



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۰۸۴۷-۳۱

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

10847-31

1st. Edition

2016

هوای داخل ساختمان - قسمت ۳۱:
اندازه‌گیری بازدارنده‌های اشتعال و
نرم‌کننده‌ها بر پایه ترکیبات آلی فسفردار -
فسفریک اسید استر

**Indoor air — Part 31 : Measurement of
flame retardants and plasticizers based
on organophosphorus compounds —
Phosphoric acid ester**

ICS: 13.040.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

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

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

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

1- International organization for Standardization

2- International Electro technical Commission

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

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«هوای داخل ساختمان - قسمت ۳۱: اندازه‌گیری بازدارنده‌های اشتعال و نرم‌کننده‌ها بر پایه ترکیبات آلی فسفردار - فسفریک اسید استر»

رئیس:

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه بوعلی سینا همدان

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسمعیلی طارمسری، معصومه
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

بیگدلی، داوود
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه پیرایه زیست قزوین

حسینی، مرضیه
(کارشناس آب و خاک)

آزمایشگاه پیرایه زیست قزوین

ردائی، احسان
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

صنعتگر دلشاد، الهام
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

فرهادی، ذکریا
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت فراپل جم

نجفی، امیر
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک همدان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ منابع و وقوع
۴	۴ هوای داخل ساختمان
۷	۵ هوای محفظه آزمون
۹	۶ واسنجی
۱۲	۷ شناسایی و کمی‌سازی
۱۵	۸ مشخصات عملکردی
۱۶	۹ ارزیابی کیفی
۱۶	۱۰ تداخلات
۱۷	پیوست الف (اطلاعاتی) علایم اختصاری و ویژگی‌های فیزیکی
۱۹	پیوست الف (اطلاعاتی) مثالی از کروماتوگرام‌های محلول‌های استاندارد
۲۱	پیوست ب (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد " هوای داخل ساختمان - قسمت ۳۱: اندازه‌گیری بازدارنده‌های اشتعال و نرم‌کننده‌ها بر پایه ترکیبات آلی فسفردار - فسفریک اسید استر " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت رویان پژوهان سینا تهیه و تدوین شده و در هشتاد و هشتمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۱۴ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک 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 می‌شود.

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

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

ISO 16000-31:2014, Indoor air— Part 31: Measurement of flame retardants and plasticizers based on organophosphorus compounds— Phosphoric acid ester

هوای داخل ساختمان - قسمت ۳۱: اندازه‌گیری بازدارنده‌های اشتعال و نرم‌کننده‌ها بر پایه ترکیبات آلی فسفردار - فسفریک اسید استر

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای نمونه‌برداری و تجزیه فسفریک اسید استرها در هوای داخل ساختمان و در هوای محفظه آزمون به وسیله طیف‌سنجی کروماتوگرافی گازی/جرمی می‌باشد. دو روش اصلی طیف‌سنجی جرمی با تفکیک پایین^۱ و طیف‌سنجی جرمی با تفکیک بالا^۲ در این استاندارد ارائه شده است. روش‌های مذکور در این استاندارد برای تعیین فسفریک اسید استرها در مواد مناسب نمی‌باشند.

یادآوری - استاندارد ISO 16000-6 را می‌توان برای تعیین ترکیبات بسیار فرار به کار برد.

۲ مراجع الزامی

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

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹-۱۰۸۴۷، هوای داخل ساختمان - قسمت ۹: اندازه‌گیری انتشار ترکیبات آلی فرار از محصولات و اثاثیه ساختمانی - آزمون انتشار به روش محفظه

2-2 ISO 16000-1, Indoor air — Part 1: General aspects of sampling strategy

2-3 ISO 16000-13, Indoor air — Part 13: Determination of total (gas and particle-phase) polychlorinated dioxinlike biphenyls (PCBs) and polychlorinated dibenzo-p-dioxins/dibenzofurans (PCDDs/PCDFs) — Collection on sorbent-backed filters

۳ منابع و وقوع

ترکیبات زیر متعلق به ترکیبات آلی فسفردار بدون هالوژن می‌باشند که اغلب در هوای داخل ساختمان وجود دارند.

- تری فنیل فسفات (TPP)^۳

- تریس (۲- بوتوکسی اتیل) فسفات (TBEP)^۴

1- Low-resolution mass spectrometry
2- High-resolution mass spectrometry
3- Triphenyl phosphate
4- Tris(2-butoxyethyl) phosphate

- تری - n بوتیل فسفات (TBP)^۱

- تریس (۲- اتیل هگزیل) فسفات (TEHP)^۲

- کرزیل دی فنیل فسفات (CDP)^۳

- تری اتیل فسفات (TEP)^۴

- تری کرزیل فسفات (TCP)^۵

فسفریک اسید استرهای هالوژنه زیر اغلب در گرد و غبار موجود در ساختمان و هوای داخل ساختمان وجود دارند:

- تریس (۲- کلرو اتیل) فسفات (TCEP)^۶

- تریس (کلرو پروپیل) فسفات (TCPP)^۷

- تریس (۱ و ۳- دی کلرو- ۲- پروپیل) فسفات (TDCPP)^۸

دی فسفات‌های پل شده^۹ زیر بر پایه رزور سینول و بیس فنول- A به عنوان بازدارنده‌های اشتعال عمل می‌کنند:

- تترا فنیل رزور سینول دی فسفات (RDP)^{۱۰}؛ یا

- تترا فنیل بیس فنول- A دی فسفات (BDP)^{۱۱}.

بنابراین اطلاعات کمی در مورد آزاد شدن این ترکیبات از منابع اولیه وجود دارد. در جدول ۱، اغلب ترکیبات آلی فسفردار (OPC)^{۱۲} که در هوای داخل ساختمان وجود دارند، ارائه شده است. نمادها، اختصارات و داده‌های فیزیکی و شیمیایی برای ترکیبات آلی فسفردار در پیوست الف ارائه شده است. غلظت‌های منتشر شده اندازه‌گیری‌های هوای داخل ساختمان در جدول ۲ ارائه شده است.

-
- 1- Tri-n-butyl phosphate
 - 2- Tris(2-ethylhexyl) phosphate
 - 3- Cresyl diphenyl phosphate
 - 4- Triethyl phosphate
 - 5- Triethyl phosphate
 - 6- Tris(2-chloroethyl) phosphate
 - 7- Tris(chloropropyl) phosphate
 - 8- Tris(1,3-dichloro-2-propyl) phosphate
 - 9- Bridged diphosphates
 - 10- Tetraphenyl resorcinol diphosphate
 - 11- Tetraphenyl bisphenol-A diphosphate
 - 12- Organophosphates compound

