



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۹۳۴

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20934

1st.Edition

2016

نمونه‌برداری و انتخاب روش‌های تجزیه‌ای
برای آفت‌کش‌ها و بی‌فنیل‌های چندکلره در
هوا- آیین کار

**Sampling and Selection of Analytical
Techniques for Pesticides and
Polychlorinated Biphenyls in Air-
Standard Practice**

ICS: 13.040.30

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 انتشار 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران 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 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند 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 بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به‌عنوان 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 پیش‌بینی‌شده 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 نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. 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 کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران 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، کالیبراسیون (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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« نمونه برداری و انتخاب روش های تجزیه ای برای آفت کش ها و بی فنیل های چند کلره در هوا -
آیین کار»

رئیس:

قیصری، محمد مهدی
(دکتری شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

مدیر پژوهشگاه مرکزی دانشگاه آزاد اسلامی
خوراسگان

دبیر:

نبی، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

رئیس هیئت مدیره شرکت معیار دانش
پارس

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسماعیلیان، سید امین
(لیسانس مهندسی صنایع)

مدیر عامل شرکت معیار دانش پارس

حاجی حسینی، زهره
(لیسانس علوم دامی)

کارشناس تدوین استاندارد شرکت
معیار دانش پارس

حامدیان، مولود
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت معیار دانش پارس

حسینی، فروغ
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس محیط زیست

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

رحیمی، ابراهیم
(دکتری بهداشت مواد غذایی)

هیئت علمی دانشگاه آزاد شهرکرد

شاکریان، امیر
(دکتری بهداشت مواد غذایی)

هیئت علمی دانشگاه آزاد شهرکرد

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

معاونت بهداشت دانشگاه جندی شاپور اهواز

ملتجی، جلال
(لیسانس محیط زیست)

هیئت علمی دانشگاه آزاد شهرکرد

ممتاز، حسن
(دکتری میکروبیولوژی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا
(دکتری شیمی)

مسئول فنی آزمایشگاه شرکت معیاردانش
پارس

یزدانی، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۳	۲ مراجع الزامی
۴	۳ اصطلاحات و تعاریف
۵	۴ اصول آزمون
۶	۵ مزاحمت‌ها
۷	۶ وسایل
۱۰	۷ روش انجام نمونه‌برداری
۱۲	۸ کالیبراسیون پمپ
۱۲	۹ روش استخراج نمونه
۱۵	۱۰ روش انجام آزمون
۱۹	۱۱ محاسبات
۲۲	۱۲ حساسیت روش
۲۲	۱۳ دقت و انحراف
۲۳	پیوست الف (الزامی) تعیین بازده نمونه‌برداری و بازیابی اسپایک
۲۶	پیوست ب (اطلاعاتی) نمونه‌برداری و بازده بازداري برخی مواد شیمیایی
۳۳	پیوست پ (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد " نمونه‌برداری و انتخاب روش‌های تجزیه‌ای برای آفت‌کش‌ها و بی‌فنیل‌های چندکلره در هوا- آیین‌کار " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت معیار دانش پارس تهیه و تدوین شده است و در یک‌صد و بیست و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۴/۱۲/۱۹ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر 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 ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 4861: 2011, Standard practice for sampling and selection of analytical techniques for pesticides and polychlorinated biphenyls in air.

نمونه‌برداری و انتخاب روش‌های تجزیه‌ای برای آفت‌کش‌ها و بی‌فنیل‌های چندکلره در هوا- آیین کار

هشدار - در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی جهت نمونه‌برداری از هوا برای انواع آفت‌کش‌های رایج و بی‌فنیل‌های چندکلره (PCBs)^۱ و راهنمایی برای انتخاب روش‌های مناسب اندازه‌گیری تجزیه‌ای می‌باشد. این استاندارد به‌طور مؤثری جهت جمع‌آوری سایر ترکیبات مانند دی‌بنزو دی‌اکسین/ فوران‌های چندکلره، بی‌فنیل‌های چندبرمه، دی‌فنیل اترهای چندبرمه، هیدروکربن‌های آروماتیک چندحلقه‌ای و نفتالن‌های چندکلره از هوا کاربرد دارد، اما این استاندارد برای اندازه‌گیری تجزیه‌ای این ترکیبات کاربرد ندارد. فهرست کاملی از آفت‌کش‌ها و دیگر مواد شیمیایی آلی نیمه فرار که با این استاندارد آزمون شده‌اند، در جدول ۱ ارائه شده است.

این استاندارد بر پایه جمع‌آوری مواد شیمیایی از هوا بر روی اسفنج پلی‌اورتان (PUF)^۲ یا ترکیبی از PUF و جاذب گرانولی استوار است.

این استاندارد برای اتمسفرهای چندجزئی از غلظت‌های $0.001 \mu\text{g}/\text{m}^3$ تا $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ و دوره‌های نمونه‌برداری از ۴ ساعت تا ۲۴ ساعت کاربرد دارد. حد تشخیص به ماهیت آنالیت و طول دوره نمونه‌برداری بستگی دارد.

روش(های) تجزیه‌ای پیشنهادی به نوع ماده یا مواد ویژه موردنظر، سطح غلظت و درجه گزینش پذیری موردنیاز بستگی خواهد داشت.

این استاندارد اساساً برای استفاده به‌منظور پایش مواجهه غیرحرفه‌ای در محل‌های اقامت، ورودی ساختمان‌های عمومی و ادارات پیشنهاد می‌شود.

روش‌های شرح داده شده در این استاندارد، برای اندازه‌گیری آفت‌کش‌ها و PCBها در هوای خارجی و برای پایش مواجهه تنفسی فردی با موفقیت به‌کار برده شده است.

گستره وسیعی از آفت‌کش‌ها معمولاً در خانه و بیرون از آن برای کنترل حشرات در ساختمان‌های عمومی و تجاری استفاده می‌شود. دیگر مواد شیمیایی آلی نیمه فرار مثل PCBها اغلب در هوای داخلی ساختمان به‌ویژه در ساختمان‌های اداری بزرگ وجود دارد. این روش دقت و انحراف موردنیاز در تعیین بسیاری از این مواد شیمیایی هوابرد را بهبود می‌دهد.

1-Polychlorinated biphenyls

2-Polyurethane foam

جدول ۱- ترکیبات و روش‌های آزمون انجام شده

روش پیشنهادی	ترکیب	روش پیشنهادی	ترکیب
MS یا GC/ECD	هیپتاکلر	^۱ GC/ECD یا ^۲ MS	آلاکلر
MS یا GC/ECD	هیپتاکلر اپوکسید	MS یا GC/ECD	آلدین
MS یا GC/ECD	هگزاکلربنزن	GC/MS یا ^۳ HPLC/UV	آلترین
MS یا GC/ECD	هگزاکلروسیکلوپنتادیان ^{b,c}	MS یا GC/ECD	آروکلر ۱۲۴۲
GC/ECD	لیندان (HCH-γ)	MS یا GC/ECD	آروکلر ۱۲۵۴
HPLC/UV	لینورون	MS یا GC/ECD	آروکلر ۱۲۶۰
^۵ FPD یا GC/NPD	مالاتیون	MS یا GC/NPD ^۴	آترازین
FPD یا GC/NPD	متیل پاراتیون	GC/MS یا HPLC/UV	بندیوکارب
MS یا GC/ECD	متوکسی کلر	MS یا GC/ECD	کاپتان
MS یا GC/ECD	متولاکلر	MS یا GC/ECD	HCH (α و β-)
	مگزاکریبات	GC/MS یا HPLC/UV	هگزاکلروسیکلوهگزانها)
MS یا GC/ECD	میرکس	GC/MS یا HPLC/UV	کرباریل
HPLC/UV	مونورون	MS یا GC/ECD	کربوفوران
MS یا GC/ECD	ترانس- نوناکلر	MS یا GC/ECD	کلردان
MS یا GC/ECD	اکسی کلردان	GC/MS یا HPLC/UV	کلروتالونیل
MS یا GC/NPD, FPD,	پاراتیون	MS یا GC/ECD	کلروتلورون
MS یا GC/ECD	پنتاکلروبنزین	MS یا GC/ECD	کلرپیریفوس
MS یا GC/ECD	پنتاکلرفنول	MS یا GC/ECD ^d	سیفلوترین
GC/MS	پرمترین (سیس و ترانس)	MS یا GC/ECD	D-۲,۴-اسید، استرها و نمک‌ها
HPLC/UV یا GC/ECD یا MS	اورتو- فنیل فنول	MS یا GC/ECD	داکتال
MS یا GC/NPD, FPD,	فورات	MS یا GC/ECD	DDT - p,p
MS یا GC/NPD	پروپازین	MS یا GC/ECD	DDE - p,p
MS یا GC/NPD	پروپکسور (بایگون)	MS یا GC/NPD, FPD, MS یا GC/ECD	دیازینون
GC/MS	پیرترین	MS یا GC/ECD	دی کلران
GC/MS	رسمترین	MS یا GC/ECD	دی‌الدرین
MS یا GC/ECD	رونل	MS یا GC/ECD	دی‌کلرووس (DDVP)
GC/MS یا HPLC/UV	سیمازین	MS یا GC/ECD	دی کفول
GC/MS یا HPLC/UV	تربوتیورون	GC/MS یا HPLC/UV	دی‌کروتوفوس
MS یا GC/ECD	۱،۲،۳،۴-تتراکلروبنزن ^b	GC/MS یا HPLC/UV	دیورون
		MS یا GC/ECD	اندین

1 - Gas chromatography/ electron capture detector

2 - Mass spectrometry (در صورت در دسترس بودن همیشه توصیه می‌شود)

3 - High-performance liquid chromatography/ ultraviolet absorption detector

4 - Nitrogen- phosphorus detector

5 - flame photometric detector

جدول ۱- ادامه

روش پیشنهادی	ترکیب	روش پیشنهادی	ترکیب
MS یا GC/ECD	۱،۲،۳- تری کلروبنزن ^b	GC/MS یا HPLC/UV	فن والریت
MS یا GC/ECD	۲،۴،۵- تری کلروفنول	GC/MS یا HPLC/UV	فلومتورون
MS یا GC/ECD	تری فلورالین	MS یا GC/ECD	فولپت
MS یا GC/ECD, NPD,	وین کلوزولین	MS یا GC/NPD, FPD,	فنفسوس
<p>^b با استفاده از تله ساندویچ^۱ PUF یا ۶،۲- دی فنیل- پارا- فنیلین اکسید ^c این ترکیب در حالت محلول بسیار ناپایدار است. ^d مشتق سازی برای نمکها و اسید آزاد ضروری است.</p>			

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، سال ۱۳۸۱: آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-2 ASTM D 1356, Terminology Relating to Sampling and Analysis of Atmospheres

2-3 ASTM D 3686, Practice for Sampling Atmospheres to Collect Organic Compound Vapors (Activated Charcoal Tube Adsorption Method)

2-4 ASTM D 3687, Practice for Analysis of Organic Compound Vapors Collected by the Activated Charcoal Tube Adsorption Method

2-5 ASTM D 4185, Practice for Measurement of Metals in Workplace Atmosphere by Atomic Absorption Spectrophotometry

2-6 ASTM E 355, Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships

2-7 EPA 600/R-96/010b Compendium of Methods for the Determination to Toxic Organic Compounds in Ambient Air

2-8 EPA 821/C-99-004 Methods and Guidance for Analysis of Water, Versions 2

2-9 EPA SW-846 Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical Chemical Methods

2-10 40 CFR 136 EPA Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater

1 - Sandwich trap

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استانداردهای ASTM D 1356 و ASTM E 355 اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌رود.

۱-۳

بازده بازداری پویا^۱

توانایی محیط نمونه‌برداری برای حفظ محلول اسپایک، زمانی که هوا یا نیتروژن تحت شرایط طبیعی و در طول دوره آزمون از کارتریج نمونه‌برداری عبور می‌کند. بازده بازداری (RE) پویا معمولاً مساوی یا کمتر از بازده نمونه‌برداری (SE)^۲ است.

۲-۳

زمان بازداری نسبی (RRT)^۳

نسبت زمان‌های بازداری برای دو ماده شیمیایی در ستون کروماتوگرافی و سرعت جریان گاز حامل یکسان که مخرج آن یک ماده شیمیایی مرجع می‌باشد.

۳-۳

بازده بازداری (RE)

توانایی محیط نمونه‌برداری برای حفظ ترکیب اضافه شده (اسپایک شده) به آن در محلول مایع می‌باشد.

۴-۳

زمان بازداری (RT)^۴

زمان شویش یک ماده شیمیایی خاص از یک ستون کروماتوگرافی با یک سرعت جریان گاز حامل خاص، که از زمانی که ماده شیمیایی به جریان گاز تزریق می‌شود تا زمانی که در آشکارساز ظاهر می‌شود، اندازه‌گیری می‌شود.

1 - Dynamic retention efficiency

2 - Sampling efficiency

4- Relative retention time

5- Retention time

۵-۳

بازده نمونه برداری (SE)^۱

توانایی محیط نمونه برداری برای به دام انداختن بخارات مورد نظر می باشد. درصد آنالیت مورد نظر که به وسیله محیط نمونه برداری جمع آوری و حفظ شده هنگامی که به صورت بخار در هوا یا نیتروژن، به نمونه بردار هوا وارد می شود و نمونه بردار تحت شرایط معمول برای یک دوره زمانی مساوی یا بیشتر از زمان مورد نیاز برای استفاده مورد نظر که با درصد SE مشخص شده، کار می کند.

۶-۳

بازده بازدارایی ایستا^۲

توانایی محیط نمونه برداری برای حفظ محلول اسپایک وقتی که کارتریج نمونه برداری تحت شرایط تمیز و ساکن طی دوره آزمون ذخیره می شود.

