الگوی تهیه شده در پیوست ت را شامل باشد. امکان دارد فرم ویژه ای بر اساس مزیت ملی تهیه گردد. سازندگان باید اطلاعات ویژه یا پیشنهادهای خود را در باره آزمون هایی که مورد پذیرش واقع شده فراهم آورند.

۵-۱-۸ برای سازنده باید اطلاعات خاص یا اظهار نظرها در باره هر گونه نقص های آزمون فراهم شود .

۲-۸ تصدیق اولیه و بعدی

۱-۲-۸ یک آزمون اولیه در ارتباط با هر دستگاه کروماتوگرافی گازی باید طبق آموزش های سازنده انجام شود. نتیجه این آزمون باید در قالب ویژگی های سازنده باشد که مشتمل بر الزامات تکرار پذیری (به بند ۵-۳ مراجعه شود) و تعیین حدود آشکار سازی (به بند های ۵-۴-۱ و ۵-۴-۲ مراجعه شود) می باشد .

۸-۲-۲ آزمون بند ۸-۲-۱ باید تحت شرایط مرجع انجام شود(به بند ۵-۱ مراجعه شود).

۸-۲-۳ دیگر آزمون های دستگاه که در بند ۸-۱-۳ مشخص گردیده ممکن است برای کاربرد هایی بسیار مهم باشدو باید اجرا گردد. این آزمون ها همچنین می تواند برای ترکیبات مورد نظر نیز اجرا گردد.

۸-۲-۴ نهاد ملی مسئول باید دوره اعتبار تصدیق اولیه را مشخص سازد. تصدیق بعدی باید بعد از دوره اعتبار اولیه انجام گیرد..

۸-۲-۵ دستگاه باید پس از هر تعمیر یا تعویض قطعات بسیار مهم، تحت ارزیابی مجددی معادل ارزیابی اولیه چنانکه توسط نهاد ملی مسئول مشخص گردیده قرار گیرد. این الزام متعلق به جابجایی ستون نمی باشد.

۸-۳ آزمون های معمول^۱ توسط کاربر

۸-۳-۱ نهاد ملی مسئول باید فراهم کننده اطلاعات در خصوص روش ها برای استفاده از دستگاه جهت اندازه گیری آلاینده های خاص باشد . ممکن است بعضی از روش های اندازه گیری برای استفاده به عنوان روش های اجرایی تضمین کیفیت برای ارزیابی عملکرد دستگاه مناسب باشند .

۸-۳-۲ کاربر باید به صورت متناوب (برای مثال : یک مرتبه در طول دوره کاری)، آزمونی از کل دستگاه کروماتوگرافی گازی را با استفاده از نمونه های مرجع مناسب جهت روش تجزیه ای به کار رفته برای رده ترکیبات نمونه مورد نظر انجام دهد.نمونه های مرجع باید به طور روزانه همراه با نمودارهای کنترل تجزیه و تحلیلی برای تصدیق دامنه کاری دستگاه مورد استفاده قرار گیرد .

۸-۳-۳ یک سابقه مکتوب دارای تسلسل زمانی باید برای هر دستگاه وجود داشته باشد و باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- نتایج تمامی آزمون های معمول ؛
- نتایج موارد کالیبراسیون؛
- شناسایی جابجایی اجزای عمده؛
- گستره نگهداری و تعمیرات

پیوست الف
(آگاهی دهنده)

مثال های انواع ترکیبات مورد آشکارسازی به وسیله کروماتوگرافی گازی

آشکارساز**	مثال ها	نوع ترکیب*
ELCD,ECD	کلروفورم، تتراکلریدکربن، متیلن کلراید، فرئون ها، تری کلرواتیلن، تتراکلرواتیلن و غیره	حلال های هالوکربنه فرار
PID,FID	BTEX (بنزن ، تولوئن، اتیل بنزن، زایلن ها)	هیدروکربن های آروماتیک فرار
ECD	کلروبنزن ها ، دی کلروبنزن ها و غیره	آروماتیک های کلر دار
ECD	۲۰۹ ترکیب متجانس دارای یک تا ده کلر	بایفنیل های چند کلر دار
ECD	اندرین، DDT، DDE ، دیلدرین، آلدین و غیره	آفت کش های هیدروکربنی کلر دار
PID	دی بوتیل فتالات، دی بوتیل آدیپات، دی اکتیل فتالات و غیره	استرهای فتالات و آدیپات
FID	فنل، کلروفنل، دی کلروفنل و غیره	فنل ها و فنل های کلر دار
TID	آنیلین، کلروآنیلین ها، N-متیل آنیلین ها ، آمینو تولوئن ها و غیره	آمین های آروماتیک
TID	نیترو تولوئن، دی نیترو تولوئن، TNT و غیره	نیترو آروماتیک ها، مواد منفجره
ELCD,ECD	2,4-D ، دی کلروپروپ، دینوزب و غیره	آفت کش های کلر دار
TID	آتراترون، پروپوزین، آترازین، تربوتین و غیره	علف کش های تریازین
FPD	دی کلرووس ، مالاتیون، پاراتیون و غیره	آفت کش های ارگانو فسفره