جدول ۱- فسفات‌های آلی و موارد استفاده از آن‌ها

علایم اختصاری OPC	فسفات‌های آلی	موارد استفاده به عنوان بازدارنده‌های اشتعال و نرم کننده
CDP	کرزیل دی فنیل فسفات	پوشش‌های بازدارنده اشتعال
RDP	تترا فنیل رزورسینول دی فسفات	مواد پوششی، کابل‌های ویژه
TBEP	تریس (۲-بوتوکسی اتیل) فسفات	محصولات محافظتی کف، واکس کف، افزودنی‌ها در الاستومرها، حلال برای رزین‌ها، عوامل ضد کف، افزودنی‌ها برای پلاستیک، لاستیک‌های سنتزی و جلاها
TBP	تری- <i>n</i> -بوتیل فسفات	عوامل ضد کف برای افزودنی‌های بتن، کاغذ دیواری، رنگ‌های دیسپرسه، جلاها، لاستیک، پلاستیک و رزین‌های ونیل، عوامل ضد کف
TCEP	تریس (۲-کلرو اتیل) فسفات	رنگ‌ها، پوشش‌ها، سقف‌های ضد صدا، کاغذ دیواری الیاف شیشه‌ای، فوم در حال انبساط، مواد پوششی
TCPP	تریس (۱-کلرو-۲ پروپیل) فسفات الف	فوم پلی اورتان جذب کننده صدا، فوم در حال انبساط، فوم نرم (صندلی‌ها و تشک‌ها)، مواد پوششی، آستر نساجی
TDBPP	تریس (۳و۲ دی برومو پروپیل) فسفات	لاستیک فوم‌دار، جلاها، کاغذ، رنگ‌ها، پارچه‌های سلولزی، تری استات و پلی استر، فرش‌ها، رزین‌ها، مبل، تجهیزات داخلی اتومبیل
TDCPP	تریس (۱ و ۳ دی کلرو-۲ پروپیل) فسفات	فوم پلی اورتان، مواد پوششی، آستر نساجی
TEHP	تریس (۲-اتیل هگزیل) فسفات	پایدارکننده‌ها، افزودنی‌های چربی، افزودنی‌ها برای لاستیک سنتزی
TCP	تری کرزیل فسفات	روان کننده‌ها، تجهیزات داخلی اتومبیل، افزودنی‌ها برای پوشش کف و دیوار
TPP	تری فنیل فسفات	فوم در حال انبساط، جلاها، رنگ‌ها، براق کننده‌ها، مواد پوششی، فیلم‌های عکاسی، رزین‌های فنولی، افزودنی‌ها برای روان کننده‌ها، تجهیزات داخلی اتومبیل

الف TCPP صنعتی به صورت ایزومر خالص وجود ندارد، بنابراین منجر به ایجاد سیگنال GC می‌شود.

جدول ۲- نتایج منتشر شده برای ترکیبات آلی فسفردار در هوای داخل ساختمان

غلظت در هوای داخل ساختمان			ماده
مرجع	میانگین	گستره	
[۸] [۹] [۱۰]	۰٫۱۰ تا ۰٫۳۸	۰٫۰۰۵ < تا ۶	TCEP
[۱۰]	-	۰٫۰۵۸ تا ۰٫۱۹	TCPP
[۱۰]	-	۰٫۰۶۴ تا ۰٫۰۱	TBP
[۹] و [۱۰]	-	۰٫۰۳ تا ۰٫۰۰۱	TBEP
[۱۰]	-	۰٫۰۰۱ < تا ۰٫۰۱	TEHP
[۹] و [۱۰]	-	< ۰٫۰۱	TPP
[۹]	-	< ۰٫۰۱	TCP

۴ هوای داخل ساختمان

۱-۴ طرح‌ریزی اندازه‌گیری

طرح‌ریزی اندازه‌گیری برای تعیین هوای داخل ساختمان برای فسفریک اسید استرها مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۸۴۷ انجام می‌شود.

۲-۴ وسایل و مواد برای نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه

۱-۲-۴ وسایل نمونه‌برداری

جزئیات سامانه نمونه‌برداری در استاندارد ISO 16000-13 ارائه شده است.

۱-۱-۲-۴ کلاهک نمونه‌برداری، با یک پوشش برای نگهداری فوم‌های PU (شکل‌های ۱-الف و ۱-ب) (به استاندارد ISO 16000-13 مراجعه کنید).

۲-۱-۲-۴ پمپ، با جریان حجمی $2,7 \text{ m}^3/\text{h}$ تا $2,8 \text{ m}^3/\text{h}$ ($45 \text{ l}/\text{min}$ تا $46,7 \text{ l}/\text{min}$) تحت شرایط نمونه‌برداری.

۳-۱-۲-۴ اندازه‌گیر حجمی گاز

۴-۱-۲-۴ رطوبت‌سنج

۵-۱-۲-۴ دماسنج

۶-۱-۲-۴ فشارسنج

یادآوری- نمونه‌برداری OPC به وسیله "سامانه‌های نمونه‌برداری با حجم کم" (فوم‌های PU)، به عنوان مثال ORBO 1000 با سرعت نمونه‌برداری $1 \text{ l}/\text{min}$ تا $5 \text{ l}/\text{min}$ فقط در محدوده مشخص شده امکان‌پذیر می‌باشد. بازده نمونه‌برداری چنین جاذبهایی برای ذرات هواپرد^۱ نامشخص می‌باشد [۱۱]. این روش آزمون با الزامات نمونه‌برداری ذرات مطابقت ندارد، بنابراین کاربرد قابل مقایسه با این روش آزمون در این استاندارد توضیح داده شده است.

۲-۲-۴ وسایل آماده‌سازی نمونه

۱-۲-۲-۴ وسایل شیشه‌ای، تجهیزات آزمایشگاهی متداول

۲-۲-۲-۴ استخراج‌کننده، سوکسله

۳-۲-۲-۴ سرنگ‌های میکرولیتر، با حجم‌های $10 \mu\text{l}$ ، $50 \mu\text{l}$ و $100 \mu\text{l}$

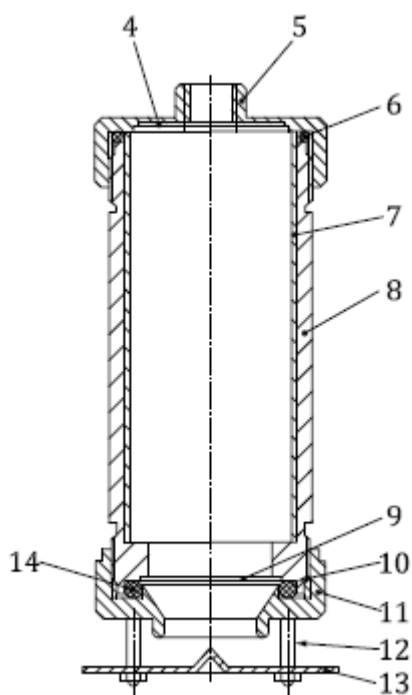
۳-۲-۴ مواد برای نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه

۱-۳-۲-۴ دی‌کلرو متان و تولوئن، همه حلال‌های مذکور باید دارای خلوص کافی برای تجزیه باشند.

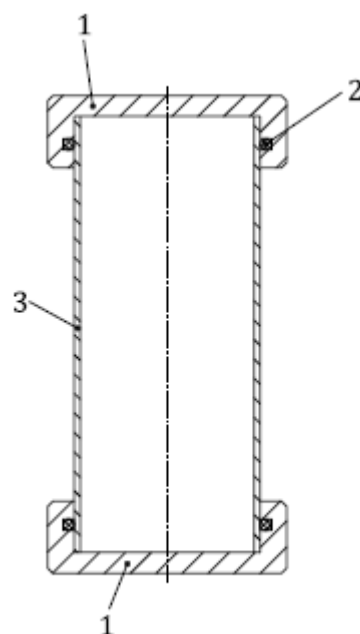
۲-۳-۲-۴ استاندارد داخلی، $^{13}\text{C}-\gamma\text{-HCH}$ و $^{13}\text{C}-\text{DDE}$ (به بند ۶-۱ مراجعه کنید)

۳-۳-۲-۴ صافی‌های با الیاف شیشه‌ای، قطر داخلی 5 cm ، عاری از شاهد

۴-۳-۲-۴ فوم PU، با قطر داخلی ۵ cm، طول ۲٫۵ cm با آلودگی های کم.