۴ اصول آزمون

یک نمونه بردار با حجم کم (۱ l/min تا ۵ l/min) برای جمع آوری بخارات روی یک کارتریج جاذب حاوی PUF یا PUF در ترکیب با جاذب جامد دیگر، به کار می رود. ذرات هوا برد نیز ممکن است جمع آوری شوند، اما بازده نمونه برداری مشخص نمی باشد. این روش از مرجع ۱ پیوست پ گرفته شده و بر اساس EPA 600/R-96/010b، روش TO-10A است.

آفت کش ها و مواد شیمیایی دیگر از کارتریج جاذب با دی اتیل اتر ۵٪ در هگزان استخراج می شوند و می توانند با کروماتوگرافی گاز- مایع (GC) جفت شده با آشکارساز ربایش الکترونی (ECD)، آشکارساز نیتروژن- فسفر (NPD)، آشکارساز فتومتر شعله ای (FPD)، آشکارساز هدایت الکترولیتی هال (HECD)^۳ و یا یک طیف سنج جرمی اندازه گیری شوند. برای برخی از آفت کش ها، ممکن است کروماتوگرافی مایع با عملکرد بالا (HPLC) که با یک آشکارساز فرابنفش (UV) یا آشکارساز الکتروشیمیایی جفت شده است، ترجیح داده شود.

مزاحمت های ناشی از آنالیت هایی با زمان های بازدارایی مشابه در GC، از طریق بهبود تفکیک یا جداسازی مثلا با تغییر ستون کروماتوگرافی یا پارامترهای عملیاتی یا با جزء جزء کردن نمونه به وسیله کروماتوگرافی ستونی، رفع می شوند.

1-Sampling efficiency

2 - Static retention efficiency

3- Hall electrolytic conductivity detector

۱-۵ هر جداسازی کروماتوگرافی گازی یا مایع در مخلوط‌های پیچیده مواد شیمیایی آلی، به‌علت شویش هم‌زمان^۱ با دو یا چند ترکیب دیگر، با مزاحمت‌های جدی روبه‌رو می‌شود. استفاده از ستون‌های موئین یا ستون‌هایی با قطر میکرو با تفکیک بالا یا دو ستون با قطبیت مختلف اغلب این مشکلات را رفع می‌کند.

۱-۱-۵ گزینش‌پذیری ممکن است با استفاده از یک MS در حالت پایش یون‌های انتخابی (SIM)^۲ به عنوان آشکارساز GC افزایش یابد. در این حالت می‌توان ترکیباتی را که هم‌زمان شویش می‌شوند، اندازه‌گیری کرد.

۲-۵ ECD به بسیاری از ترکیبات آلی پاسخ می‌دهد. این احتمال نیز وجود دارد که چنین ترکیباتی به عنوان مزاحمت در آنالیز GC-ECD در نظر گرفته شوند. آشکارسازهای NPD, FPD و HECD ویژه عناصر هستند، اما هنوز احتمال مزاحمت وجود دارد. آشکارسازهای UV برای HPLC تقریباً عمومی هستند و آشکارساز الکتروشیمیایی ممکن است به بسیاری از مواد شیمیایی پاسخ دهد. آنالیزهای طیف‌سنج جرمی معمولاً شناسایی ترکیبات ویژه را امکان‌پذیر می‌سازد.

۳-۵ PCBها و برخی از آفت‌کش‌های آلی کلردار (برای مثال کلردان)، مخلوهای پیچیده‌ای از ترکیبات مجزا هستند که می‌توانند سبب اشکال در درستی تعیین کیفی یک فرمولاسیون ویژه در یک مخلوط چندجزئی شوند. PCBها ممکن است هم‌چنین در اندازه‌گیری آفت‌کش‌ها مزاحمت ایجاد کنند.

۴-۵ آلودگی ظروف شیشه‌ای و وسایل نمونه‌برداری با مقادیر ناچیز آفت‌کش‌ها یا PCBها، به خصوص در غلظت‌های پایین آنالیت، می‌تواند منبع اصلی خطا باشد. برای کم کردن این منبع خطا، توجه دقیق به روش‌های اجرایی تمیزکاری و جابه‌جایی در تمام مراحل نمونه‌برداری و آنالیز، ضروری است.

۵-۵ روش‌های عمومی که می‌توان به‌منظور به حداقل رساندن مزاحمت‌ها به کار برد، به شرح زیر است:

۱-۵-۵ ترکیبات قطبی، شامل آفت‌کش‌های خاص (برای مثال ترکیبات آلی فسفردار و کربامات‌ها) را می‌توان با کروماتوگرافی ستونی بر روی آلومینا حذف کرد. استفاده از این تخلیص نمونه امکان آنالیز بیشتر آفت‌کش‌های آلی کلردار و PCBها را فراهم می‌کند (مرجع ۲ پیوست پ).

۲-۵-۵ می‌توان PCBها را از آفت‌کش‌های آلی کلردار با کروماتوگرافی ستونی بر روی سیلیسیک اسید جداسازی کرد (مراجع ۳ و ۴ پیوست پ را ببینید).

۳-۵-۵ بسیاری از آفت‌کش‌ها را می‌توان با کروماتوگرافی ستونی بر روی فلورسیل^۳ به چند گروه تفکیک کرد (مرجع ۴ پیوست پ).

1 - Coelution
2 - Selected ion monitoring
3 - Florisil

۶ وسایل

۱-۶ نمونه بردار هوا

۱-۱-۶ پمپ نمونه برداری، با نرخ جریانی در محدوده ۱ l/min تا ۵ l/min. پمپ باید یک جریان ثابت هوا (حداکثر ۵٪ ±) آرام و یکنواخت را فراهم کند.

۲-۱-۶ کارتریج نمونه برداری، از جنس لوله شیشه‌ای بوریلیکاتی با قطر داخلی ۲۰ mm و طول ۱۰ cm که به منظور اتصال به پمپ از طریق یک لوله ارتجاعی دارای انتهای باز با قطر خارجی ۷ mm می باشد (شکل ۱ را ببینید).



شکل ۱- الف - کارتریج نمونه برداری PUF، ب - کارتریج نمونه برداری ساندویچ PUF

۳-۱-۶ جاذب، PUF، در استوانه‌ای با قطر ۲۲ mm و طول ۷٫۶ cm محصور است و با فشار کم درون کارتریج قرار گرفته است. توصیه می‌شود، PUF از نوع پلی‌اتر با دانسیته 0.22 g/cm^3 باشد. این نوعی اسفنج است که در مبل، بالش و تشک استفاده می‌شود. توصیه می‌شود سیلندرهای PUF (تویی‌ها) قطری کمی بزرگ‌تر از قطر داخلی کارتریج داشته باشد. بهتر است از طریق یکی از روش‌های زیر برش داده شوند:

۱-۳-۱-۶ با استفاده از یک وسیله برش دهنده با سرعت بالا، مثل چوب‌پنبه سوراخ‌کن موتوری. جهت روان کاری وسیله برش‌دهنده توصیه می‌شود از آب درجه ۲ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده شود.

۲-۳-۱-۶ با استفاده از یک برش‌گر سیم- داغ، برای جلوگیری از تخریب حرارتی اسفنج احتیاط لازم است.

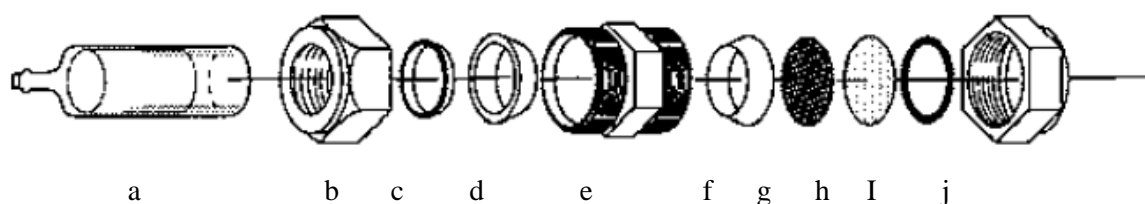
۳-۳-۱-۶ با استفاده از قیچی، درحالی که بین دو الگوی دایره‌ای ۲۲ mm پرس می‌شود.

۴-۱-۶ به‌طور جایگزین، تویی‌های PUF از پیش استخراج شده و کارتریج‌های شیشه‌ای را می‌توان از یکی از فروشندگان تجاری تهیه کرد.

۵-۱-۶ صافی ذره‌ای، اگر نیاز باشد، می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد. بازده جمع‌آوری PUF برای ذرات هوا برد با قطر کوچک ($0.1 \mu\text{m}$ تا $1 \mu\text{m}$) تنها حدود ۲۰٪ است (مرجع ۵ پیوست پ). با این حال بیشتر

آفت‌کش‌ها و PCBهایی که در هوا در شرایط پایدار وجود دارند، عمدتاً به‌صورت بخار هستند. بیشتر آفت‌کش‌ها یا PCBهایی که همراه ذرات هستند، تمایل دارند پس از جمع‌آوری از صافی تبخیر شوند. نمونه‌برداری جمع‌آوری شده با پیش‌فیلتر فیبری کوارتزی یا بدون آن، نتایج غیرقابل تشخیصی برای گستره وسیعی از آفت‌کش‌ها و PCBها در هوای داخلی به‌دست می‌دهد.

۱-۵-۱-۶ یک صافی روباز را می‌توان به‌وسیله یک لوله ۲۵/۴ mm به کارتریج نمونه‌برداری متصل کرد. یک فیبر کوارتزی میکرو با قطر ۳۲ mm بدون چسباننده، فیلتر شستشو داده شده با اسید، در انتهای باز آن قرار داده شده و با کمک یک توری^۱ یا صفحه فلزی سوراخ شده (برای مثال، یک صفحه فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴، با ضخامت ۰/۸ mm و قطر سوراخ دایره‌ای ۱/۶ mm با ۲۰ سوراخ در هر سانتی‌متر مربع، ۴۱٪ فضای باز) محافظت می‌شود. یک واشر فلوروالاستومر یا پلی‌تترافلئورواتیلن (PTFE)^۲، بین صافی و مهره بیرونی به‌منظور درزبندی، قرار داده می‌شود (شکل ۲ را ببینید).



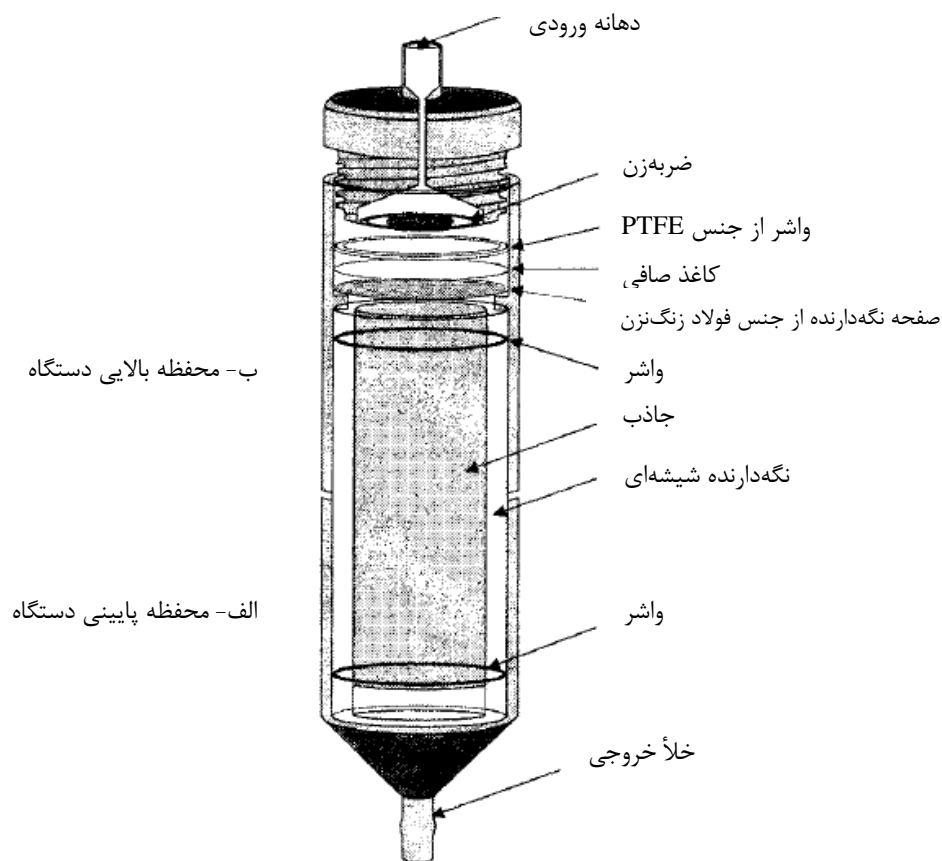
راهنما:

a	کارتریج نمونه‌برداری
b	مهره داخلی
c	بست فلزی ^۳ پشتی
d	بست فلزی جلویی
e	اتصال
f	بست فلزی جلویی
g	محافظ صافی
h	صافی
i	واشر فلوروالاستومری یا PTFE
j	مهره خارجی

شکل ۲- مجموعه یک صافی روباز

۶-۱-۶ ورودی ضربه‌زن دارای خاصیت گزینش‌پذیری اندازه، با اندازه ذراتی با قطر متوسط ۲/۵ μm یا ۱۰ μm با سرعت نمونه‌برداری ۴ l/min، می‌تواند برای جلوگیری از ورود مواد ذره‌ای هواگرد غیرقابل تنفس استفاده شود. مثالی از یک نمونه‌بردار با ورودی گزینش‌پذیر در اندازه، محافظ صافی ذرات، نگه‌دارنده کارتریج نمونه‌برداری در شکل ۳ نشان داده شده است. این کارتریج نمونه‌برداری به صورت تجاری در دسترس است.