* ممکن است نیاز باشد تابعی از ترکیبات نمونه پیش از آنالیز به مشتقات مربوط تبدیل گردند.
**انتخاب آشکارساز کروماتوگرافی بستگی به ترکیب نمونه، غلظت ترکیبات مورد نظر و ماتریکس نمونه دارد .

پیوست ب

(الزامی)

روش اجرایی آزمون

ب-۱ این آزمون، فراهم کننده یک روش اجرایی برای تعیین چگونگی مواجهه دستگاه با الزامات عملکردی تحت شرایط تعیین شده در بند ۵ است .

ب-۲ آزمون را تحت شرایط مرجع تبیین شده در بند ۵-۱ و با یک نمونه مرجع آزمون ترکیبی ویژه شده توسط سازنده برای هر نوع از آشکارساز خاص انجام دهید .

ب-۳ یک وسیله تزریق کننده خاص (سرنگ یا لوپ^۱) ، ستون، و کنترل های دمایی را برای آشکارساز مورد آزمون با یک نمونه مرجع خاص انتخاب نمایید .

ب-۴ حجمی خاص از نمونه مرجع را با مقدار کمینه ۱ mL برای گازها و ۱ μ L برای مایعات تزریق کنید .

ب-۵ نمونه مرجع

ب-۵-۱ یک نمونه مرجع نماینده و واجد غلظتی معادل حد آشکارسازی و دامنه خطی طبق موارد تعیین شده توسط سازنده برای آشکارساز مورد آزمون بگیرید و آماده سازید .

ب-۵-۲ از گاز مرجع یا نمونه مایع استفاده کنید و دقت نمایید که نمونه های هوا با هوای خشک یا نیتروژن، رقیق و نمونه های مایع با حلال مناسب رقیق شوند.

ب-۶ تکرار پذیری

ب-۶-۱ تکرار پذیری نمونه مایع یا گازی مرجع مورد آزمون تحت شرایط مرجع را همانگونه که در بند ۵-۱ تبیین شده تعیین نمایید و این که الزام بند ۵-۳ برای انحراف معیار نسبی برآورده شده است .

ب-۶-۲ انحراف معیار نسبی، σ_r ، را با استفاده از رابطه زیر محاسبه کنید:

$$\sigma_r = \left(\frac{\sigma}{x} \right) \cdot 100$$

$$\sigma = \left[\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \right]^{1/2}$$

که در آن:

x_i : نتیجه منفرد

\bar{x} : نتیجه میانگین برای تعداد n اندازه گیری تکراری است.

ب-۷-دامنه خطی حد آشکار سازی

ب-۷-۱ حداقل ده تزریق متوالی نمونه خالی (هوای خشک یا نیتروژن برای گاز و حلال مورد استفاده برای مایع) را به کار بندید و نواحی سطح زیرپیک را به ثبت برسانید. سطح نوفه کوتاه مدت، N_s ، را در قالب مقدار میانگین نتایج محاسبه کنید (به بند ۳-۱۱ مراجعه شود).

ب-۷-۲ حداقل پنج تزریق تکراری را در حداقل هریک از پنج غلظت مورد انتخاب نمونه مرجع از حدود ده مرتبه حد آشکار سازی تا مقدار بیشینه تبیین شده برای دامنه خطی به کار بندید. ناحیه سطح زیر پیک واکنش آشکارساز را به ثبت برسانید.

ب-۷-۳ از ناحیه نتایج ب-۷-۲ مقدار میانگین ناحیه سطح زیر پیک را در مقابل مقدار تزریقی به گرم با محاسبه هرگونه موارد این سطح در سیر نمونه مرجع همانگونه که در بند ب-۷-۱ تعیین شده محاسبه کنید. نتایج را در قالب مقدار میانگین تعیین شده برای هر غلظت ترسیم کنید و یک رگرسیون خطی حداقل مربعات را با تعیین شیب، m ، محل تقاطع، b ، و ضریب هم بستگی، r ، پارامترهای برآمده از مدل معادله خطی کلی زیر تثبیت کنید.

$$y = mx + b$$

یادآوری- در صورت نیاز برای نمونه های هوا، غلظت تزریقی را به مقادیر در شرایط استاندارد دما و فشار تصحیح کنید.