ب- کلاهک نمونه برداری



الف- فوم PU همراه با پوشش (آلومینیومی)

راهنما:

- ۱ پوشش
- ۲ واشر
- ۳ روکش فوم PU (قطر خارجی ۴۹٫۵ mm و طول تقریبی ۱۲۰ mm)
- ۴ چشمه از جنس فولاد ضد زنگ
- ۵ کلاهک
- ۶ واشر
- ۷ روکش فوم PU
- ۸ استوانه (قطر داخلی ۴۹٫۸ mm)
- ۹ چشمه از جنس فولاد ضد زنگ برای انتقال صافی الیاف شیشه ای
- ۱۰ حلقه PTFE / حلقه صافی / حلقه PTFE
- ۱۱ گیره با سوراخ داخلی (قطر داخلی سوراخ داخلی ۲۷ mm)
- ۱۲ جداکننده
- ۱۳ صفحه تیغه ای
- ۱۴ واشر

شکل ۱- وسایل نمونه برداری شامل کلاهک نمونه برداری همراه با یک روکش برای نگهداری فوم های PU

آموزش‌های تمیز کردن مرحله به مرحله برای یک فوم PU به شرح زیر می‌باشد:

- الف- استخراج به مدت ۲۴ ساعت با متانول در استخراج‌کننده سوکسله؛
- ب- استخراج به مدت ۲۴ ساعت با دی‌کلرو متان در استخراج‌کننده سوکسله؛
- پ- استخراج به مدت ۲۴ ساعت با تولوئن در استخراج‌کننده سوکسله؛
- ت- استخراج به مدت ۲۴ ساعت با استون در استخراج‌کننده سوکسله.

دستورالعمل‌های تمیز کردن برای فوم PU استخراج شده و نمونه‌برداری شده به شرح زیر می‌باشد:

- الف- استخراج به مدت ۲۴ ساعت با تولوئن در استخراج‌کننده سوکسله؛
- ب- استخراج به مدت ۲۴ ساعت با استن در استخراج‌کننده سوکسله.

فوم PU را در یک خشکانه تحت مجاورت خلاء با جریان بسیار آرام نیتروژن فوق خالص (حاصل از تبخیر نیتروژن مایع) یا در یک محفظه خشک‌کن خلاء در دمای 40°C خشک کنید. فوم‌های PU در طی استخراج یا در طی تمیز کردن جمع می‌شوند.

۳-۴ نمونه‌برداری

غنی‌سازی ماده مورد تجزیه حاصل از هوای داخل ساختمان بر روی صافی‌های الیاف شیشه‌ای و فوم PU با استفاده از کلاهک نمونه‌برداری مطابق با استاندارد ISO 16000-13 انجام می‌شود. ذرات و OPC گازی نیز به همین روش نمونه‌برداری می‌شوند.

استاندارد داخلی با فوم PU نیز به کار می‌رود، $100\ \mu\text{l}$ محلول استاندارد داخلی (برای LRMS) یا $50\ \mu\text{l}$ محلول استاندارد داخلی (برای HRMS) (بندهای ۶-۱ و ۶-۲-۱) در موقعیت‌های مختلف با استفاده از سرنگ‌های میکرولیتر به فوم PU تزریق می‌شوند.

توصیه می‌شود قبل از نمونه‌برداری استاندارد داخلی را به کار برید. همچنین استاندارد داخلی را می‌توان قبل از استخراج غنی کرد و این غنی‌سازی باید در گزارش آزمون بیان شود. در موقعیت اندازه‌گیری، فوم PU را در کلاهک نمونه‌برداری وارد کنید. صافی الیاف شیشه‌ای را در نگاه‌دارنده صافی به کمک یک جفت انبرک قرار داده و آن را ثابت کنید. کلاهک نمونه‌برداری را بر روی پایه به نحوی قرار دهید که هوای نمونه‌برداری شده از کلاهک نمونه‌برداری در یک موقعیت عمودی از پایین به بالا باشد. روزنه مکش $1.2\ \text{m}$ تا $1.5\ \text{m}$ بالای کف قرار دارد. مدت زمان نمونه‌برداری به طور معمول یک ساعت می‌باشد. جریان حجمی باید $2.7\ \text{m}^3/\text{h}$ تا $2.8\ \text{m}^3/\text{h}$ باشد. حجم نمونه‌برداری انجام شده در یک ساعت نباید بیش از ۱۰٪ میزان تغییر هوا باشد. اگر میزان تغییر جریان هوا نامشخص باشد، حجم نمونه‌برداری انجام شده در طی یک ساعت نباید بیش از ۱۰٪ حجم اتاق باشد. دمای اتاق، رطوبت نسبی هوا و فشار هوا باید بلافاصله قبل و بعد از نمونه‌برداری اندازه‌گیری و ثبت شود. به محض تکمیل نمونه‌برداری، فوم PU و صافی الیاف شیشه‌ای را از کلاهک نمونه‌برداری برداشته و به ظروف انتقال مناسب منتقل کنید.

۴-۴ آماده‌سازی نمونه

تمام وسایل شیشه‌ای را با دی‌کلرو متان آبکشی کنید. در صورتی که وسایل شیشه‌ای عاری از شاهد نباشند، تمیز کردن چنین وسایلی را می‌توان با DCM انجام داده و سپس به مدت ۲۴ ساعت در دمای 150°C در

یک محفظه خشک کن حرارت داد. فوم‌های PU و صافی‌ها با هم در استخراج‌کننده سوکسله استخراج می‌شوند. حداقل ۵۰ چرخه استخراج باید انجام شود. عصاره به دست آمده باید تا حجم تقریبی ۱ ml تا ۵ ml در یک تبخیرکننده روتاری تحت خلاء کنترل شده یا در یک ترابووپ^۱ کاهش یابد. کاهش حجم بیشتر تا مقدار ۰٫۱ ml و تا ۱ ml را با استفاده از جریان گاز نیتروژن خالص انجام دهید. اجازه ندهید حلال به طور کامل تبخیر شود، زیرا افت بیشتر OPC‌های فرار بسیار محتمل می‌باشد. با افزایش تولوئن به عنوان نگه‌دارنده می‌توان از این اتلاف‌ها جلوگیری نمود.

یادآوری- هنگامی که تولوئن به عنوان نگه‌دارنده به کار می‌رود، زمان‌های بازداری کروماتوگرافی گازی را می‌توان تغییر داد. واسنجی را مطابق با بند ۶ و کمی‌سازی را مطابق با بند ۷ انجام دهید.

۵ هوای محفظه آزمون

۱-۵ اصول کلی

اندازه‌گیری‌های انتشار یافته به وسیله محصولات ساختمانی و کالاهای مصرفی تحت شرایط آب و هوایی کنترل شده به منظور میزان آزاد شدن ویژه مواد انجام می‌شود (میزان انتشارات ویژه (SERS)) [۱۲]، [۱۳] و [۱۴]. اندازه‌گیری‌های هوای محفظه را در محیطی عاری از گرد و غبار انجام داده به طوری که بتوان روش نمونه‌برداری ساده را بدون جداسازی ذرات انجام داد. با توجه به حجم محفظه، میزان تغییر هوا و حجم نمونه‌برداری، اقدامات احتیاطی را انجام داده به نحوی که حجم نمونه‌برداری کمتر از مقدار هوای مخزن باشد. آماده‌سازی نمونه و نگه‌داری نمونه با اندازه‌گیری محفظه آزمون ارتباط دارد. به دلیل خواص فیزیکی ترکیبات، اندازه‌گیری انتشارات OPC از محصولات ساختمانی و وسایل برای هوای مورد استفاده فرایندی پیچیده می‌باشد. اصول کلی چنین انتشاراتی را می‌توان به وسیله آنالیز محفظه مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۳۸۴-۹ تعیین نمود. در صورتی که استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۳۸۴-۹ برای ترکیبات آلی فرار (VOCs) بهبود یابد، این استاندارد برای OPC‌های نیمه فرار (SVOC) نیز به کار رفته، که در این صورت باید ویژگی‌های محفظه ویژه (به عنوان مثال اثرات نشست) در نظر گرفته شود. یک پیش شرط برای اجرای آنالیز محفظه آزمون در استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۳۸۴-۹ ارائه شده است.