1 - Screen
2 - Polytetrafluoroethylene
3 - Ferrule



شکل ۳- مجموعه نمونه برداری از هوا دارای ورودی گزینش پذیر در اندازه، صافی ذره‌ای و کارتریج جاذب شیشه‌ای

- ۲-۶ وسایل و واکنشگرها برای استخراج و تغلیظ نمونه
- ۱-۲-۶ بالن‌های ته‌گرد، با ظرفیت ۵۰۰ ml، \$ (اتصال صفحه شیشه‌ای استاندارد) اتصال‌های ۲۴/۴۰
- ۲-۲-۶ استخراج‌کننده‌های سوکسله، با ظرفیت ۳۰۰ ml، مجهز به مبردهای برگشتی
- ۳-۲-۶ تغلیظ‌کننده‌های کودرنا-دنیس (K-D)^۱، با ظرفیت ۵۰۰ ml، مجهز به ستون‌های اسنایدرا^۲
- ۴-۲-۶ لوله‌های تغلیظ‌کننده مدرج، با ظرفیت ۱۰ ml، مجهز به درپوش‌های \$ ۱۹/۲۲
- ۵-۲-۶ لوله‌های تغلیظ‌کننده مدرج، با ظرفیت ۱ ml، مجهز به درپوش‌های \$ ۱۴/۲۰
- ۶-۲-۶ نوار TFE-فلوئوروکربن، ۱۴ mm
- ۷-۲-۶ لوله‌های صافی، با اندازه ۴۰ mm (قطر داخلی) در ۸۰ mm
- ۸-۲-۶ ویال، سرم، با ظرفیت ۱ ml و ۵ ml، مجهز به درپوش‌های پوشانده شده با نوار TFE-فلوئوروکربن
- ۹-۲-۶ پی‌پت پاستور، ۳۰ cm
- ۱۰-۲-۶ پشم‌شیشه، حرارت داده شده در دمای $500 \square C$
- ۱۱-۲-۶ گرانول‌های جوش، حرارت داده شده در دمای $500 \square C$

1 - Kuderna- Danish

2 - Snyder

- ۱۲-۲-۶ پنس، از جنس فولاد زنگ‌نزن، ۲۳ cm
- ۱۳-۲-۶ دستکش، از جنس لاتکس و پلی‌وینیل استات
- ۱۴-۲-۶ حمام بخار
- ۱۵-۲-۶ ژاکت حرارتی، با اندازه ۵۰۰ ml
- ۱۶-۲-۶ تبخیرکننده تجزیه‌ای، نیتروژن از پایین دستگاه با کنترل جریان قابل تنظیم دمیده می‌شود و مجهز به حمام آب با کنترل دمایی $\pm 5^{\circ}\text{C}$
- ۱۷-۲-۶ استون، کیفیت آفت‌کش
- ۱۸-۲-۶ نرمال‌هگزان، کیفیت آفت‌کش
- ۱۹-۲-۶ دی‌اتیل اتر، با ۲٪ اتانول باقی‌مانده
- ۲۰-۲-۶ سدیم سولفات، بدون آب، با درجه خلوص تجزیه‌ای
- ۲۱-۲-۶ حلال‌های HPLC، در صورتی که نیاز باشد.
- ۳-۶ خلوص واکنشگرها، به جز موارد مشخص شده در این استاندارد در همه آزمون‌ها باید از شناساگرهای خالص شیمیایی با درجه خلوص تجزیه‌ای استفاده شود. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.
- ۴-۶ آب، آب درجه ۲ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.
- ۵-۶ دستگاه‌های تجزیه‌ای
- ۱-۵-۶ کروماتوگرافی گازی (GC)، مجهز به آشکارساز(های) مناسب و یک آون کنترل‌شده هم‌دمای یا آون حرارتی با برنامه‌ریزی دمایی. حدود تشخیص ممکن است با استفاده از یک GC مجهز به تزریق‌کننده روی ستون سرد^۱ یا تقسیمی بهبود یابد.
- ۲-۵-۶ ستون‌های کروماتوگرافی گازی، مثل یک ستون با قطر داخلی ۰٫۲۵ mm یا ۰٫۳۲ mm و طول ۳۰ m، از جنس پلی (۵٪ دی‌فنیل - ۹۵٪ دی‌متیل سیلوکسان)^۲، (۵۰٪ فنیل) متیل پلی‌سیلوزان^۳، سیلیکای جوش‌خورده و دیگر ستون‌هایی که به صورت تجاری در دسترس هستند.
- ۳-۵-۶ ستون HPLC، مثل یک ستون با قطر داخلی ۴٫۶ mm و طول ۱۵ cm و فاز معکوس اکتادسیل دی‌متیل سیلان (C-18) یا سیلیکاژل متخلخل، سایر ستون‌ها نیز ممکن است نتایج قابل قبولی فراهم کنند.
- ۴-۵-۶ میکروسرنج، با حجم ۵ μl یا دیگر مقادیر مناسب.
- ۷ روش انجام نمونه‌برداری

۱-۷ برای پاکسازی اولیه، توپی PUF را در یک استخراج‌کننده سوکسله قرار داده و با استون به مدت ۱۴ ساعت تا ۲۴ ساعت با آهنگ ۴ دور بر ساعت تا ۶ دور بر ساعت استخراج کنید (اگر از توپی‌های PUF تجاری از پیش استخراج شده استفاده می‌شود، استخراج با استون نیاز نیست). همانند مرحله قبل، یک

1 - Cool on- column

2 - poly(5 % -diphenyl-95 % - dimethylsiloxane)

3 - (50 % -phenyl)-methylpolysiloxane

- استخراج سوکسله را به مدت ۱۶ ساعت با ۵٪ دی‌اتیل اتر در نرمال‌هگزان انجام دهید. هنگام استفاده مجدد از کارتریج‌ها، می‌توان از ۵٪ اتر در نرمال‌هگزان به عنوان حلال پاکسازی استفاده کرد.
- ۲-۷ توپ‌های PUF استخراج شده را در آن خلأ متصل به هواکش آبی قرار داده و در دمای اتاق به مدت ۲ ساعت تا ۴ ساعت خشک کنید (تا زمانی که بوی حلال استشمام نشود). به‌طور جایگزین، می‌توان آن‌ها را در دمای اتاق در محفظه غیرقابل نفوذ در برابر هوا با گردش نیتروژن (درجه صفر) خشک کنید.
- ۱-۲-۷ توپ‌های PUF را با استفاده از دستکش و پنس در یک کارتریج نمونه‌برداری برچسب‌دار قرار دهید (به بند ۶-۲-۱۳ مراجعه شود) کارتریج را با ورق آلومینیوم شستشو شده با هگزان پیچیده و در ظروف شیشه‌ای دارای درپوش TFE-فلوئوروکربن قرار دهید. هم‌چنین ورق آلومینیومی را برای شناسایی با استفاده از پراب نوک پهن^۱ علامت‌گذاری کنید.
- ۳-۷ جاذب‌های گرانولی را می‌توان با PUF ترکیب کرد تا محدوده کاربرد آن را برای ترکیبات دارای فشار بخار اشباع بیشتر از 10^{-4} kPa گسترده کرد. یک تله ترکیبی مناسب را می‌توان با "ساندویچ کردن" لایه‌ای از جاذب پلیمری گرانولی، مانند ۲،۶-دی‌فنیل-پارا-فنیلین اکسید یا دانه‌های پلیمری استایرن دی‌وینیل بنزن بین دو توپ‌های PUF از قبل تمیز شده با ابعاد ۲۲ mm (قطر) در ۳٫۸ cm، همان‌طور که در شکل ۱ کارتریج ب نشان داده شده است، نصب کرد. توصیه می‌شود جاذب‌های گرانولی از قبل مطابق بند ۱-۷ استخراج شود. این تله را می‌توان استخراج کرد، در خلأ خشک کرد و بدون تخلیه آن را پاک کرد.
- ۴-۷ قبل از استفاده از کارتریج‌ها، حداقل یک کارتریج از هر بسته را به عنوان شاهد آزمایشگاه آنالیز کنید. یک سطح شاهد کمتر از ۱۰ ng/plug برای هر ترکیب قابل قبول است. برای مخلوط‌های چند جزئی (برای مثال PCBها)، بهتر است سطح شاهد کمتر از ۱۰۰ ng/plug باشد.
- ۵-۷ بعد از این که سیستم نمونه‌برداری فراهم شد و مطابق بند ۸ کالیبره گردید، می‌توان برای جمع‌آوری نمونه‌های هوا به صورت زیر عمل کرد:
- ۱-۵-۷ توصیه می‌شود کارتریج‌های نمونه‌برداری تا ۳۰ روز پس از بارگذاری مورد استفاده قرار گیرد.
- ۲-۵-۷ بهتر است کارتریج‌های نمونه‌برداری تنها با دستکش‌های پلاستیکی پلی‌وینیل استات یا لاتکس تمیز جابه‌جا شود.
- ۳-۵-۷ پوشش آلومینیومی را با دقت از کارتریج‌ها باز کنید و آن را برای استفاده بعدی به شیشه‌ها برگردانید.
- ۴-۵-۷ کارتریج را با یک لوله انعطاف‌پذیر به پمپ متصل کرده و به سوی ورودی پایین یا در یک حالت افقی قرار دهید.
- ۵-۵-۷ نمونه‌بردار را در مکانی که حداقل به فاصله ۳۰ cm امکان مسدود شدن جریان هوا نباشد، قرار دهید.
- ۶-۵-۷ ورودی کارتریج را ۱ m تا ۲ m بالاتر از کف اتاق یا زمین قرار دهید.
- ۷-۵-۷ توصیه می‌شود برای کاربردهای خارجی، پمپ و کارتریج‌های نمونه‌برداری از شرایط هوایی نامناسب محفوظ باشند.

1 - Blunt probe

- ۷-۵-۸ برای پایش در معرض قرارگیری کارکنان، بهتر است کارتریج‌ها (ورودی پایین) به وسیله یک گیره مناسب و پمپ که می‌تواند به یک کمربند^۱ متصل شده باشد، به پوشش نزدیک منطقه تنفس، متصل شود.
- ۷-۵-۸-۱ به‌طور جایگزین، کل سیستم نمونه‌برداری می‌تواند با قرار دادن پمپ در یک کیف دوربین یا هر حامل مناسب دیگر با ورودی کارتریج بدون پوشش، به اطراف حمل شود.
- ۷-۵-۸-۲ بهتر است یک دفتر ثبت فعالیت‌ها، برای نشان دادن موقعیت‌های پایش شده در دوره نمونه‌برداری، نگهداری شود.
- ۷-۵-۹ دما(ها) و فشار(ها)ی هوا را به‌صورت دوره‌ای، طی دوره نمونه‌برداری برای تصحیح داده‌های نمونه‌برداری ثبت کنید.
- ۷-۵-۱۰ در پایان دوره نمونه‌برداری، کارتریج را برداشته و در ورق آلومینیومی بیچید و آن را به ظرف‌های مهر و موم شده و برچسب‌دار برای انتقال به آزمایشگاه بازگردانید.
- ۷-۵-۱۱ توصیه می‌شود حداقل یک شاهد میدانی در محل نمونه‌برداری گرفته شود و با هر گروه از نمونه‌ها به آزمایشگاه برگردانده شود.

۸ کالیبراسیون پمپ

- ۸-۱ تمام پمپ‌های نمونه‌برداری هوا باید قبل از استفاده، در آزمایشگاه کالیبره شود. برای کالیبراسیون صحیح کارتریج، نمونه‌برداری را طی کالیبراسیون متصل کنید. لوله حبایی وینیلی یا دیگر وسایل (برای مثال درپوش لاستیکی یا اتصال شیشه‌ای) ممکن است برای اتصال انتهای بزرگ کارتریج به سیستم کالیبراسیون استفاده شود. برای کالیبراسیون پمپ‌های هوا با حجم کم به پیوست استانداردهای ASTM D 3686 یا ASTM D 4185 مراجعه کنید.

۹ روش استخراج نمونه

- ۹-۱ توصیه می‌شود تمام نمونه‌ها تا یک هفته پس از جمع‌آوری استخراج شوند. در صورت امکان، بهتر است نمونه‌ها در دمای $C \ 10 -$ یا کم‌تر، تا زمان آنالیز، نگهداری شوند.
- ۹-۲ تمام ظروف شیشه‌ای را با ماده شوینده آزمایشگاه شسته، با آب آبکشی کرده و با آب مقطر شستشو دهید. سپس با یک حلال مناسب با کیفیت آفت‌کش مثل استون یا متانول بشوئید. در نهایت، در یک گرم‌خانه خلأ یا همرفتی ضدانفجار خشک کنید.
- هشدار- در صورت استفاده از گرم‌خانه بدون تهویه، فرآیند خشک کردن را در زیر یک هود مناسب تهویه بخار انجام دهید.

- ۹-۳ یک محلول اسپایک برای تعیین بازده استخراج تهیه کنید. محلول اسپایک بهتر است حاوی یک یا چند ترکیب هدف^۲ باشد به‌گونه‌ای که ساختارهای شیمیایی و خصوصیات مشابه با آنالیت‌های موردنظر را

1 - Waist belt
2 - Surrogate compounds

داشته باشد. از اکتاکلروفتالن و دی‌بوتیل کلورن‌دات، برای تعیین آفت‌کش‌های آلی کلردار به‌وسیله GC با آشکارسازی ربایش الکترون، استفاده شده است. تتراکلرو متازیلین و دکاکلروبی‌فنیل می‌توانند هم‌زمان برای اطمینان از بازیابی ترکیباتی که دیرتر یا زودتر شویس می‌شوند، استفاده شوند. برای آفت‌کش‌های آلی فسفات‌دار می‌توان از تری‌بوتیل فسفات یا تری‌فنیل فسفات استفاده کرد. توصیه می‌شود، محلول هدف به نحوی تهیه شود که اضافه کردن $100 \mu\text{l}$ آن به توپی PUF به محصول حاصل از استخراجی منجر شود که حاوی ترکیب هدف، در انتهای بالایی گستره کالیبراسیون، دستگاه باشد.