ب-۷-۴ مربع ضریب هم بستگی را برای منحنی رگرسیون حداقل مربعات با استفاده از شیب منحنی و انحراف معیار مقادیر غلظت معلوم، σ_x ، و انحراف معیار مقادیر ناحیه اوج مورد اندازه گیری، σ_y ، و با معادله های زیر محاسبه می گردد:

$$r^2 = \frac{S_{xy}^2}{\sigma_x \sigma_y}$$

$$S_{xy} = n \sum (x_i y_i) - \sum x_i \sum y_i$$

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

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

این نتایج باید برآورده سازنده الزامات بند ۵-۴-۳ برای مربع ضریب هم بستگی r^2 باشند. یادآوری- ضریب هم بستگی، r ، چگونگی مطلوب بودن تطبیق منحنی رگرسیون حداقل مربعات را تفسیر می کند. یک تطبیق کامل بایستی از این رابطه پیروی کند: $r^2 = 1$ یا $r = \pm 1$

ب-۷-۵ حساسیت دستگاه، S ، را به عنوان شیب منحنی به دست آمده در بند ب-۷-۴ ثبت کنید یا در صورت دیگر با استفاده از معادله تبیین شده در بند ۳-۱۳ آن را محاسبه کنید.

ب-۷-۶ یک خط به موازات طول منحنی به دست آمده در بند ب-۷-۳ ترسیم کنید که سه مرتبه سطح نوفه کوتاه مدت (N_s در بند ب-۷-۱) است. حد آشکار سازی با استفاده از N_s و حساسیت دستگاه S این گونه محاسبه می شود:

$$\text{Detection limit} = \frac{3 \cdot N_s}{S}$$

پیوست پ
(آگاهی دهنده)

حدود آشکار سازی قابل دسترس و فاصله های دامنه خطی

پ-۱ حدود آشکار سازی قابل دسترس و فاصله های دامنه خطی در جدول پ-۱ برای ترکیبات آزمون و آشکارسازها تحت شرایط مرجع آزمون تعیین شده در بند ۵-۱ ارائه گردیده اند .

پ-۲ حدود عملی آشکار سازی و فاصله دامنه خطی برای یک دستگاه کروماتوگرافی گازی باید توسط سازنده تبیین شود و با آزمون کلی طبق پیوست ب تایید گردد .

جدول پ-۱ حدود آشکار سازی قابل دسترس و فاصله های دامنه خطی برای آشکارساز های کروماتوگراف گازی با ترکیبات آزمون مورد نظر

حد آشکار سازی	فاصله دامنه خطی	ترکیبات آزمون	آشکارسازها
1-10pg/s	10^{-4} - 10^{-7}	مخلوط آلکان های مایع	FID
1-10pg/ml	10^{-4}	تولوئن	PID
300-10 ⁴ pg/ml	10^{-4} - 10^{-5}	مخلوط آلکان های مایع	TCD
0.1-1.0pg/ml	10^{-2} - 10^{-4}	لیندن	ECD
10-100pg/s	10^{-2} - 10^{-3}	مالاتیون	FPD
0.5-5.0pg/s	(S) 10^{-3} - 10^{-5} (P)		
25pg/s	10^{-5}	مالاتیون (P) و آزو بنزن (N)	TID
50pg/s	(P) 10^{-4} (N)		
2pg/s	10^{-4}	تتراکلروتان (cl)	ELCD
2-4pg/s	(S) 10^{-4}	آزوبنزن (N) و مالاتیون (S)	
0.5pg/s	(N) 10^5 - 10^6 (cl)		

پیوست ت

(الزامی)

فرمت گزارش آزمون

یک گزارش آزمون با هدف استفاده در محدوده دامنه شمول نظام صدور گواهی OIML برای دستگاه های اندازه گیری یا سایر مقاصد باید دربردارنده اطلاعات زیر باشد:
شماره گزارش : بر اساس این استاندارد به شماره :

ت-۱ نام و نشانی آزمایشگاه آزمون

.....
.....

ت-۲ موقعیت مکانی که در آن آزمون ها انجام می گیرند ؛ علاوه بر مورد ثبت شده در بند ت-۱

.....
.....

ت-۳ نام و نشانی سازنده

.....
.....

ت-۴ نام و نشانی متقاضی؛ علاوه بر سازنده

.....
.....

ت-۵ شناسه دستگاه مورد آزمون

..... نام تجاری :

..... شماره مدل :

..... شماره سریال :

..... الزامات : ولتاژ : فرکانس : جریان :

ت-۶ مرور دستورالعمل کاری

غیر قابل قبول

قابل قبول

نقطه نظر ها :

.....
.....
.....