۲-۵ وسایل و مواد برای نمونه‌برداری

۱-۲-۵ محفظه آزمون انتشار، مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۳۸۴-۹.

۲-۲-۵ پمپ نمونه‌برداری

۳-۲-۵ حجم‌سنج گاز

۴-۲-۵ وسایل شیشه‌ای معمول

1- Turbovap
2- Specific emission rates

- ۵-۲-۵ استخراج کننده، سوکسله
- ۶-۲-۵ سرنگ های میکرولیتر، با حجم های ۱۰ μl، ۵۰ μl و ۱۰۰ μl
- ۷-۲-۵ استانداردهای داخلی، $^{13}\text{C}-\gamma\text{-HCH}$ و $^{13}\text{C}-\text{DDE}$ (به بند ۶-۱ مراجعه کنید)
- ۸-۲-۵ جاذبها، XAD-2 یا فوم PU
- ۹-۲-۵ ایفای کوارتز، ایفای کوارتزی سیلان دار شده
تمیز کردن را از قبل با استخراج کننده سوکسله و با متانول به مدت ۲۴ ساعت انجام دهید.
- ۳-۵ نمونه برداری
- ۱-۳-۵ آماده سازی محفظه
محفظه را قبل از شروع اندازه گیری انتشارات (به استاندارد ملی ایران شماره ۹-۱۰۳۸۴ مراجعه کنید) تمیز کنید. تمیزی محفظه را با انجام اندازه گیری های شاهد تایید کنید.
- ۲-۳-۵ آماده سازی لوله های نمونه برداری
محیط نمونه برداری PU را مطابق با استاندارد ISO 16000-13 تمیز کنید. جاذب XAD-2 به صورت تجاری در دسترس بوده و فقط یک پیش عمل آوری مناسب مطابق با مراحل زیر بر روی آن انجام می شود. در این روش، هرگونه آلودگی متمایز از جاذب XAD-2 را مطابق با مراحل زیر حذف کنید:
- الف- ستون کروماتوگرافی را به طور تقریبی با ۱۵۰ g از XAD-2 پر کنید.
- ب- XAD-2 را با آب دوبار تقطیر آبکشی کنید.
- پ- XAD-2 را چهار بار و هر بار با حجم تقریبی ۱۰۰ ml استون آبکشی کنید.
- ت- XAD-2 را با جریان گاز نیتروژن خشک کنید.
- ث- XAD-2 را به یک استخراج کننده سوکسله ۱۰۰ ml منتقل کرده و به مدت ۲۴ ساعت با متانول استخراج کنید.
- ج- متانول را با ۱۰۰ ml از DCM جایگزین کرده و XAD-2 را به مدت ۲۴ ساعت استخراج کنید.
- چ- XAD-2 تمیز شده را به ستون کروماتوگرافی منتقل کرده و تحت جریان گاز نیتروژن خشک کنید. XAD-2 تمیز شده را به یک ظرف شیشه ای مناسب منتقل کنید. در یک پیپت پاستور، در حدود 50.0 ± 1.0 mg از XAD-2 تمیز شده را وزن کرده، سپس نوک پیپت را به آرامی شکسته و مقداری ایفای کوارتزی سیلان دار شده را بر روی نوک مخروطی آن قرار داده و XAD-2 را با استاندارد داخلی غنی کنید. بسته بندی XAD-2 را با ایفای کوارتزی سیلان دار شده انجام دهید.
- ۴-۵ روش نمونه برداری
نمونه برداری را بر روی XAD-2 یا فوم PU مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۹-۱۰۳۸۴ و در زمان های شرح داده شده در جریان هوای خروجی محفظه انجام دهید. حداکثر جریان حجمی در طی

نمونه برداری حجمی است که از یک سو با تغییر هوای از پیش تعیین شده در محفظه آزمون مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۹-۱۰۳۸۴ محدود شده است و از سوی دیگر نباید بیش از ۲ l/min باشد.

۵-۵ آماده سازی نمونه

لوله های نمونه برداری XAD-2 را با ۱۰ ml از DCM شستشو دهید. سپس غلظت را در یک تبخیر کننده روتاری و در صورت لزوم تحت جریان N_2 تا حجم تقریبی ۱۰۰ μ l افزایش دهید. به دلیل افت بیش از حد OPC فرار که بسیار محتمل می باشد، نباید اجازه داد حلال به صورت کامل تبخیر شود. با افزودن تولوئن به عنوان نگه دارنده، می توان از این میزان افت جلوگیری کرد.

یادآوری- هنگامی که تولوئن به عنوان نگه دارنده به کار می رود، زمان های بازداری کروماتوگرافی گازی تغییر می کند. واسنجی را مطابق با بند ۶ و کمی سازی را مطابق با بند ۷ انجام دهید.

۶ واسنجی

۱-۶ محلول های استاندارد داخلی و واسنجی

تصدیق محلول های استاندارد (محلول برای استانداردهای داخلی و محلول های واسنجی) را مطابق با الزامات برای ارزیابی کیفی انجام دهید.

۲-۶ محلول های استاندارد داخلی

۱-۲-۶ اصول کلی

فسفات های آلی نشان دار شده با ^{13}C به طور معمول در دسترس نمی باشند، از این رو ^{13}C - γ -HCH یا ^{13}C -DDE باید به عنوان استاندارد داخلی استفاده شوند.

یادآوری- توصیه می شود از استفاده TBP دوتریم دار شده ($D24$ -TBP)^۱ به عنوان استاندارد داخلی اجتناب شود، زیرا ترکیبات ناشناخته با تجزیه مجموعه ای از نمونه های گرد و غبار خانگی بر روی ستون های ویژه ایجاد می شوند که در همان زمان های بازداری به عنوان $D24$ -TBP ظاهر می شوند.

محلول های با غلظت مورد نیاز را از تامین کنندگان تهیه کرده یا مطابق با شرح زیر آماده کنید:
۵ mg از ^{13}C - γ -HCH و ^{13}C -DDE را در ۵۰ ml ایزواکتان (۰٫۱ mg/ml) حل کنید.

۲-۲-۶ محلول استاندارد داخلی برای تفکیک پایین

محلول استاندارد داخلی را با DCM به نسبت ۱۰:۱ (۱+۹) رقیق کنید. که نتیجه آن محلولی با غلظت ۱۰ ng/ μ l می باشد.

۳-۲-۶ محلول استاندارد داخلی برای تفکیک بالا

محلول استاندارد داخلی را با DCM به نسبت ۱:۱۰۰ (۱+۹۹) رقیق کنید. که نتیجه آن محلولی با غلظت ۱ ng/ μ l می باشد.

1- Deuterated TBP

۳-۶ محلول واسنجی برای تفکیک پایین

۱-۳-۶ مثالی از طرح واسنجی

طرح واسنجی در جدول ۳ با یک مثال عملی با $^{13}\text{C-DDE}$ به عنوان استاندارد داخلی ارائه شده است.

۲-۳-۶ محلول‌های ذخیره

مواد اصلی برای محلول‌های ذخیره TCEP، TCPP، TDCPP، TBP، TBEP، TEHP، TPP و TCP را آماده کنید.