۴-۹ محلول ۵٪ دی‌اتیل‌اتر در مقدار زیادی نرمال‌هگزان تهیه کنید. 1900 ml هگزان را از یک بطری ۴ l تازه باز شده، بردارید و 100 ml از اتیل‌اتر تازه باز شده (با اتانول نگهداری شده) به یک بالن اضافه کنید.

۵-۹ برج‌های مبرد را با ۵٪ دی‌اتیل‌اتر/هگزان بشویید.

۶-۹ میز هود را با ۵٪ دی‌اتیل‌اتر/هگزان خشک کنید.

۷-۹ 300 ml ، ۵٪ دی‌اتیل‌اتر/هگزان را به بالن جوش‌ته‌گرد 500 ml اضافه کرده و سه سنگ‌جوش به آن بیفزایید.

۸-۹ صفحه بزرگی از ورق آلومینیم را با ۵٪ دی‌اتیل‌اتر/هگزان بشویید. مطمئن شوید که از ظرف پسماند شستشو استفاده می‌کنید. ورق آلومینیمی را قرار دهید و کناره میز را برای نگه‌داشتن پنس‌ها و شیشه آلات بشویید. پنس‌ها را با ۵٪ دی‌اتیل‌اتر/هگزان بشویید.

۹-۹ دستکش‌ها را بپوشید (بند ۶-۲-۱۳ را ببینید) و کارتریج نمونه‌برداری را از شیشه^۱ برداشته و ورق آلومینیوم را باز کنید. با قرار دادن کارتریج روی ورق آلومینیومی که برای پیچاندن آن استفاده می‌شود، دست زدن به آن را به حداقل برسانید.

۱۰-۹ با پنس‌هایی که از قبل شسته‌اید، به دقت توپی اسفنجی^۲ را از کارتریج نمونه‌برداری بردارید و آن را در استخراج‌کننده سوکسله 300 ml قرار دهید.

یادآوری - در صورت استفاده از تله "ساندویچ"، به دقت دیواره‌های بیرونی کارتریج را قبل از قرار دادن کارتریج درون استخراج‌کننده با پارچه‌های پنبه‌ای^۳ یا دستمال‌های آزمایشگاه مرطوب شده با هگزان یا سایر حلال‌های مناسب با کیفیت آفت‌کش تمیز کنید (پاک‌کننده‌ها را دور بریزید و به محصول حاصل از استخراج نمونه اضافه نکنید). اگر کارتریج نوع ب (شکل ۱) استفاده می‌شود، آن را در ورودی پایین (انتهای بزرگ) قرار دهید.

۱۱-۹ $100 \mu\text{l}$ از محلول اسپایک را به صورت قطره قطره به بالای توپی PUF (یا به انتهای کوچک کارتریج شیشه‌ای نوع ب) اضافه کنید.

۱۲-۹ استخراج‌کننده سوکسله را به یک بالن جوش 500 ml وصل کنید. به منظور درزبندی بهتر، اتصال را با ۵٪ دی‌اتیل‌اتر/هگزان آغشته کنید. پنس‌ها را روی پوشش ورق آلومینیوم قرار دهید.

1 - Jar

2 - Foam plug

3 - Cotton swabs

۱۳-۹ پنس‌های از قبل شسته شده را بردارید، تویی PUF را در سوکسله به لبه میانی در طول سیفون، تنظیم کنید. درون کارتریج نمونه‌برداری شیشه‌ای را با ۵٪ دی‌اتیل اتر/هگزان به داخل سوکسله بشویید. پنس‌ها را در ورق آلومینیوم قرار دهید. ورق آلومینیوم را بیچانید و کارتریج شیشه‌ای را برای شستشو و بازیافت کنار بگذارید.

۱۴-۹ سوکسله را به مبرد وصل کنید، اتصال شیشه‌ای را برای درزبندی بهتر با ۵٪ دی‌اتیل اتر/هگزان آغشته کنید.

۱۵-۹ برای تمام نمونه‌ها بندهای ۹-۹ تا ۱۴-۹ را تکرار کنید، در صورت امکان، برای اطمینان یک شاهد حلال، و یک نمونه کنترلی نیز انجام شود.

۱۶-۹ جریان آب به برج‌های مبرد را بررسی کنید و واحد گرم‌کننده را روشن کنید.

۱۷-۹ به محض این‌که نمونه‌ها شروع به جوشیدن کردند، استخراج‌کننده‌های سوکسله را بررسی کنید تا مطمئن شوید که آن‌ها پر هستند و تخلیه^۱ به‌درستی انجام می‌شود (۴ دور بر ساعت تا ۶ دور بر ساعت). اجازه دهید نمونه‌ها یک شب یا برای حداقل ۱۶ ساعت در آن بچرخند.

۱۸-۹ واحدهای گرم‌کننده را خاموش کنید و اجازه دهید نمونه‌ها تا دمای اتاق سرد شود.

۱۹-۹ تغلیظ‌کننده‌های کودرنا-دنیش (K-D) را با لوله‌های تغلیظ‌کننده تنظیم کنید، بشویید و به هر لوله تغلیظ‌کننده یک سنگ‌جوش اضافه کنید.

یادآوری ۱- از تغلیظ‌کننده‌های کنترل‌شده با ریزپردازنده که تبخیر نمونه را به‌صورت خودکار تحت شرایط گرمایی ملایم فراهم می‌نماید (برای مثال Turbo Vap) نیز می‌توان به‌جای تغلیظ‌کننده‌های K-D استفاده کرد.

یادآوری ۲- از تبخیرکننده‌های چرخشی^۲ نیز می‌توان استفاده کرد، مشروط بر این‌که کاربر دقت کند که بالن خشک نشود و بازیابی مناسبی برای استاندارد خارجی با فشار بخاری برابر با یا بیش‌تر از فرارترین آنالیت‌های فرار هدف، حاصل شود.

۲۰-۹ انتهای پایین لوله‌های صافی را با پشم شیشه پر کرده و هر لوله را با سدیم سولفات بدون آب تا حدود ۴۰ میلی‌متر پر کنید. لوله را در دهانه K-D قرار دهید.

۲۱-۹ با دقت استخراج‌کننده‌های سوکسله و بالن‌های جوش را از مبرد جدا کنید و حلال باقی‌مانده را در هر بالن جوش تخلیه کنید.

۲۲-۹ با دقت هر نمونه را از طریق لوله صافی به درون K-D بریزید. هر بالن جوش را سه بار با هگزان بشویید. هگزان را در امتداد دیواره‌های بالن جوش بچرخانید. هرگاه نمونه تخلیه شد، لوله صافی را با هگزان بشویید.

۲۳-۹ هر ستون اسنایدر را به K-D وصل کنید و محل ستون اسنایدر به اتصال مرطوب را بشویید.

۲۴-۹ هر K-D را روی حمام بخار قرار داده و نمونه را تا حدود ۵ ml تبخیر کنید.

هشدار- اجازه ندهید نمونه خشک شود.

1 - Siphoning
2 - Rotary evaporators

۲۵-۹ نمونه را از روی حمام بخار برداشته و ستون اسنایدر را با حداقل حجم هگزان بشویید. اجازه دهید نمونه خنک شود.

۲۶-۹ حجم لوله تغلیظ کننده را تا ۱۰ ml تنظیم کنید، درپوش شیشه‌ای را گذاشته و اتصال را با نوار TFE-فلوئوروکربن پوشش دهید. به‌طور جایگزین، می‌توان نمونه را به‌طور کمی (با شستشوی لوله تغلیظ کننده) به ویال‌های از پیش نشان‌دار شده انتقال داده و به حجم نهایی رساند.

۲۷-۹ استخراج شده‌های غلیظ شده را تا زمان آنالیز در دمای 10°C یا کمتر نگهداری کنید. در صورت امکان، آنالیز را تا دو هفته پس از استخراج انجام دهید. اگر به زمان نگهداری طولانی‌تری نیاز بود، توصیه می‌شود نمونه منجمد شود (در دمای 20°C یا کمتر).

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ روش‌های تجزیه‌ای که برای تعیین آفت‌کش‌ها و PCB‌های جمع‌آوری شده از هوا با این روش استفاده شده است، منتشر شده‌اند (مراجع ۲ و ۱۲ در کتاب‌نامه را ببینید).

۱-۱-۱۰ روش‌های دیگر قابل قبول برای تعیین باقی‌مانده آفت‌کش‌ها و PCB‌ها برای آنالیز نمونه‌های هوا، در استانداردهای 40 CFR 136، EPA 821/C-97/001 و EPA SW-846 آورده شده است.

۲-۱۰ آفت‌کش‌های آلی کلردار، PCB‌ها و بسیاری از آفت‌کش‌های بدون کلر به آشکارساز ربایش الکترون پاسخ می‌دهند (جدول ۱ را ببینید). بیشتر این ترکیبات می‌توانند در غلظت‌های 1 ng/ml تا 50 ng/ml با GC/ECD آنالیز شوند. روش‌های مرجع (EPA 608, 625) و 40 CFR 136 و EPA SW 846 می‌باشد. روش زیر، مناسب است:

۱-۲-۱۰ ستون GC (برای مثال ستون با قطر 0.25 mm و طول 30 m از جنس پلی (۵٪-دی‌فنیل-۹۵٪-دی‌متیل سیلوکسان با ضخامت فیلم $0.25\text{ }\mu\text{m}$) و شرایط مناسب GC را جهت جداسازی آنالیت‌های هدف انتخاب کنید. شرایط عملی نوعی برای این ستون با تزریق بدون شکاف^۱ به این ترتیب است: گاز حامل هلیوم با خلوص کروماتوگرافی با سرعت جریانی برابر با 1 ml/min تا 2 ml/min و فشار سر ستون از 48 kPa تا 60 kPa ، دمای تزریق 250°C ، دمای آشکارساز 350°C ، دمای اولیه 50°C به مدت ۲ دقیقه، سپس افزایش دما با شیب 15°C/min تا 150°C طی مدت زمان ۸ دقیقه، سپس دما با شیب 10°C/min به 295°C می‌رسد و به مدت ۵ دقیقه در این دما می‌ماند. زمان پاکسازی 1.0 دقیقه است. حجم تزریق نوعی $2\text{ }\mu\text{l}$ تا $3\text{ }\mu\text{l}$ است.

۲-۲-۱۰ نمونه استخراج شده را از فریزر خارج کنید و اجازه دهید تا دمای اتاق گرم شود.

۳-۲-۱۰ محلول استاندارد را از مواد مرجع با خلوص مشخص تهیه کنید. استانداردها با خلوص تجزیه‌ای برای آفت‌کش‌های آلی کلردار و PCB‌ها از چند منبع تجاری قابل دستیابی هستند.

۴-۲-۱۰ از محلول‌های استاندارد ترکیبات آلی کلردار موردنظر برای تعیین RRT‌ها با یک استاندارد داخلی مثل اکتاکلرو نفتالن استفاده کنید. حجم‌های $1\text{ }\mu\text{l}$ تا $3\text{ }\mu\text{l}$ یا دیگر حجم‌های مناسب را تزریق کنید.

۱۰-۲-۵ خطی بودن آشکارساز را با تزریق محلول‌های استاندارد در سه غلظت مختلف تعیین کنید به گونه‌ای که محدوده موردنیاز اندازه‌گیری‌ها را در برگیرد.

۱۰-۲-۶ دستگاه را هر روز با تزریق حداقل سه استاندارد کالیبراسیون، کالیبره کنید.

۱۰-۲-۷ ۱ µl تا ۳ µl نمونه استخراج شده را با استفاده از روش شویش حلال^۱ تزریق کنید (پاراگراف‌های مناسب در بند محاسبات استاندارد ASTM D 3687، را ببینید). حجم تزریق شده را با تقریب ۰٫۰۵ µl ثبت کنید.

۱۰-۲-۸ اگر پاسخ (ارتفاع یا سطح زیر پیک) بالاتر از محدوده خطی آشکارساز بود، نمونه استخراج شده را رقیق کرده و آنالیز را دوباره انجام دهید.

۱۰-۲-۹ مخلوط PCBها را با مقایسه مجموع ارتفاع یا مساحت زیر پیک‌های GC با پیک‌های متناظر در استاندارد، تعیین مقدار نمایید. آروکلر^۲ ۱۲۴۲ برای PCBها با زمان شویش پایین و آروکلر ۱۲۵۴ یا آروکلر ۱۲۶۰ برای PCBها با زمان شویش بالا مناسب است.

۱۰-۲-۹-۱ برای آنالیزهای ویژه هم‌نوع، تمام PCB ۲۰۹ با ترکیب دو ستون موئین GC قابل جداسازی هستند:

(۱) ستون یک: قطر ۰٫۲۵ mm و طول ۳۰ m از جنس پلی (۵۰٪ نرمال اکتیل و ۵۰٪ متیل سیلوکسان با ضخامت فیلم ۰٫۲۵ µm

(۲) ستون دو: قطر ۰٫۲۵ mm و طول ۳۰ m از جنس ۱۰۰٪ پلی (دی‌متیل پلی‌سیلوکسان) با ضخامت فیلم ۰٫۲۵ µm

یادآوری ۱- از سایر ستون‌های GC می‌توان استفاده نمود، مشروط بر این‌که PCB های ۱۲۶ و ۱۶۹ از گونه‌هایی که بسیار نزدیک به هم شسته می‌شوند، جداسازی شوند. ارتفاع قله بین PCB ۱۲۶ یا ۱۶۹ با ملاحظه مقدمه و دنباله بسیار نزدیک به هم پیک این هم‌نوع‌ها، باید کمتر از ۱۰٪ ارتفاع جفت کوتاه‌تر باشد. به مرجع ۱۱ در پیوست پ رجوع کنید. مثال‌های دیگر ستون‌ها و ستون‌های دوتایی است که به نحو مؤثری هم‌نوع‌های PCB را از هم جدا می‌کند.