ت-۷ خلاصه بازرسی چشمی در ارتباط با مرور اطلاعات فراهم شده توسط سازنده یا در دستورالعمل کاری و طبق بند ۶

ت-۷-۱ اهداف/وسایل کنترل و نمایش میزان جریان گاز حامل

آری خیر

نقطه نظر ها

.....
.....
.....

ت-۷-۲ کنترل های دما

وسيله تزریق : آری خیر

ستون : آری خیر

آشکارساز : آری خیر

نقطه نظرها:

.....
.....
.....

ت-۷-۳ برنامه ریزی دما

آری خیر

نقطه نظر ها:

.....
.....
.....

ت-۷-۴ انواع ستون هایی که می توانند در دستگاه مورد نظر جای گیرند.

آری خیر

نقطه نظر ها:

.....
.....
.....

ت-۷-۵ نوع سیستم داده گردانی

نقطه نظر ها:

.....
.....
.....
.....

ت-۷-۶ نشانه گذاری

قابل قبول مردود

نقطه نظر ها:

.....
.....
.....

ت-۸-۱ خلاصه نتایج آزمون های انجام شده طبق بند ۸-۱-۳

ت-۸-۱ شرایط آزمون (اطلاعات کامل برای هر گونه آشکارساز مورد آزمون)

..... دمای محدوده:

..... رطوبت نسبی:

..... گاز حامل:

..... نوع:

..... خلوص:

..... میزان جریان:

..... نوع وسیله تزریق:

نوع ستون:

نوع آشکارساز:

دما:

وسیله تزریق:

ستون:

آشکارساز:

برنامه ریزی دما:

نمایش داده ها یا خوانش :

ت-۸-۲ تکرار پذیری ناحیه سطح زیر پیک در زمان بازداری

ترکیب آزمون:

غلظت:

یادآوری - آشکارساز های TID و ELCD بیش از یک ترکیب آزمون نیاز دارند. از این رو، آزمون های بند ت-۸-۲ و ت-۸-۳ باید برای هر ترکیب آزمون مورد لزوم تکرار شوند .

تکرار	ناحیه سطح زیر پیک	زمان بازداری
۱		
۲		
۳		
۴		
۵		
۶		
۷		
۸		
۹		
۱۰		
\bar{x}		
σ_r		

انحراف معیار مرتبط (σ_r)

ناحیه سطح زیر پیک: قابل قبول مردود

زمان بازداری: قابل قبول مردود

نقطه نظرها:

.....
.....
.....

ت-۸-۳ تعیین خطی بودن

ترکیب آزمون :					
ناحیه سطح زیر پیک یا ارتفاع آن					
					غلظت
					تکرار ↓
					۱
					۲
					۳
					۴
					۵
					میانگین

t^2 : مربع ضریب هم بستگی محاسبه شده از بند ب-۷-۴
مقدار: قابل قبول مردود

نقطه نظرها :

ت-۸-۴ تعیین حد آشکار سازی

تکرار	نمونه خالی
۱	
۲	
۳	
۴	
۵	
۶	
۷	
۸	
۹	
۱۰	
\bar{x}	

\bar{x} (سطح نویز) :

حد آشکار سازی (تبیین شده توسط سازنده) :

حد آشکار سازی (تعیین شده طبق بند ب-۶-۷) : قابل قبول مردود
نقطه نظرها:

.....
.....

ت-۹ خلاصه وضعیت نتایج با توجه به برآورده نمودن الزامات این استاندارد توسط دستگاه

.....
.....

ت-۱۰ اشخاص مسئول آزمون

امضا و عنوان :

.....
.....

تاریخ :

کتاب نامه

- [1] Matter, L., Food Environmental Analysis in Capillary Gas Chromatography, John Wiley and Sons, New York, (1997). ISBN 3778524194
- [2] Jennings, Walter, Editor, Analytical Gas Chromatography, Academic Press, New York, (1997). ISBN 012384357X
- [3] Bruner, Fabrizio, Gas Chromatographic Environmental Analysis - Principles Techniques, Instrumentation, Jointly by VCH Publishers, Inc. (U.S.A.), VCH Verlagsgesellschaft mbH (Germany), and VCH Publishers Ltd. (U.K.), New York, Weinheim, and Cambridge, respectively, (1993)
ISBN 1-56081-011-4 VCH Publishers,
ISBN 3-527-28042-1 VCH Verlagsgesellschaft.
- [4] Schomburg, Gerhard, Gas Chromatography: A Practical Course, John Wiley and Sons, New York, (1990). ISBN 3527278796
- [5] McNair, Harold M. and Miller James M., Basic Gas Chromatography: (Techniques in Analytical Chemistry), John Wiley and Sons, New York, (1997). ISBN 047117260X
- [6] Grob, Robert L., Editor, Modern Practice of Gas Chromatography, John Wiley and Sons, New York (1995). ISBN 047159707