محلول‌ها را به شرح زیر آماده کنید:

- الف- ۲۵۰ mg ترکیب فسفریک اسید مربوطه را در ۲۵ ml متانول ۱۰ mg/ml حل کنید.
- ب- این محلول را با DCM به نسبت ۱:۱۰۰ (محلول ۱) و ۱:۱۰۰۰ (محلول ۲) رقیق کنید.
- پ- دو محلول به دست آمده به ترتیب دارای غلظت‌های ۱۰۰ ng/μl و ۱۰ ng/μl می‌باشند.

جدول ۳- طرحی برای آماده‌سازی محلول‌های کالیبراسیون برای اندازه‌گیری با تفکیک پایین (مثالی برای $^{13}\text{C-DDE}$)

محلول ۲ μl	محلول ۱ μl	محلول $^{13}\text{C-DDE}$ μl	محلول کالیبراسیون (غلظت OPC مورد اندازه‌گیری) μg/ml
۲۰		۱۰۰	۰٫۲
۵۰		۱۰۰	۰٫۵
۱۰۰		۱۰۰	۱٫۰
۲۰۰		۱۰۰	۲٫۰
	۵۰	۱۰۰	۵٫۰
	۱۰۰	۱۰۰	۱۰

۳-۳-۶ محلول‌های واسنجی

محلول‌های واسنجی را مطابق با طرح نشان داده شده در جدول ۳ از محلول‌های استاندارد داخلی و دو محلول ذخیره آماده کنید. ۶ محلول واسنجی را به شرح زیر آماده کنید:

الف- با استفاده از سرنگ‌های میکرولیتر، ۱۰۰ μl محلول استاندارد داخلی را به یک ویال با حجم ۲ ml منتقل کنید.

ب- سپس با استفاده از یک سرنگ میکرولیتر، محلول ذخیره مربوطه را اضافه کرده و تا حجم نهایی ۱ ml پر کنید.

پ- بلافاصله ویال را به وسیله یک درپوش پیچ‌دار سپتوم ببندید.

یادآوری- استفاده از یک استاندارد داخلی جهت جبران امکان اتلاف در طی آماده‌سازی نمونه‌برداری (به عنوان مثال خطاها و عدم درستی را می‌توان به وسیله استاندارد داخلی جبران نمود) الزامی می‌باشد.
از همان محلول استاندارد داخلی برای غنی کردن فوم‌های PU و آماده‌سازی محلول‌های واسنجی استفاده کنید.

۴-۶ محلول واسنجی برای تفکیک بالا

۱-۴-۶ مثالی از طرح واسنجی

طراح واسنجی در جدول ۴ با یک مثال عملی با $^{13}\text{C}-\gamma\text{-HCH}$ به عنوان استاندارد داخلی ارائه شده است.

جدول ۴- طرحی برای آماده‌سازی محلول‌های کالیبراسیون برای اندازه‌گیری با تفکیک بالا (مثالی برای $^{13}\text{C}-\gamma\text{-HCH}$)

محلول B μl	محلول A μl	محلول $^{13}\text{C}-\gamma\text{-HCH}$ μl	محلول کالیبراسیون (غلظت OPC مورد اندازه‌گیری) ng/ml
۵۰		۵۰	۵
	۵۰	۵۰	۵۰
	۵۰۰	۵۰	۵۰۰

۲-۴-۶ محلول‌های ذخیره

مواد اصلی را برای محلول‌های ذخیره TCEP، TEHP، TBEP و TPP (با خلوص ۹۷٪) آماده کنید. برای TCP، از مخلوط ایزومر (با خلوص ۹۰٪) استفاده کنید.
محلول‌ها را به شرح زیر آماده کنید:

الف- ۱۰ mg از ترکیب فسفریک اسید مربوطه را در ۱۰ ml از DCM (۱ mg/ml) حل کنید.

ب- این محلول‌های ذخیره را با DCM به نسبت ۱:۱۰۰۰ (محلول الف) رقیق کنید.

پ- محلول‌های به دست آمده دارای غلظت ۱ $\mu\text{g}/\text{ml}$ می‌باشند.

محلول الف را مجدد با DCM به نسبت ۱:۱۰ رقیق کنید. محلول به دست آمده، محلول ب، دارای غلظت ۰٫۱ $\mu\text{g}/\text{ml}$ می‌باشد.

۳-۴-۶ محلول‌های واسنجی

محلول‌های واسنجی را مطابق با طرح نشان داده شده در جدول ۴ از محلول‌های استاندارد داخلی و دو محلول ذخیره آماده کنید. ۳ محلول واسنجی را به شرح زیر آماده کنید:

الف- ۵۰ μl محلول استاندارد داخلی (۵۰ ng) و حجم‌های محلول‌های ذخیره مربوطه را مطابق با جدول ۴ تا حجم نهایی ۱ ml پر کنید.

ب- غلظت مقادیر استاندارد های داخلی 50 ng/ml در همه محلول های واسنجی می باشد.
پ- از همان محلول استاندارد داخلی برای غنی کردن فوم های PU و آماده سازی محلول های واسنجی استفاده نمایید.

یادآوری ۱- استفاده از یک استاندارد داخلی جهت جبران امکان اتلاف در طی آماده سازی نمونه برداری (به عنوان مثال خطاها و عدم درستی را می توان به وسیله استاندارد داخلی جبران نمود) الزامی می باشد.

یادآوری ۲- به دلیل قابلیت انحلال محدود OPC در حلال های غیرقطبی، DCM به عنوان حلال برای محلول های واسنجی انتخاب شده است.

۷ شناسایی و کمی سازی

۱-۷ اصول کلی

تجزیه فسفریک اسید استرها را با کمک طیف سنج کروماتوگرافی گازی/جرمی با تفکیک بالا یا پایین (GC/HR-MS یا GC/LR-MS) انجام دهید. کمی سازی را پس از روش استاندارد داخلی انجام دهید. گستره عملکردی از $0.2 \mu\text{g/ml}$ تا $10 \mu\text{g/ml}$ برای GC/LR-MS و $0.05 \mu\text{g/ml}$ تا $0.5 \mu\text{g/ml}$ برای GC/HR-MS می باشد.

وسایل زیر به عنوان مثال های عملی مشخص شده اند. در صورتی که تجهیزات دیگری استفاده شود، پارامترها را بر طبق آن تعیین نمایید.

۲-۷ وسایل تجزیه ای

۱-۲-۷ کروماتوگرافی گازی موبین، مجهز به آشکارساز طیف سنج جرمی (مثال های عملی در زیر ارائه شده است)

۲-۲-۷ تزریق کننده بدون تقسیم / با تقسیم

۳-۲-۷ ستون موبین، با قطبیت کم

۳-۷ تجزیه با GC/LR-MS

۱-۳-۷ وسایل تجزیه ای (مثال عملی)

۱-۱-۳-۷ کروماتوگرافی گازی

۲-۱-۳-۷ طیف سنج جرمی

۲-۳-۷ تثبیت شرایط GC

۱-۲-۳-۷ ستون موبین، DB 1701 با طول 30 mm ، قطر داخلی 0.25 mm ، ضخامت فیلم $0.25 \mu\text{m}$

۲-۲-۳-۷ تزریق کننده، بدون شکاف با حجم $2 \mu\text{l}$

۳-۲-۳-۷ فشار اولیه ستون، 90 kPa

۴-۲-۳-۷ برنامه دمایی، 40°C (۲ min) ← (۱۵ K/min) ← 180°C ← (۵ K/min) ← 280°C (۸/۶۷ min)، زمان اجرای کل، ۴۰ دقیقه، تزریق کننده و لوله انتقال در دمای 270°C نگهداری می‌شوند.

۳-۳-۷ تثبیت شرایط MS

۱-۳-۳-۷ شیوه SIM

۲-۳-۳-۷ جرم SIM، به جدول ۵ مراجعه کنید.