یادآوری ۲- همه PCBهای هم‌نوع با حجم نسبتاً کوچکی از هوا با این روش قابل شناسایی نیستند.

۱۰-۲-۱۰ اگر PCBها و آفت‌کش‌های آلی کلردار در یک نمونه وجود داشته باشد، از جداسازی با کروماتوگرافی ستونی روی سیلیسیک اسید مطابق با مرجع ۳ یا ۴ قبل از آنالیز با GC استفاده کنید.

۱۰-۲-۱۱ اگر ترکیبات قطبی وجود دارند که در آنالیز GC/ECD مزاحمت ایجاد می‌کند، از تصفیه با کروماتوگرافی ستونی یا آلومینا، درجه فعالیت IV، مطابق با مرجع ۲ در پیوست پ استفاده کنید.

۱۰-۲-۱۲ برای تأیید، یک ستون GC دیگر با قطبیت اندکی متفاوت پیشنهاد می‌شود، به‌خصوص زمانی که یک آشکارساز غیراختصاصی به کار برده می‌شود.

۱۰-۲-۱۳ شرایط کروماتوگرافی زیر به‌منظور آنالیز GC/ECD برای آفت‌کش‌های آلی کلردار مناسب است:

1- Solvent Flush

2- Aroclor 1242

۱-۱۳-۲-۱۰ گاز حامل هلیوم با سرعت جریان ۱ ml/min، برنامه دمایی ستون: به مدت ۴ دقیقه در دمای ۹۰ °C، سپس افزایش با شیب ۱۶ °C/min تا دمای ۱۵۴ °C و افزایش با شیب ۴ °C/min تا دمای ۲۷۰ °C، آشکارساز ⁶³Ni ECD در ۳۵۰ °C. گاز کمی نیتروژن یا ۵٪ متان به علاوه ۹۵٪ آرگون با سرعت جریان ۶۰ ml/min. محفظه تزریق بدون شکاف، با حجم تزریق حداکثر ۲ μl، دمای تزریق کننده ۲۲۰ °C.

۱-۱۴-۲-۱۰ جداسازی گروهی و بهبود گزینش پذیری را می توان با جداسازی توسط کروماتوگرافی ستونی روی فلورسیل بهبود بخشید (مرجع ۴ پیوست پ).

۱-۱۵-۲-۱۰ از یک HECD در حالت کاهنده می توان به منظور بهبود گزینش پذیری به جای آشکارساز ربایش الکترون استفاده کرد. گرچه حساسیت حداقل با یک مرتبه بزرگی کاهش می یابد.

۱-۳-۱۰ آفت کش های آلی فسفردار به آشکارساز نورسنجی شعله و نیتروژن- فسفر (یونیزاسیون شعله ای قلیایی) پاسخ می دهند. بیشتر این ترکیبات را می توان در غلظت های ۵۰ ng/ml تا ۵۰۰ ng/ml با استفاده از یکی از این آشکارسازها آنالیز کرد. روش های مرجع در استانداردهای EPA SW 40 CFR 136 (EPA 622) و NIOSH 5600 و 846/8121 آورده شده است.

۱-۱-۳-۱۰ روش های ارائه شده در بندهای ۱-۲-۱۰ تا ۹-۲-۱۰ و ۱۲-۲-۱۰ تا ۱۴-۲-۱۰، به جز برای انتخاب ترکیب هدف^۱ کاربرد دارد.

۱-۲-۳-۱۰ از تری بوتیل فسفات، تری فنیل فسفات یا دیگر ترکیب (های) مناسب به عنوان جانشین برای تصدیق بازده استخراج و تعیین RRTها استفاده کنید.

۱-۴-۱۰ آفت کش های تری آزین، کاربامات و اوره را می توان با GC روی ستون های مویین غیرقطبی یا ستون های با قطبیت متوسط مثل ستون های پلی (۵٪ دی فنیل - ۹۵٪ دی متیل سیلوکسان)، (۳۵٪ - فنیل) - متیل پلی سیلوکسان، (۵۰٪ - فنیل) - متیل پلی سیلوکسان یا (۱۴٪ - سیانو پروپیل فنیل) - متیل پلی سیلوکسان با استفاده از آشکارساز نیتروژن- فسفر یا MS-SIM با حد تشخیص در گستره ۰٫۰۵ μg/ml تا ۰٫۲ μg/ml استفاده کرد. تخریب حرارتی را می توان با کاهش دمای محل تزریق تا ۲۰۰ °C کاهش داد. می توان از HPLC نیز استفاده کرد، اما حد تشخیص بالاتر (۱ μg/ml تا ۵ μg/ml) است.

۱-۱-۴-۱۰ نرمال متیل کاربامات ها را می توان با استفاده از HPLC فاز- معکوس روی یک ستون C-18 (برای مثال 40 CFR 136 (EPA 632) یا به وسیله HPLC با مشتق سازی قبل از ستون با استفاده از ارتوفتالدهید و آشکارسازی فلورسانس (برای مثال EPA 531.1 ، EPA 821/99-004 ، EPA SW 846/8318 و NIOSH 5601 , 5602 تعیین کرد). حد تشخیص ۰٫۱ μg/ml تا ۰٫۱ μg/ml را می توان به دست آورد.

۱-۵-۱۰ بسیاری از آفت کش های اوره، پیرترین ها، فنل ها و دیگر آفت کش های قطبی را می توان با موفقیت با استفاده از GC/MS با ستون های قطبی یا پس از مشتق سازی، آنالیز کرد (مرجع ۱۲ پیوست پ). برخی از آفت کش های قطبی به آنالیز به وسیله HPLC با آشکارساز UV با طول موج ثابت یا متغیر نیاز دارند (برای مثال EPA 821/C-99-004 و EPA SW 846/8325) از کروماتوگرافی فاز نرمال یا فاز معکوس می توان استفاده کرد. حدود تشخیص ۰٫۲ μg/ml تا ۱۰ μg/ml از ماده حاصل از استخراج می باشد. یک روش قابل قبول در ادامه آورده شده است:

۱-۵-۱۰ یک ستون مناسب HPLC انتخاب کنید (برای مثال ستون C18 فاز معکوس پیوندی یا غیر پیوندی یا اکستیل دی متیل سیلان (C8) یا سیلیکا ژل متخلخل کروی با قطر ۳/۹ میلی متر و طول ۱۵ cm تا ۳۰ cm).

۲-۵-۱۰ یک سیستم حلال مناسب برای فاز متحرک (برای مثال مخلوطی از متانول یا استونیتریل با آب یا مخلوطی از هپتان یا هگزان با ایزوپروپانول) انتخاب کنید. فازهای متحرک با بافرهای فسفات یا آمونیوم استات اغلب ترجیح داده می شود.

۳-۵-۱۰ روش های تجزیه ای ارائه شده در بندهای ۱-۱۰-۲ تا ۱-۱۰-۹ را دنبال کنید.

۴-۵-۱۰ در صورت وجود مزاحمت، ترکیب سیستم حلال HPLC را تنظیم کنید یا از تصفیه با استفاده از کروماتوگرافی ستونی با سیلیکا ژل، آلومینا یا فلورسیل استفاده کنید (مرجع ۴ پیوست پ).

۵-۵-۱۰ برای بهبود حساسیت برخی از اوردها، کاربامات ها و فنولیک ها می توان از یک آشکارساز الکتروشیمیایی استفاده کرد. هنگام استفاده از این آشکارساز به ویژه هنگام جداسازی اکسیژن حل شده از فاز متحرک و نمونه های استخراجی، باید مراقب بود.

۶-۵-۱۰ کلروفنول ها (دی تا پنتا) را می توان با GC/ECD یا GC/MS پس از مشتق سازی با پنتافلوئورو بنزیل برومید (40 CFR 136, EPA Method 604) آنالیز کرد.

۷-۵-۱۰ علف کش های فنوکسی استیک اسید کلردار و پنتاکلروفنل را می توان با GC/ECD یا GC/MS پس از مشتق سازی با دی آزومتان (EPA 821/C99-004, 515.1) آنالیز کرد. ستون های پلی (۵٪ - دی فنیل - ۹۵٪ - دی متیل سیلوکسان) و (۱۴٪ - سیانو پروپیل فنیل) متیل پلی سیلوکسان (با قطر داخلی ۰,۲۵ mm و طول ۳۰ m) در ۶۰ °C تا ۳۰۰ °C با شیب ۴ °C/min عملکرد خوبی نشان داده است. همچنین پنتافلوئورو بنزیل دار کردن سپس اندازه گیری با GC/ECD یا GC/MS به خوبی برای تعیین علف کش های اسیدی به کار برده شده است (برای مثال EPA SW 846/ 8151 A).

۶-۱۰ یک طیف سنج جرمی در حالت پیمایشی^۱ کامل برای تایید و شناسایی آفت کش ها سودمند است. یک طیف سنج جرمی در حالت پایش یون های انتخاب شده (SIM)^۲ را می توان به عنوان یک آشکارساز حساس برای تعیین باقی مانده محدود و وسیعی از آفت کش ها استفاده کرد.

۱-۶-۱۰ بیشتر آفت کش هایی که در جدول ۱ نشان داده شده است با موفقیت با استفاده از GC/MS-SIM تعیین شده اند. پارامترهای عملیاتی نوعی GC در بند ۱-۲-۱۰ توضیح داده شده است.

۱-۱-۶-۱۰ مثال هایی از روش های GS/MS که با موفقیت برای تعیین باقی مانده آفت کش ها و PCB ها به کار برده شده است را می توان در مرجع ۱۲ پیوست پ و مراجع دیگر یافت.

۲-۶-۱۰ طیف سنج جرمی معمولاً با استفاده از یونش برخورد الکترون در حالت یون مثبت (۷۰ eV) کار می کند. دیگر عوامل دستگاهی، ویژه دستگاه هستند.

۳-۶-۱۰ پارا تر فنیل - دی ۱۴، معمولاً به عنوان استاندارد خارجی برای GC/MS استفاده می شود.

1 - Full- Scanning

2 - Selected- ion monitoring (SIM)

۱۰-۶-۴ معمولاً تعیین مقدار با استفاده از روش استاندارد داخلی انجام می‌شود. ۱ و ۴-دی کلروبنزن، نفتالن-دی ۸، اسنفتن-دی ۱۰، فنانتن-دی ۱۰، کرایسن-دی ۱۲ و پرایلن-دی ۱۲ معمولاً به عنوان استانداردهای داخلی به کار می‌روند.

۱۰-۷ برای روش تزریق شویش حلال، تعیین زمان‌های بازداری نسبی و سایر روش‌های مربوط به آنالیزهای GC و HPLC، به استاندارد ASTM D 3687 مراجعه کنید.

۱۰-۸ اگر غلظت‌ها برای شناسایی با روش تجزیه‌ای انتخابی بسیار پایین است، ماده استخراج شده را می‌توان به ۱ ml یا ۰.۵ ml با کنترل دقیق تبخیر تحت یک اتمسفر خنثی، تغلیظ کرد. روش زیر مناسب است:

۱۰-۸-۱ لوله تغلیظ‌کننده K-D را در یک حمام آب و دستگاه تبخیرکننده تجزیه‌ای (نیترژن از پایین دمیده می‌شود) قرار دهید. توصیه می‌شود دمای حمام آب بین ۲۵ °C تا ۵۰ °C باشد. به‌طور جایگزین، می‌توان از یک تغلیظ‌کننده خودکار که با ریزپردازنده کنترل می‌شود، استفاده کرد.

یادآوری- اگر تغلیظ اولیه با یک تبخیرکننده چرخشی بود، تغلیظ شده را به صورت کمی، از بالن تبخیرکننده چرخشی به یک لوله K-D یا دیگر لوله‌های تغلیظ‌کننده میکرو مناسب برای تغلیظ نهایی، انتقال دهید.

۱۰-۸-۲ جریان نیترژن را با سوزن تزریق^۱ تنظیم کنید تا جریان آرامی فراهم شود.

۱۰-۸-۳ با دقت سوزن تزریق را به درون لوله تغلیظ تا فاصله حدود ۱ cm بالای سطح مایع وارد کنید.

۱۰-۸-۴ محل قرار گرفتن سوزن را تا زمانی که سطح مایع کاهش می‌یابد، تنظیم کنید.

۱۰-۸-۵ حجم را تا کمی زیر سطح موردنظر کاهش دهید.

۱۰-۸-۶ حجم نهایی را با دقت به وسیله شستشوی سر سوزن و لوله تغلیظ با حلال (معمولاً نرمال هگزان)، تنظیم کنید.

۱۱ محاسبات

۱-۱۱ تعیین غلظت

۱-۱-۱۱ غلظت آنالیت در محلول استخراج شده با استفاده از منحنی استاندارد به دست می‌آید که ارتفاع یا مساحت پیک به صورت خطی در برابر غلظت برحسب نانوگرم بر میلی‌لیتر (ng/ml) رسم می‌شود.

۱-۱-۲ از منحنی استاندارد، نانوگرم آنالیت استاندارد هم ارز با ارتفاع یا مساحت پیک برای یک ترکیب خاص را تعیین کنید.

۱-۱-۳ مشخص کنید که آیا شاهد میدانی، آلوده شده است. توصیه می‌شود میزان شاهد بیش‌تر از ۱۰ ng در هر نمونه برای آفت‌کش‌های آلی کلردار یا ۱۰۰ ng در هر نمونه برای PCBها و دیگر آفت‌کش‌ها نباشد. اگر شاهد آلوده شده است، نمونه‌برداری مشکوک است (بند مناسب را در استاندارد ASTM D 3686 ببینید).