۴-۷ تجزیه به وسیله GC/HR-MS

۱-۴-۷ وسایل تجزیه‌ای (مثال عملی)

۱-۱-۴-۷ کروماتوگرافی گازی

۲-۱-۴-۷ طیف‌سنج جرمی

۲-۴-۷ تثبیت شرایط GC

۱-۲-۴-۷ ستون مووین، HP Ultra، با طول ۵۰ m، قطر داخلی ۰٫۲ mm و ضخامت فیلم $0.33\ \mu\text{m}$

۲-۲-۴-۷ تزریق کننده، بدون شکاف با حجم ۱ μl

۳-۲-۴-۷ فشار ستون، ۱۸۶ kPa

۴-۲-۴-۷ خط انتقال و تزریق کننده، 270°C

۵-۲-۴-۷ برنامه دمایی (ستون) 60°C (۲ min) ← (۲۰ K/min) ← 200°C ← (۴ K/min)

220°C ← (۲۰ K/min) ← 250°C (۲ min)

۳-۴-۷ تثبیت شرایط MS

۱-۳-۴-۷ تفکیک، ۷۰۰۰

۲-۳-۴-۷ برنامه MID، برای TCEP، TEHP، TBEP، TPP و p,p,p-TCP

جدول ۵- مقادیر ناچیز جرمی - طیفسنجی جرمی با تفکیک پایین (جرم‌های SIM)

یون کمی m/z	یون کمی m/z	زمان بازداری ^ب min	ماده
(۱۵۰٪)۱۵۵	۲۱۱	۱۴٫۱۶	TBP
(۶۵٪)۲۵۱	۲۴۹	۱۷٫۵۸	TCEP
(۶۵٪)۲۷۹	۲۷۷	۱۷٫۴۶ ^{الف}	T CPP
(۶۵٪)۱۹۳	۱۹۱	۲۷٫۲۱	TDCPP
(۵۶٪)۲۹۹	۱۹۹	۲۶٫۳۶	TBEP
(۵۰۰٪)۱۱۳	۲۱۱	۲۶٫۱۰	TEHP
(۸۲٪)۳۲۵	۳۲۶	۲۶٫۶۱	TPP
(۱۳۰٪)۳۶۸	۳۶۷	۳۰٫۸۱ ^{الف}	TCP
(۸۶٪)۳۲۸	۳۳۰	۲۱٫۷۷	¹³ C ₁₂ -DDE (استاندارد داخلی)

الف چند ترکیب ایزومری
ب مثالی مطابق با ستون

جدول ۶- مقادیر ناچیز جرمی - طیفسنجی جرمی با تفکیک بالا (برنامه MID)

قطعه قطعه شدن m/z	ترکیب	
۲۰۴٫۹۵۸۸	TCEP	۱- پنجره
۲۰۶٫۹۵۵۹		
۲۴۸٫۹۸۵۰		
۲۵۰٫۹۸۲۱		
۱۸۸٫۹۵۵۰	¹³ C- HCH	
۲۲۶٫۹۲۸۶		
۱۹۹٫۰۷۳۵	TBEP	۲- پنجره
۲۲۷٫۱۰۴۸		
۲۹۹٫۱۶۲۳		
۳۲۵٫۰۶۳۰	TPP	۳- پنجره
۳۲۶٫۰۷۰۸		
۳۲۷٫۰۷۴۲		
۹۸٫۹۸۴۷	TEHP	۴- پنجره
۱۱۳٫۰۰۰۴		
۳۶۷٫۱۰۹۹	TCP	۵- پنجره
۳۶۸٫۱۱۷۷		
۳۶۹٫۱۲۱۱		

۵-۷ محاسبات و بیان نتایج

۱-۵-۷ اصول کلی

محلول‌های واسنجی (حداقل ۳ مورد) را جهت انجام واسنجی تزریق و تجزیه کنید. واسنجی را برای هر تجزیه یا مجموعه‌ای از تجزیه‌ها، مطابق با راهنمای ارزیابی کیفی بررسی کنید. پس از تجزیه، مساحت پیک قطعات یونی از ماده مورد آنالیز را در برابر مساحت پیک قطعات یونی از استاندارد داخلی (نسبت مساحت پیک) برای هر محلول واسنجی محاسبه کنید (به طور مثال، $m/z = 330$ برای $^{13}\text{C-DDE}$ و $m/z = 189$ و $m/z = 227$ برای $^{13}\text{C-}\gamma\text{-HCH}$).

برای مشاهده تابع واسنجی، نسبت مساحت پیک را در برابر غلظت‌ها رسم کنید. تابع واسنجی را با استفاده از رگرسیون خطی $v_{PF} = b\rho + a$ تعیین کنید. از ضرایب تعیین شده برای محاسبه غلظت‌ها در محلول‌های اندازه‌گیری استفاده کنید.

$$\rho = \frac{v_{PF} - a}{b} \quad (1)$$

که در آن:

ρ غلظت؛

v_{PF} نسبت مساحت پیک؛

b شیب؛

a عرض از مبدا.

۲-۵-۷ نمونه‌های هوای داخل ساختمان

نتایج اندازه‌گیری را بر حسب $\mu\text{g}/\text{m}^3$ بیان کرده و تا دو رقم اعشار گرد کنید.

۳-۵-۷ نمونه‌های هوای محفظه آزمون

نتایج اندازه‌گیری را بر حسب $\mu\text{g}/\text{m}^3$ بیان کنید. میزان انتشار ویژه (SERS) را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۹-۱۰۳۸۴ محاسبه کنید. نتایج را تا دو رقم اعشار گرد کنید.

۸ مشخصات عملکردی

۱-۸ مشخصات عملکردی تجزیه هوا

مشخصات تجزیه‌ای برای TBEP، TBP، TCEP، TCP، TEHP، TCPP و TPP در هوای داخل ساختمان و هوای محفظه آزمون به شرح زیر می‌باشد:

- حجم نمونه‌برداری، 1 m^3

- حد کمی‌سازی (نسبت به شاهد)، نمونه 10 ng ، مطابق با $0.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$

- انحراف استاندارد، ۱۵٪ تا ۲۰٪

- میزان بازیابی روش تجزیه‌ای، $>90\%$

برای رفتار جدایی، جدایی جاذب‌های مورد استفاده تحت غلظت‌های استاندارد هوای داخل ساختمان یا هوای محفظه آزمون برای حجم نمونه‌برداری تا 2 m^3 پیش بینی نمی‌شود.

۹ ارزیابی کیفی

انجام چندین نمونه‌برداری توصیه می‌شود. طرح اندازه‌گیری باید مشخص کند که اندازه‌گیری‌های انجام شده الزامات کیفی مشخص شده به وسیله مشتری را برآورده می‌سازد. در انتخاب و ویژگی‌های ارزیابی کیفی اندازه‌گیری‌ها سوالات زیر پرسیده می‌شود:

- آیا نهاد اندازه‌گیری دارای سامانه ارزیابی کیفی مستند شده می‌باشد؟
- آیا اندازه‌گیری‌های تکراری یا اندازه‌گیری‌های مقایسه‌ای (به عنوان مثال، سایر آزمایشگاه‌ها) انجام می‌شود؟
- اندازه‌گیری‌های عدم قطعیت چگونه انجام می‌شود (مطابق با DIN 1319-3)؟
- آیا در آزمون‌های بین آزمایشگاهی، نهاد اندازه‌گیری مشارکت داشته است؟

۱۰ تداخل‌ها

ویژگی‌های فیزیکی شیمیایی و فیزیکی OPC و همچنین توزیع گسترده آن‌ها منجر به ایجاد مشکلات قابل توجهی در تعیین کمی OPC می‌شود. توصیه می‌شود به طور منظم هر مرحله از روش آزمون را به گونه‌ای که عاری از شاهد یا اثرات محتمل باشد، بررسی کنید. در موارد مشکوک، شاهد‌ها را قبل از هر تعیین بررسی کنید. توصیه می‌شود با اعمال مناسب راهنما در مورد بهبود روش و در طی تهیه پیش‌نویس این راهنما از تداخلات زیر اجتناب کنید.