۱-۱-۴ میزان ترکیب در نمونه با استفاده از رابطه ۱ محاسبه می‌شود:

1 - Hypodermic needle

$$A = 1000 \left(\frac{A_s \times V_e}{V_i} \right) \quad (1)$$

که در آن:

A مقدار آنالیت در نمونه، برحسب نانوگرم؛

A_s مقدار محاسبه شده ماده تزریق شده روی کروماتوگراف بر اساس منحنی کالیبراسیون برای استاندارد تزریق شده برحسب نانوگرم؛

V_e حجم نهایی استخراج شده بر حسب میلی لیتر؛

V_i حجم ماده حاصل از استخراج تزریق شده برحسب میکرولیتر؛

۱۰۰۰ ضریب موردنیاز برای تبدیل میکرولیتر به میلی لیتر می باشد.

۵-۱-۱۱ بازده استخراج (EE) از بازیابی اسپایک جایگزین^۱ با استفاده از رابطه ۲ به دست می آید:

$$EE(\%) = \frac{S}{S_a} \times 100 \quad (2)$$

که در آن:

S مقدار اسپایک بازیابی شده برحسب نانوگرم؛

S_a مقدار اسپایک اضافه شده به تویی برحسب نانوگرم می باشد.

۶-۱-۱۱ مقدار کل بر حسب نانوگرمهایی که در نمونه یافت می شود با استفاده از رابطه ۳ برای بازده استخراج و شاهد آزمایشگاه تصحیح می شود:

$$A_c = \frac{A - A_o}{EE(\%)} \quad (3)$$

که در آن:

A_c مقدار تصحیح شده آنالیت در نمونه برحسب نانوگرم؛

A_o مقدار آنالیت در شاهد برحسب نانوگرم می باشد.

۷-۱-۱۱ حجم کل هوای نمونه برداری شده تحت شرایط محیط را با استفاده از رابطه ۴ محاسبه کنید:

$$V_a = \frac{\sum_{i=1}^n (T_i \times F_i)}{1000 \text{ L/m}^3} \quad (4)$$

که در آن:

V_a حجم کل هوای نمونه برداری شده بر حسب مترمکعب؛

T_i طول بخش نمونه برداری بین کنترل های جریان برحسب دقیقه؛

F_i جریان میانگین در طول بخش نمونه برداری برحسب لیتر بر دقیقه می باشد.

۸-۱-۱۱ حجم هوا را در دمای °C ۲۵ و فشار ۷۶۰ mmHg (شرایط STP) مطابق رابطه ۵ تصحیح کنید:

1- Surrogate spike

$$V_s = V_s \left(\frac{P_b - P_w}{760 \text{ mm Hg}} \right) \times \left(\frac{298 \text{ K}}{T_a} \right) \quad (5)$$

که در آن:

- V_s حجم هوا در شرایط استاندارد بر حسب مترمکعب؛
- P_b فشار بارومتر میانی هوای محیط بر حسب میلی‌متر جیوه؛
- P_w فشار بخار آب در دمای کالیبراسیون بر حسب میلی‌متر جیوه؛
- T_a دمای میانی محیط بر حسب کلون می‌باشد.

۹-۱-۱۱ در صورتی که معیارها برای یک نمونه مناسب برآورده شود، غلظت C_a ترکیب بر حسب نانوگرم بر متر مکعب (ng/m^3) هوا با استفاده از رابطه ۶ محاسبه می‌شود:

$$C_a = \frac{A_c}{V_s} \times \frac{100}{SE(\%)} \quad (6)$$

که در آن:

SE بازده نمونه‌برداری است که مطابق پیوست الف تعیین می‌شود.

۱۰-۱-۱۱ مطلوب است مقدار غلظت هوا مطابق رابطه ۷ به قسمت در تریلیون (ppt) (وزنی/وزنی) در هوای خشک در شرایط STP تبدیل شود:

$$ppt = 0.844 C_a \quad (7)$$

۱۱-۱-۱۱ برای تبدیل غلظت هوا به قسمت در تریلیون (pptv) (حجمی/حجمی) در شرایط STP از رابطه ۸ استفاده می‌شود:

$$pptv = \frac{24.45 C_a}{MW} \quad (8)$$

که در آن:

MW وزن مولکولی ترکیب مورد نظر می‌باشد.

۱۲-۱-۱۱ در صورتی که تعیین مقدار جسم با استفاده از یک استاندارد داخلی انجام می‌شود، یک ضریب پاسخ نسبی (RRF) با استفاده از رابطه ۹ محاسبه می‌شود:

$$RRF = I_s C_{is} / I_{is} C_s \quad (9)$$

که در آن:

- I_s سطح انتگرال گیری شده پیک آنالیت هدف؛
- I_{is} سطح انتگرال گیری شده پیک استاندارد داخلی؛
- C_s غلظت استاندارد داخلی می‌باشد.

۱۳-۱-۱۱ غلظت آنالیت، C_x ، در نمونه با استفاده از رابطه ۱۰ محاسبه می‌شود:

$$C_x = I_x / RRF \quad (10)$$

که در آن:

I_x سطح انتگرال گیری شده پیک آنالیت هدف؛
 RRF ضریب پاسخ نسبی می باشد.

۱۲ حساسیت روش

۱-۱۲ به طور کلی چندین پارامتر مختلف هم در مرحله نمونه برداری و هم در مراحل آنالیز این روش حساسیتی را که با آن هر ترکیب آشکارسازی می شود، تعیین می کند. به طوری که با افزایش حجم هوای نمونه برداری شده، حساسیت تشخیص متناسب با حدود تنظیم شده افزایش می یابد:

الف- بازده بازداري برای هر ترکیب خاص که بر روی توپی PUF به دام انداخته شده است و ب- مزاحمت زمینه که به آنالیز هر ترکیب خاص در یک محل مشخص نمونه برداری شده بستگی دارد.
 حساسیت تشخیص نمونه ها با استخراج بازیابی می شود که به موارد زیر بستگی دارد:
 الف- پاسخ ذاتی خاص آشکارساز GC که در مرحله اندازه گیری استفاده می شود
 ب- میزانی که نمونه برای آنالیز تغلیظ شده است. تنظیم پارامترهای مختلف برای رسیدن به حدود تشخیص مورد نیاز، مسئولیت انجام دهنده (انجام دهندگان) نمونه برداری و مراحل آنالیز می باشد.

۱۳ دقت و انحراف^۱

۱-۱۳ دقت و انحراف در این نوع روش تجزیه ای به دقت و انحراف روش تجزیه ای برای هر ترکیب مورد نظر و دقت و انحراف فرآیند نمونه برداری بستگی دارد.

۲-۱۳ زمانی که کارتریج های نمونه برداری تکراری استفاده می شود ($N > 5$)، تجدیدپذیری این روش برای بیشتر ترکیبات در محدوده $\pm 5\%$ تا $\pm 30\%$ (اندازه گیری شده بر حسب انحراف استاندارد نسبی) ارزیابی شده است. بازیابی های نمونه برای ترکیبات منفرد معمولاً در محدوده 90% تا 110% می باشد، اما بازیابی های در محدوده 65% تا 125% قابل قبول می باشد. استفاده از PUF به تنهایی ممکن است منجر به بازیابی های کمتری برای ترکیبات فرارتر شود (برای مثال برای ترکیباتی که فشار بخار اشباع آن ها بزرگتر از 10^{-4} kPa باشد). در این موارد، از جاذب پلیمری گرانبوی به تنهایی یا در ترکیب با PUF استفاده می شود (کارتریج b در شکل ۱ را ببینید).

۳-۱۳ بازده نمونه برداری و دقت داده ها در یک گروه از آفت کش های رایج، PCB ها و دیگر مواد شیمیایی آلی نیمه فرار در جداول ب-۱ و ب-۲ آورده شده است.

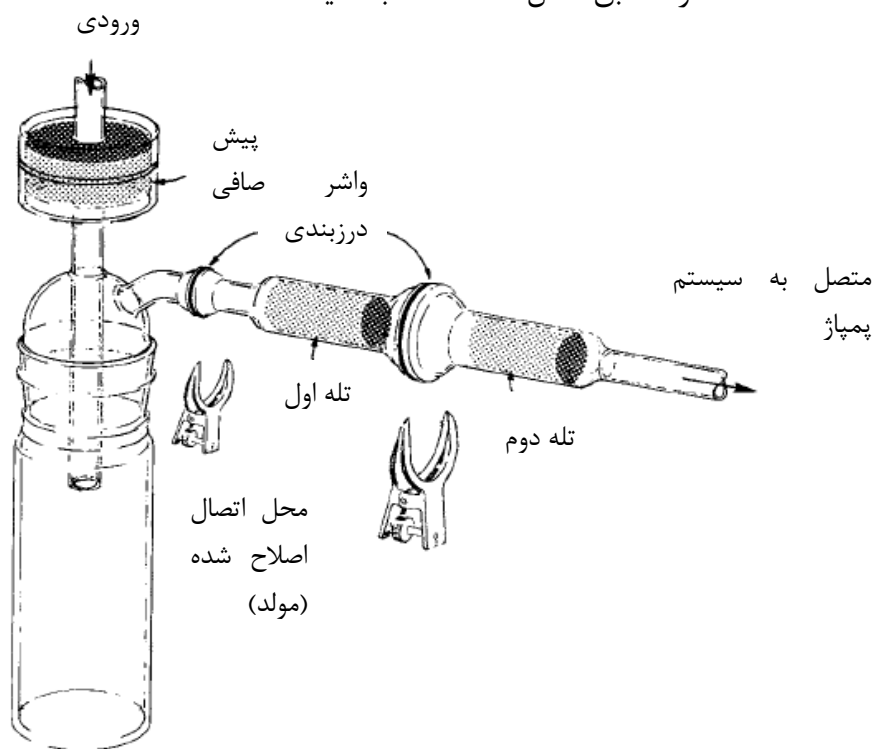
پیوست الف

(الزامی)

تعیین بازده نمونه برداری و بازیابی اسپایک

الف-۱ قبل از به کار بردن این روش، توصیه می شود کاربر بازده نمونه برداری را برای ترکیب مورد نظر تعیین کند. بازده های نمونه برداری نشان داده شده در پیوست ب-۱ تقریباً برای 1 m^3 هوا در دمای حدود 25°C ، نمونه برداری شده در $3/8 \text{ l/min}$ تعیین شده است. بازده های نمونه برداری برای آفت کش ها به مدت ۲۴ ساعت در $3/8 \text{ l/min}$ و دمای 25°C در پیوست ب-۲ نشان داده شده است. برای ترکیباتی که در فهرست نیست، زمان های نمونه برداری طولانی تر، سرعت های جریان متفاوت یا سایر دماهای هوا، برای تعیین بازده های نمونه برداری، از روش زیر می توان استفاده کرد:

الف-۱-۱ دستگاه را مطابق شکل الف-۱ نصب کنید.



شکل الف-۱- دستگاه تعیین بازده نمونه برداری

الف-۱-۲ PUF تمیز را در پیش صافی قرار دهید و ورودی را به خط نیتروژن وصل کنید. به طور جایگزین، می توان کل مجموعه را درون جعبه دستکش دار یا محفظه ایزوله پر شده با نیتروژن قرار داد.

هشدار- توصیه می شود از نیتروژن خالص به جای هوا استفاده کنید تا از اکسایش ترکیبات هنگام آزمون جلوگیری کند. اگر چنین اکسایشی اتفاق بیفتد، مشخص نیست چه چیزی در طول نمونه برداری رخ می دهد و ممکن است منجر به نتایج نادرست در بازده های نمونه برداری شود.

الف-۱-۳ تویی های PUF، با ابعاد ۲۲ mm در ۷٫۶ cm را در سینی های اولیه و ثانویه قرار دهید و به پمپ وصل کنید.

الف-۱-۴ یک محلول استاندارد از ترکیب موردنظر را در یک حلال فرار مثل هگزان، پنتان یا بنزن تهیه کنید.

الف-۱-۵ حجم کوچکی (برای مثال ۱ ml) از محلول استاندارد را که به درستی اندازه گیری شده است، درون ایمپینجر اصلاح شده میدجت^۱ قرار دهید.

الف-۱-۶ پمپ را در سرعت نمونه برداری که در کاربرد میدانی استفاده می شود، تنظیم کنید.

الف-۱-۷ پمپ را روشن کنید و نیتروژن را از درون مجموعه برای یک دوره زمانی مساوی با یا بیش تر از کاربرد میدانی در نظر گرفته شده، عبور دهید.

الف-۱-۸ تویی های PUF را جدا کنید و جداگانه مطابق روش مطرح شده در بندهای ۹ و ۱۰ آنالیز کنید.

الف-۱-۹ محل اتصال را با هگزان یا حلال مناسب دیگر بشویید و به طور کمی برای آنالیز به بالن حجم سنجی یا لوله تغلیظ انتقال دهید.

الف-۱-۱۰ بازده نمونه برداری را با استفاده از رابطه الف-۱ محاسبه کنید.

$$\% SE = \left(\frac{W_t}{W_0 - W_r} \right) \times 100 \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن:

W_0 مقدار اولیه ترکیب اضافه شده به محل اتصال؛

W_r باقی مانده در محل اتصال در پایان آزمون؛

W_t مقدار ترکیب استخراج شده از تله اول می باشد.

الف-۱-۱۱ اگر ماده در تله دوم یافت شود، نشان می دهد که شکست^۲ رخ داده است. افزایش مقدار موجود در تله دوم، W_2 ، به W_1 نشان دهنده بازده کلی نمونه برداری یک سیستم نمونه برداری تله ترکیبی^۳ می باشد.

الف-۱-۱۲ مجموع W_1 و W_2 (در صورت وجود) و W_r باید مساوی W_0 باشد در غیر این صورت آزمون باطل است.

الف-۱-۱۳ اگر ترکیب موردنظر به اندازه کافی فرار نباشد که در دمای اتاق تبخیر شود، می توان جهت کمک به فرار سازی آن، محل اتصال را در حمام آب یا دیگر گرمکن مناسب تا حداکثر دمای 50°C حرارت داد.