شاهد‌های مربوطه و در نتیجه اثرات انتقال به وسیله مواد آلوده‌کننده OPC (به عنوان مثال کاغذهای صافی) و افت‌های ناشی از جذب بر روی دیواره‌های وسایل ایجاد می‌شوند. برای مثال سیکلو هگزان در موقعیتی برای نگه‌داری OPC قطبی قوی در محلول نمی‌باشد. هنگامی که استون/سیکلو هگزان برای استخراج استفاده می‌شوند، مشخص گردیده است در صورت حذف استن از مخلوط حلال به وسیله تقطیر، ۱۰٪ از TCEP موجود به صورت معکوس بر روی دیواره‌های شیشه‌ای استخراج‌کننده یا وسایل تغلیظ جذب می‌شود. درزبندی پلاستیکی وسایل استخراج خودکار به طور معمول به دلیل جذب OPC در پلاستیک مناسب نمی‌باشند [۴]. اقدامات احتیاطی را برای تمیز کردن وسایل شیشه‌ای جهت آماده‌سازی نمونه انجام دهید. هنگامی که TBP دوتریم‌دار شده (D24-TBP) به عنوان استاندارد داخلی استفاده می‌شود، یک ترکیب ناشناس در ستون‌های ویژه با مجموعه‌ای از نمونه‌های گرد و غبار خانگی که در همان زمان بازداری ظاهر می‌شوند، رخ می‌دهد.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

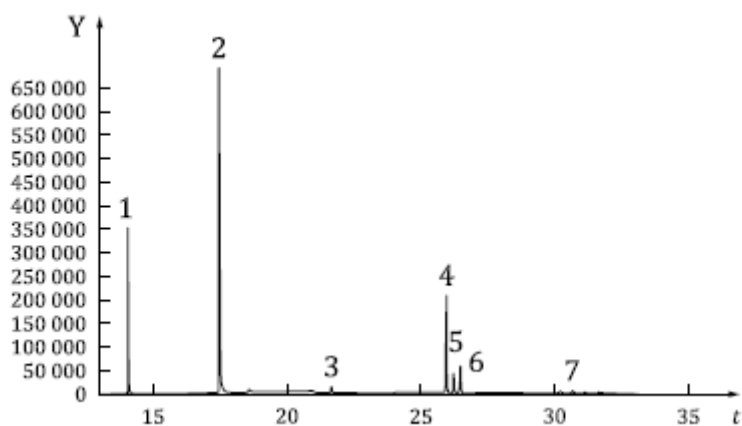
علائم اختصاری و ویژگی‌های فیزیکی

نام/گروه	علائم اختصاری	CAS. NO	فرمول	جرم مولی g/mol	نقطه جوش °C	فشار بخار hPa	توضیحات
OPC الکیل‌دار							
تری اتیل فسفات	TEP	۷۸-۴۰-۰	C ₆ H ₁₅ O ₄ P	۱۸۲٫۲	۲۱۵ تا ۲۱۶ (۱۰۱۳ hPa)	< ۱٫۳ (۲۵ °C) ۱٫۴ (۴۰ °C)	
تری n- بوتیل فسفات	TBP	۱۲۶-۷۳-۸	C ₁₂ H ₂₇ O ₄ P	۲۶۶٫۳	۲۸۹ (۱۰۱۳ hPa) ۱۳۰ (۵ hPa)	< ۶۶ (۲۵ °C) ۰٫۰۸ (۵۰ °C)	
تریس (۲- بوتوکسی اتیل) فسفات	TBEP	۷۸-۵۱-۳	C ₁₈ H ₃₉ O ₇ P	۳۹۸٫۵	۲۰۰ تا ۲۳۰ (۵ تا ۳ hPa)	۲٫۸ × ۱۰ ^{-۷} (۲۵ °C) < ۱٫۳ (۲۵ °C) ۰٫۰۴ (۱۵۰ °C)	
تریس (۲- اتیل هگزیل) فسفات	TEHP	۷۸-۴۲-۲	C ₂₄ H ₅₁ O ₄ P	۴۳۴٫۶	۲۲۰ (۷ hPa) ۲۱۰ (۵ hPa)	< ۰٫۱ (۲۰ °C) < ۶۶ (۲۰ °C) ۲٫۵ (۳۰۰ °C)	
OPC آریل‌دار							
تری فنیل فسفات	TPP	۱۱۵-۸۶-۸	C ₁₈ H ₁₅ O ₄ P	۳۲۶٫۳	۳۷۰ (۱۰۱۳ hPa) ۲۴۷ (۱۵ hPa)	۰٫۲ (۱۵۰ °C) ۱٫۳ (۱۹۳ °C)	
کرزیل دی فنیل فسفات	CDP	۲۶۴۴۴-۴۹-۵	C ₁₉ H ₁₇ O ₄ P	۳۴۰٫۳	۲۳۵ تا ۲۵۵ (-)	-	GC: ۲ ایزومر
تری کرزیل فسفات (مخلوط ایزومر)	TCP	۱۳۳۰-۷۸-۵	C ₂₁ H ₂₁ O ₄ P	۳۶۸٫۴	۲۶۲ تا ۲۶۴ (۱۱ hPa) ۲۴۱ تا ۲۵۵ (۵ hPa)	۱٫۳ × ۱۰ ^{-۴} (۲۰ °C)	
o, o, o- تری کرزیل فسفات	o, o, o-TCP	۷۸-۳۰-۸	C ₂₁ H ₂₁ O ₄ P	۳۶۸٫۴	۴۱۰ (۱۰۱۳ hPa)	۱۳٫۳ (۲۶۵ °C) ۲٫۳ × ۱۰ ^{-۶} (۲۵ °C)	
m, m, m- تری کرزیل فسفات	m, m, m-TCP	۵۶۳-۰۴-۲	C ₂₁ H ₂₁ O ₄ P	۳۶۸٫۴	۲۶۰ (۲۰ hpa)	-	