الف-۱-۱۴ اگر ترکیب موردنظر در دمای 50°C یا بدون تخریب حرارتی تبخیر نشود، بازده بازداری پویا (RE_d)^۴ برای تخمین بازده نمونه برداری ممکن است استفاده شود. RE به صورت زیر تعیین می شود:

الف-۱-۱۴-۱ به یک جفت تویی PUF، آهسته و قطره قطره محلول استاندارد (بند الف-۱-۴ را ببینید) را به یک انتهای هر تویی اسپایک کنید. بیش از ۰٫۵ ml تا ۱ ml از محلول اضافه نکنید. توصیه می شود مقادیر اضافه شده به هر تویی تا حد امکان مشابه باشد.

1 - Modified Midget impinger

2 - Breakthrough

3 - Tandem- trap

1- Dynamic retention efficiency

الف-۱-۱۴-۲ اجازه دهید توپی در مکانی تمیز و محافظت شده (برای مثال دسیکاتور) به مدت ۲ ساعت خشک شود.

الف-۱-۱۴-۳ یک توپی اسپایک شده را در تله اول قرار دهید به طوری که انتهای اسپایک شده در ورودی قرار گیرد و توپی اسپایک نشده و تمیز در تله دوم قرار گیرد.

الف-۱-۱۴-۴ توپی اسپایک شده دیگر را در ورق آلومینیومی که با هگزان شسته شده، بپیچید و در طول آزمون در محلی تمیز نگه دارید. این توپی جهت کنترل ایستا است.

الف-۱-۱۴-۵ مطابق با بندهای الف-۱-۶ و الف-۱-۷ نیتروژن یا هوای محیط از قبل صاف شده را از درون مجموعه عبور دهید.

یادآوری- محل اتصال را می توان کنار گذاشت.

الف-۱-۱۴-۶ هر توپی PUF را جداگانه مطابق با روش بندهای ۹ و ۱۰ آنالیز کنید.

الف-۱-۱۴-۷ درصد بازده بازداری پویا، RE_d %، را با استفاده از رابطه الف-۲ محاسبه کنید:

$$\% RE_d = \left(\frac{W_l}{W_0} \right) \times 100 \quad (\text{الف-۲})$$

که در آن:

W_0 مقدار ترکیب اضافه شده به توپی اول؛

W_l مقدار ترکیب بازیابی شده از توپی اول می باشد.

الف-۱-۱۴-۸ اگر باقی مانده، W_2 ، روی توپی دوم یافت شد، شکست ایجاد شده است.

الف-۱-۱۴-۹ مجموع W_1+W_2 باید برابر W_0 در محدوده $\pm 25\%$ باشد، در غیراین صورت آزمون باطل است.

الف-۱-۱۴-۱۰ برای بیشتر ترکیبات آزمون شده با این روش مقادیر RE_d معمولاً کمتر از مقادیر SE % تعیین شده در بند الف-۱ است.

الف-۱-۱۴-۱۱ هدف از تعیین RE_d ایستا، ایجاد هر کاهش یا افزایش آنالیت غیر مرتبط با جریان نیتروژن یا هوای عبوری از توپی PUF است.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

نمونه برداری و بازده بازداري برخی مواد شیمیایی

ب-۱ نمونه برداری و داده های بازده بازداري برای چندین دسته از آفت کش ها و دیگر مواد شیمیایی آلی نیمه فرار

ب-۱-۱ داده های نشان داده شده در جداول ب-۱ تا ب-۴ با استفاده از روش پیوست الف (مراجع ۱ و ۶) تعیین شده است. سرعت نمونه برداری ها ۳/۸ l/min و زمان نمونه برداری ها معمولا ۴ ساعت بودند. حجم نمونه برداری ها معمولا ۰/۹ m³ بودند. در مورد ۲، ۴- دی استرها که در جدول ب-۱ نشان داده شده است، زمان نمونه برداری ۱۶ ساعت بود و ۳/۶ m³ نمونه هوا فراهم شد.

جدول ب-۱-۱ بازده نمونه برداری برای برخی آفت کش های آلی کلردار

n	بازده نمونه برداری (%)		حجم هوا (m ³)	مقدار ورودی (µg)	ترکیب
	RSD	میانگین			
۶	۸	۱۱۵	۰/۹	۰/۰۰۵	α- هگزاکلوروسیکلو هگزان (α-) (BHC)
۵	۸	۹۱/۵	۰/۹	۰/۱-۰/۰۵	γ- هگزاکلوروسیکلو هگزان (لیندان)
۸	۱۱	۸۴/۰	۰/۹	۰/۲	کلردان
۱۲	۲۱	۹۷/۵	۰/۹	۱/۲-۰/۶	DDT -p□, p
۱۲	۱۱	۱۰/۲	۰/۹	۰/۴-۰/۲	DDE -p□, p
۷	۲۲	۸۵/۹	۰/۹	۱/۲-۰/۶	میرکس
					۴،۲- دی استرها
۱۲	۵	۹۲/۰	۳/۶	۰/۵	ایزوپروپیل
۱۱	۱۰	۸۲/۰	۳/۶	۰/۵	بوتیل
۱۲	۲۰	۷۹/۰	۳/۶	۰/۵	ایزوبوتیل
...	...	>۸۰ ^a	۳/۶	۰/۵	ایزواکتیل

^a فرار نیست. مقدار برپایه RE % = ۸۱/۰ (RE % = ۱۰٪, RSD = ۱۰٪, n=۶) است.

جدول ب- ۱-۲ بازده نمونه برداری برای برخی ترکیبات آلی کلردار نیمه فرار و PCBs

n	بازده نمونه برداری (%)		مقدار ورودی ^a (µg)	ترکیب
	میانگین	RSD		
۸	۶۶ ^b	۲۲	۱٫۰	۱،۲،۳- تری کلروبنزن
۵	۶۲٫۳ ^b	۳۳	۱٫۰	۱،۲،۳،۴- تتراکلروبنزن
۵	۹۴٫۰	۱۲	۱٫۰	پنتاکلروبنزن
۵	۹۴٫۵	۸	۱٫۰-۰٫۵	هگزاکلروبنزن
۵	۸٫۳ ^b	۱۲	۱٫۰	هگزاکلروسیکلوپنتادان
۵	۱۰٫۸	۳	۱٫۰	۲،۴،۵- تری کلروفنل
۵	۱۰٫۷	۱۶	۱٫۰	پنتاکلروفنل
۶	۹۶٫۰	۱۵	۰٫۱	آروکلر ۱۲۴۲
۶	۹۵٫۰	۷	۰٫۱	آروکلر ۱۲۵۴
۱۱	۱۰٫۹	۵	۰٫۱	آروکلر ۱۲۶۰

^a حجم هوا برابر با ۰٫۹ m³ است.

^b مقدار SEs% برای این سه ترکیب با استفاده از تله ساندویچ PUF / ۶٫۲ دی فنیل- پارافنیلین اکسید به ترتیب برابر با ۹۸٪، ۹۸٪ و ۹۷٪ (n=۲) می باشد.

جدول ب- ۱-۳ بازده نمونه برداری برای آفت کش های آلی فسفردار

n	بازده نمونه برداری (%)		مقدار ورودی (µg)	ترکیب
	میانگین	RSD		
۲	۱۳	۷۲٫۰	۰٫۲	دی کلرووس (DDVP) ^۱
۱۲	۸	۱۰٫۶	۰٫۲	رونل
۱۲	۹	۱۰٫۸	۰٫۲	کلرپیریفوس
۱۸	۱۸	۸۴٫۰	۱٫۰	دیازینون
۱۸	۱۹	۸۰٫۰	۰٫۶	متیل پاراتیون
۱۸	۱۵	۷۵٫۹	۰٫۳	اتیل باراتیون
...	^b ۱۰۰	۰٫۳	مالاتیون

^a حجم هوا برابر با ۰٫۹ m³ است.

^b تخریب در مولد؛ مقدار بر پایه RE % برابر با ۱۰۱ (RSD=۷، n=۴) می باشد.

^۱ 2,2-dichlorovinyl dimethyl phosphate

جدول ب- ۱-۴ بازده نمونه برداری برای کاربامات ها، اوره ها، تریازین ها و پایترین ها

n	بازده نمونه برداری (%)		n	بازده بازداری (%)		n	بازده ایستا (%)		مقدار اسپایک ^a (µg/plug)	ترکیبات
	RSD	میانگین		RSD	میانگین		RSD	میانگین		
کاربامات ها										
۶	۱۱	۹۶٫۷	۶	۳۷	۷۷٫۶	۶	۱۰	۶۱٫۴	۵	پروپکسور
۶	۱۴	۸۷٫۲	۶	۴۶	۶۴٫۲	۶	۱۲	۵۵٫۳	۱۵	کربوفوران
۶	۱۴	۶۲٫۱	۶	۴۳	۶۹٫۸	۶	۱۱	۵۷٫۳	۵۰	بندیوکارب
۶	۱۴	۸۹٫۸	۶	۴۱	۶۲٫۷	۶	۱۹	۶۲٫۸	۱۰	مگزاکرات
۶	۱۳	b	۶	۵۳	۶۳٫۶	۶	۱۴	۵۶٫۶	۱۰۰	کارباریل
اوره آزها										
		c	۵	۶	۹۱٫۲	۶	۶	۸۷٫۰	۱۹	منورون
		c	۵	۲	۹۰٫۰	۶	۸	۸۴٫۱	۲۰	دیورون
		c	۵	۴	۹۲٫۵	۶	۸	۸۶٫۷	۲۰	لینورون
		c	۵	۸	۸۸٫۸	۶	۸	۸۵٫۰	۱۸	تبیورون
		c	۵	۳	۱۰۱	۶	۱۰	۹۱٫۴	۲۰	فلومتورون
		c	۵	۷	۹۲٫۰	۶	۱۱	۸۶٫۲	۲۰	کلر تولورون
تریازین ها										
		c	۶	۹	۱۰۱	۵	۶	۱۰۳	۱۰	سیمازین
		c	۶	۷	۹۸٫۹	۵	۷	۱۰۴	۱۰	آترازین
		c	۶	۱۴	۹۹٫۹	۵	۱۱	۱۰۵	۱۰	پروپارین
پیرترین ها										
		c	۵	۲۲	۹۵٫۶	۶	۱۰	۹۰٫۵	(۹٫۷) ^d	پیرترین I
		c	۵	۲۹	۶۹٫۹	۶	۱۱	۸۸٫۶	(۶٫۱) ^d	پیرترین II
		c	۶	۱۲	۵۸٫۳	۵	۹	۶۹٫۲	۲۵	آلترین
		c	۵	۹	۷۴٫۴	۶	۹	۷۶٫۸	۲۵	دی ترانس آلترین
		c	۵	۸	۷۱٫۷	۶	۲۲	۷۲٫۰	۲۵	دی کرو توفوس
		c	۶	۱۴	۶۶٫۷	۶	۱۴	۷۶٫۵	۲۵	رسمترین
		c	۳	۲۰	۵۷٫۲	۶	۳	۸۷٫۹	۲۵	فنوالرات
<p>^a حجم هوا برابر با ۰٫۹ m³ است.</p> <p>^b تخریب شده در مولد</p> <p>^c غیر قابل تبخیر</p> <p>^d ارزیابی بر اساس مقدار ۲۰ µg از پیرترین با ترکیب ۴۸٫۴٪ و ۳۰٫۳٪ وزنی از پیرترین I و II</p>										

ب-۲ نمونه‌برداری و داده‌های بازده بازداری برای چند آفت‌کش در دوره‌های نمونه‌برداری بالای ۲۴ ساعت

داده‌های نشان داده شده در جدول‌های ب-۲-۱ و ب-۲-۲ مطابق با روش شرح داده شده در پیوست الف تعیین شده است (مرجع ۱۲ پیوست پ). سرعت نمونه‌برداری برابر با ۳/۸ l/min، زمان نمونه‌برداری ۲۴ ساعت و حجم نمونه‌برداری $5/5 \text{ m}^3$ بوده است.

جدول ب-۲-۱ بازده استخراج و نمونه‌برداری به مدت ۲۴ ساعت برای آفت‌کش‌های مختلف و ترکیبات مرتبط

بازده نمونه‌برداری ^b (%)								ترکیبات
1000 ng/m ³		100 ng/m ³		10 ng/m ³		بازده استخراج ^a		
RSD	میانگین	RSD	میانگین	RSD	میانگین	RSD	میانگین	
۱۸٫۰	۸۳٫۷	۱۵٫۱	۹۲٫۷	۱۸٫۰	۸۳٫۷	۱۱٫۵	۸۳٫۳	کلرپیریفوس
۴۲٫۲	۶۶٫۷	۳۶٫۲	۵۲٫۳	۴۲٫۲	۶۶٫۷	۲۲٫۶	۸۴٫۰	پنتاکلروفنل
۱٫۴	۹۶٫۰	۸٫۵	۷۴٫۰	۱٫۴	۹۶٫۰	۷٫۱	۹۵٫۰	کلردان
۱۹٫۱	۴۶٫۰	۲۹٫۹	۴۵٫۳	۱۹٫۱	۴۶٫۰	۴۶٫۷	۴۷٫۰	اورتوفنیل فنل
۱۱٫۶	۹۱٫۷	۲٫۶	۹۳٫۰	۱۱٫۶	۹۱٫۷	۶٫۹	۹۶٫۰	لیندان
۵۳٫۷	۵۱٫۰	۱٫۴	۱۰۶٫۰	۵۳٫۷	۵۱٫۰	۲۰٫۲	۸۸٫۳	DDVP
۶٫۸	۷۵٫۳	۲۳٫۶	۵۸٫۰	۶٫۸	۷۵٫۳	۲-۴ دی‌متیل استر
۱۳٫۶	۹۷٫۳	۱۷٫۳	۱۰۳٫۰	۱۳٫۶	۹۷٫۳	۱٫۷	۹۹٫۰	هپتاکلر
۵٫۵	۹۰٫۷	۲٫۶	۹۴٫۰	۵٫۵	۹۰٫۷	۴٫۰	۹۷٫۷	آلدین
۷٫۶	۸۲٫۷	۱۱٫۵	۸۵٫۰	۷٫۶	۸۲٫۷	۷٫۰	۹۵٫۰	دی‌الدین
۱۲٫۲	۷۴٫۷	۱۵٫۵	۶۰٫۷	۱۲٫۱	۷۴٫۷	۱۹٫۵	۸۰٫۳	رونل
۱۹٫۹	۶۳٫۷	۲۶٫۶	۴۱٫۳	۱۸٫۹	۶۳٫۷	۲۱٫۸	۷۲٫۰	دی‌آزینون
۴٫۲	۹۶٫۷	۱۵٫۳	۱۰۱٫۷	۴٫۲	۹۶٫۷	۴٫۰	۹۷٫۷	ترانس نوناکلر
۹٫۵	۹۵٫۳	۱٫۲	۹۴٫۳	۹٫۵	۹۵٫۳	۰٫۰	۱۰۰٫۰	اکسی‌کلردان
۱۳٫۷	۸۶٫۷	۱۸٫۲	۹۷٫۰	۱۳٫۷	۸۶٫۷	۳٫۵	۹۸٫۰	α -BHC
۱۶٫۹	۵۹٫۷	۲۳٫۵	۳۰٫۷	۱۶٫۹	۵۹٫۷	۸٫۴	۸۱٫۳	بندیوکارب
۶٫۱	۷۶٫۷	۶٫۵	۷۰٫۳	۶٫۱	۷۶٫۷	۸٫۴	۹۰٫۳	کلروتالونیل
۵٫۵	۹۵٫۳	۱۴٫۲	۹۷٫۷	۵٫۵	۹۵٫۳	۰٫۰	۱۰۰٫۰	هپتاکلر اپوکسید
۹٫۵	۸۷٫۰	۲۲٫۲	۹۵٫۳	۹٫۵	۸۷٫۰	داکتال
۱۵٫۵	۹۵٫۰	۱۷٫۵	۹۴٫۷	۱۵٫۵	۹۵٫۰	۱۴٫۴	۹۱٫۷	آروکلر ۱۲۴۲

^a مقدار میانگین برای یک اسپایک ۵۵۰ ng در هر تویی و برای دو مقدار اسپایک ۵۵۰۰ ng در هر تویی می‌باشد.

^b مقدار میانگین برای سه‌بار اندازه‌گیری است.

جدول ب-۲-۲ بازده استخراج و بازداری پویا به مدت زمان ۲۴ ساعت برای آفت‌کش‌های مختلف و ترکیبات مرتبط

بازده نمونه‌برداری ^b (%)								ترکیبات
1000 ng/m ³		100 ng/m ³		10 ng/m ³		بازده استخراج ^a (%)		
RSD	میانگین	RSD	میانگین	RSD	میانگین	RSD	میانگین	
۱۸٫۴	۱۰۱٫۰	۲۲٫۸	۹۱٫۷	...	۹۲٫۰	۷۱٫۴	۷۷٫۵	پروپکسور
۴٫۴	۱۰۷٫۰	۱۳٫۱	۱۰۰٫۷	...	۷۹٫۰	۷۱٫۴	۹۵٫۵	رسمترین
...	۶۹٫۰	۸٫۷	۶۵٫۰	۲۵٫۹	۳۸٫۰	۸٫۵	۵۷٫۰	دیکوفول
۱۶٫۳	۸۴٫۳	۶۴٫۳	۴۵٫۵	...	۵۶٫۰	۱۲٫۷	۷۳٫۰	کاپتان
۶٫۱	۱۱۳٫۰	...	۶۱٫۰	...	۱۰۲٫۰	۸۲٫۰	۷۴٫۰	کرباریل
۷٫۶	۷۷٫۳	۱۶٫۰	۵۴٫۰	...	۱۰۸٫۰	۴۴٫۵	۷۶٫۵	مالاتیون
۱۱٫۳	۸۹٫۰	۲۶٫۹	۸۵٫۰	۲۸٫۵	۱۰۱٫۰	۱۰٫۳	۸۸٫۷	سیس پرمترین
۹٫۵	۱۰۸٫۳	۵۶٫۴	۸۰٫۷	۳۴٫۸	۶۷٫۳	۱۱٫۰	۸۸٫۷	ترانس پرمترین
۲٫۱	۷۸٫۵	۴٫۹	۶۵٫۵	متوکسی کلر
۹٫۵	۸۳٫۰	۳۰٫۱	۷۳٫۰	۵۰٫۵	۷۵٫۰	آترازین
...	۹۳٫۰	...	۷۸٫۰	۱۱٫۷	۸۶٫۷	فولپت
۱۳٫۶	۱۰۷٫۷	۹٫۹	۸۵٫۳	۹٫۶	۸۸٫۰	۱۴٫۵	۹۲٫۰	آروکلر ۱۲۶۰

^a مقدار میانگین برای یک مقدار اضافه شده ۵۵۰ ng در هر تویی و برای دو مقدار اضافه شده ۵۵۰۰ ng در هر تویی می‌باشد.

^b مقدار میانگین برای سه‌بار اندازه‌گیری است.

ب-۳ پایداری ذخیره‌سازی برای آفت‌کش‌های مختلف و سایر ترکیبات در فوم‌های پلی‌اورتان

توصیه می‌شود در صورت امکان، کارتریج نمونه‌برداری بلافاصله بعد از جمع‌آوری در میدان در آب یخ و یا دمای یخ خشک ذخیره شود و نباید قبل از آنالیز، بیشتر از ۳۰ روز در دمای ۱۰- C یا کمتر، در فریزر آزمایشگاه نگهداری شود. داده‌های ارائه شده در جدول ب-۳-۱، پایداری ذخیره‌سازی برای ۳۰ روز در دمای اتاق است (مرجع ۱ پیوست پ). جدول ب-۳-۲ داده‌های مشابهی که تحت شرایط بسیار نامطلوبی به دست آمده‌اند را ارائه می‌دهد. برای مثال، زمانی که نمونه تنها در فویل آلومینیوم پیچیده شده و در صندوق عقب خودرو در یک پارکینگ بدون سقف که حداکثر میانگین دمای روز ۳۲ C بود، ذخیره شده است.

جدول ب- ۱-۳ پایداری ذخیره‌سازی کارت‌ریج‌های PUF اسپایک شده^۳ نگهداری شده در دمای اتاق (۲۴ °C) به

مدت ۳۰ روز

بازدهی (%)			ترکیبات
n	RSD	میانگین	
۳	۱۸٫۳	۱۰۰٫۰	کلر پیریفوس
۳	۴۷٫۶	۱۰۳٫۷	پنتاکلروفنل
۳	۴٫۰	۹۷٫۷	کلردان
۳	۱۰٫۴	۶۱٫۷	اورتوفنیل فنل
۳	۱۲٫۹	۱۰۰٫۳	لیندان
۳	۲۹٫۵	۶۲٫۰	DDVP
۳	۲۶٫۰	۱۲۹٫۰	هپتاکلر
۳	۹٫۷	۱۰۴٫۳	آلدین
۳	۱۱٫۶	۱۰۳٫۷	دی‌الدرین
۳	۱۱٫۴	۲۶٫۰	رونل
۳	۶٫۱	۷۴٫۰	دی‌آزینون
۳	۱۶٫۳	۱۱۸٫۳	ترانس نوناکلر
۳	۴٫۴	۹۷٫۰	اکسی‌کلردان
۳	۱۸٫۸	۱۰۶٫۳	α -BHC
۳	۳٫۲	۸۶٫۷	بندیوکارب
۳	۹٫۶	۴۶٫۷	کلروتالونیل
۳	۱۷٫۴	۱۲۳٫۳	هپتاکلراپوکسید
۳	۲٫۵	۸۷٫۷	پروپکسور
۳	۹٫۲	۸۱٫۰	رسمترین
۳	۲۱٫۴	۵۴٫۳	دیکوفول
۳	۲۳٫۷	۱۲۴٫۷	کاپتان
۳	۱٫۷	۸۸٫۰	کارباریل
۳	۴٫۵	۱۳٫۷	مالاتیون

جدول ب- ۱-۳- ادامه

بازدهی (%)			ترکیبات
n	RSD	میانگین	
۳	۳۳٫۲	۸۴٫۳	سیس پرمترین
۳	۴۱٫۷	۸۴٫۵	ترانس پرمترین
۳	۹٫۶	۱۰۰٫۰	متوکسی کلر
۳	۷٫۴	۷۴٫۷	آترازین
۳	۵۷٫۳	۵۸٫۵	فولپت
۳	۵٫۵	۹۹٫۳	آروکلر ۱۲۴۲
۳	۶٫۵	۱۰۰٫۳	آروکلر ۱۲۶۰

^a غلظت ۵٫۵ µg در هر تویی اسپایک شده است.

جدول ب- ۲-۳ - پایداری ذخیره‌سازی کارتریج‌های PUF اسپایک شده تحت شرایط بسیار نامطلوب^a

بازدهی (%)						ترکیبات
۱۵ روز			۰ روز			
n	RSD	میانگین	n	RSD	میانگین	
۶	۲۸	۸۷	۶	۱۰	۹۰	α -BHC
۶	۳۰	۸۶	β -BHC
۶	۲۹	۸۹	۴	۶	۱۰۰	لیندان
۶	۱۳	۷۸	هپتاکلر
۶	۱۹	۱۱۷	اندوسولفان I
۶	۱۷	۱۱۶	۴	۱	۸۹	میرکس
۶	۱۸	۵۷	۱،۳،۵-تری کلروبنزن
۶	۱۲	۷۶	۴	۷	۸۸	۱،۲،۳،۴-تتراکلروبنزن
۶	۱۵	۷۸	۴	۶	۹۳	پنتاکلروبنزن
۶	۱۶	۸۷	پنتاکلرونیتروبنزن
۶	۱۸۷	۴	۳	۱۲	۷۰	دی کلرووس
۶	۱۳	۵۶	۳	۹	۹۱	رونل
۶	۱۳	۷۶	۳	۴	۸۹	کلرپیریفوس
۶	۱۵	۱۰۱	۸	۱۰	۷۹	دیازینون
۶	۱۳	۷۶	۸	۱۴	۸۰	متیل پاراتیون
۶	۱۱	۸۸	۸	۱۴	۸۰	اتیل پاراتیون

^a در فویل آلومینیوم پیچیده شده و در صندوق عقب خودرو ذخیره شده است. حداکثر میانگین دمای روز ۳۲ °C می‌باشد.

پیوست پ
(اطلاعاتی)
کتابنامه

- [1] Lewis, R., and MacLeod, K., "Portable Sampler for Pesticides and Semivolatile Industrial Organic Chemicals in Air," *Analytical Chemistry*, Vol 54, 1982, pp. 310–315.
- [2] Lewis, R., Brown, A., and Jackson, M., "Evaluation of Polyurethane Foam for Sampling of Pesticides, Polychlorinated Biphenyls and Polychlorinated Naphthalenes in Ambient Air," *Analytical Chemistry*, Vol 49, 1977, pp. 1668–1672.
- [3] Armour, J., and Burke, J., "Method for Separating Polychlorinated Biphenyls from DDT and Its Analogs," *Journal of the Association of Official Analytical Chemists*, Vol 53, No. 4, 1970, pp. 761–768.
- [4] *Manual of Analytical Methods for the Analysis of Pesticides in Human and Environmental Samples*, U.S. Environmental Protection Agency Report No. EPA-600/8/80/038, Research Triangle Park, NC, June 1980(NTIS No. PB82-208752).
- [5] Kogan, V., Kuhlman, M., Coutant, R., and Lewis, R., "Aerosol Filtration in Sorbent Beds," *Journal of the Air and Waste Management Association*, Vol 43, 1993, p. 1367–1373.
- [6] Lewis, R., and Lee, R., "Air Pollution from Pesticides: Sources, Occurrences, and Dispersion," in: *Air Pollution from Pesticides and Agricultural Processes*, Lee, R., editor, CRC Press, Boca Raton, FL, 1976, pp. 51–94.
- [7] Lewis, R. and Gordon, S., "Sampling of Organic Chemicals in Air," in *Principles of Environmental Sampling*, 2nd ed., Edited by L. Keith, ACS Professional Reference Book, American Chemical Society, Washington, D.C., 1996, pp. 401–470.
- [8] Camann, D., Harding, J., and Lewis, R., "Trapping of Particle- Associated Pesticides in Indoor Air by Polyurethane Foam and Evaporation of Soil Track-In as a Pesticide Source," in: *Indoor Air '90*, Vol 2, Walkinshaw, D., editor, Canada Mortgage and Housing Corp., Ottawa, 1990, pp. 621–626.
- [9] Marple, V., Rubow, K., Turner, W., and Spengler, J., "Low Flow Rate Sharp Cut Impactors for Indoor Air Sampling: Design and Calibration," *Journal of the Air Pollution Control Association*, Vol 37, 1987, pp. 1303–1307.
- [10] Lewis, R., "Pesticides," in *Indoor Air Quality Handbook*, Edited by J. Spengler and J. McCarthy, McGraw-Hill, New York, 2000.
- [11] Frame, G., "Congener-Specific PCB Analysis," *Analytical Chemistry*, Vol 69, 1997, pp. 468A–475A.
- [12] Hsu, J., Wheeler, H., Camann, D., Shattenberg, H., Lewis, R., and Bond, A., "Analytical Methods for Detection of Nonoccupational Exposure to Pesticides," *Journal of Chromatographic Science*, Vol 26, 1988, pp. 181–189.