	-	۲۴۴ (Δ hpa)	۳۶۸٫۴	$C_{21}H_{21}O_4P$	۷۸-۳۲-۰	P,P,P-TCP	p ,p ,p تری کرزیل فسفات
							OPC هالوژن دار
	<۱۳٫۳ (۲۵°C)	۳۵۱ (۱۰۱۳ hPa)	۲۸۵٫۵	$C_6H_{12}O-$ $۴Cl_3P$	۱۱۵-۹۶-۸	TCEP	تریس (۲-کلرو اتیل) فسفات
GC: ۳ ایزومر	<۲٫۷ (۲۵°C)	۲۴۸ تا ۲۳۶ (۱۰۱۳ hPa)	۳۲۷٫۶	$C_9H_{18}O-$ $۴Cl_3P$	۱۳۶۷۴-۸۴-۵	T CPP	تریس (۱-کلرو ۲-پروپیل) فسفات
			۳۲۷٫۶	$C_9H_{18}O-$ $۴Cl_3P$	-	T CPP	تریس (۳-کلرو پروپیل) فسفات
	۰٫۰۱ (۳۰°C)	۲۳۶ تا ۲۳۷ (۷ hPa)	۴۳۰٫۹	$C_9H_{15}O-$ $۴Cl_6P$	۱۳۶۷۴-۸۷-۸	TDCPP	تریس (۱ و ۳-دی کلرو- ۲- پروپیل) فسفات
به عنوان بازدارنده‌های اشتعال قابل توجه نمی‌باشند.		-	۴۳۰٫۹	$C_9H_{15}O-$ $۴Cl_6P$	-	TDCPP	تریس (۲ و ۳-دی کلرو پروپیل) فسفات
" تریس "	$۲٫۵ \times 10^{-۴}$ (۲۵°C) $۱٫۶ \times 10^{-۳}$ (۴۵°C) $۶٫۴ \times 10^{-۳}$ (۶۵°C)	۳۹۰ (-)	۶۹۷٫۷	$C_9H_{15}O-$ $۴Br_6P$	۱۲۶-۷۲-۷	TDBPP	تریس (۲ و ۳-دی برم پروپیل) فسفات
							OPC پل دار
داده‌ها بر اساس ساختار ایده‌آل	< ۱٫۳ (۳۸°C)	>۳۰۰ (-)	۵۷۴٫۵	$C_{30}H_{24}O_8P_2$	۵۷۵۸۳-۵۴-۷	RDP	تترا فنیل رزور سینول دی فسفات
داده‌ها بر اساس ساختار ایده‌آل	-	-	۶۹۲٫۶	$C_{39}H_{34}O_8P_2$	-	BDP	تترا فنیل بیس فنول - A دی فسفات

پیوست ب
(اطلاعاتی)

مثالی از کروماتوگرام‌های محلول‌های استاندارد



راهنما:

Y فراوانی

t زمان

۱ تری n بوتیل فسفات

۲ تریس (۲-کلرواتیل) فسفات

۳ $^{13}C_{12}$ -DDE (استاندارد داخلی)

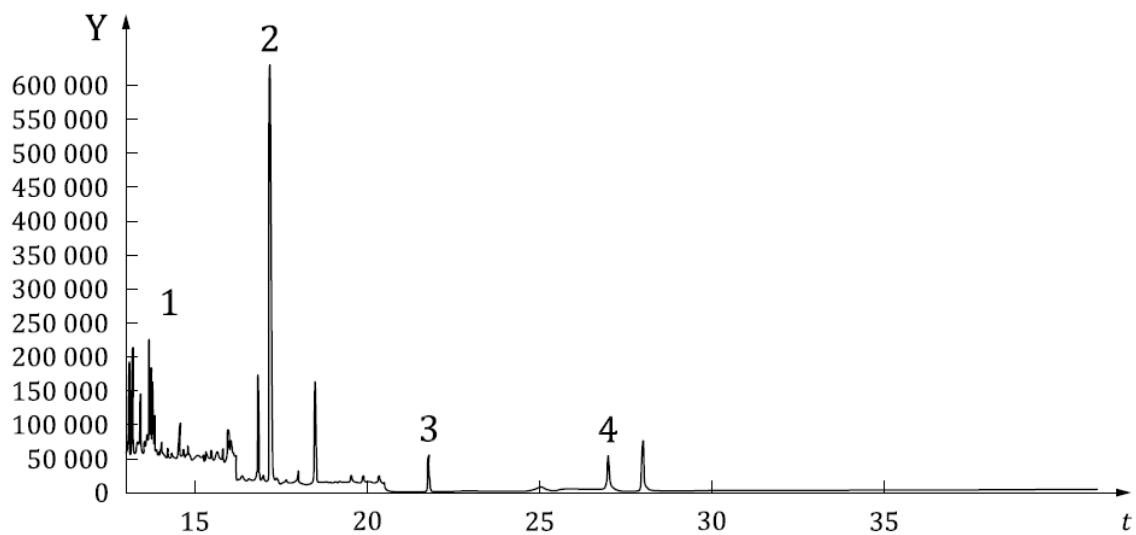
۴ تریس (۲ اتیل هگزیل) فسفات

۵ تریس (۲ بوتوکسی اتیل) فسفات

۶ تری فنیل فسفات

۷ تری کرزیل فسفات

شکل ب ۱- کروماتوگرام محلول استاندارد فسفرک اسید استر (تفکیک پایین) برای اندازه‌گیری‌های هوای محفظه



راهنما:

Y فراوانی

t زمان

۱ تری n بوتیل فسفات

۲ تریس (۲-کلرواتیل) فسفات

۳ $^{13}\text{C}_{12}$ -DDE (استاندارد داخلی)

۴ تری فنیل فسفات

شکل ب ۱- کروماتوگرام نمونه هوای محفظه (تفکیک پایین)

پیوست پ
(اطلاعاتی)
کتابنامه

- [1] DIN 1319Part 3, Grundlagen der Messtechnik – Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Messgröße, Messunsicherheit [Basic concepts of metrology — Part 3: Evaluating measurements of a single measurand and expression of uncertainty]
- [2] VDI 4301Part 5, Messen von Innenraumlufiverunreinigungen — Messen von Flammenschutzmitteln und Weichmachern auf Basis phosphororganischer Verbindungen — Phosphorsäureester [Measurement of indoor air pollution — Measurement of flame retardants and plasticizers based on organophosphorus compounds — Phosphoric acid ester]
- [3] Van der Veen I ., & d e Boer J. Phosphorous flame retardants: Properties, production, environmental occurrence, toxicity and analysis. Chemosphere. 2012, 88 pp. 1119–1153
- [4] Sagunski H ., & Roskamp E. Richtwerte für die Innenraumluf: Tris(2-chlorethyl) phosphat. Bundesgesundheitsblatt Gesundheitsforschung Gesundheitsschutz. 2002, 45 pp. 300–306
- [5] Wensing M., U hde E., Salthammer T. Plastics additives in the indoor environment – flame retardants and plasticizers. Sci. Total Environ. 2005, 339 pp. 19–40
- [6] World H ealth Organization (WHO). Flame Retardants: A G eneral I ntroduction. Environ. Health Criteria. 1997, 192, Geneva
- [7] Umweltbundesamt (UBA). Erarbeitung von Bewertungsvorschlägen zur Substitution umweltrelevanter Flammenschutzmittel. Band I–III; Texte 25/01, 26/01, 27/01, Berlin 2000, ISSN 0722-186X
- [8] Ingerowski G ., F riedle A ., T humulla J. Chlorinated ethyl and isopropyl phosphoric acid triesters in the indoor environment – an inter-laboratory exposure study. Indoor Air. 2001, 11 pp. 145–149
- [9] Hansen D., Volland G., Krause G., Zölter D. Bestimmung und Vorkommen von phosphororganischen Verbindungen in Hausstaub und Raumluft. Gefahrstoffe – Reinhaltung der Luft. 2001, 61 pp. 13–17
- [10] Carlsson H., Nilsson U., Becker G., Ostmann C. Organophosphate ester flame retardants and plasticisers in the indoor environment: analytical methodology and occurrence. Environ. Sci. Technol. 1997, 31 pp. 2931–2936
- [11] EPA TO-10 A: Determination of pesticides and polychlorinated Biphenyls in ambient air using low volume polyurethane foam (PUF) sampling followed by gaschromatographic/multi-detector (GC/MD) detection

- [12] Salthammer T., & Wensing M. Flame retardants in the indoor environment. Part IV: Classification of experimental data from house dust, indoor air and chamber tests Proceedings of the 9th International Conference on Indoor Air and Climate. 2002, 2 pp. 213–218
- [13] Wensing M. Untersuchungen zum Freisetzungsverhalten von organischen Flammenschutzmitteln aus Produkten für den Innenraum. Luftverunreinigungen im Innenraum. VDI Bericht 1778. VDI Verlag, Düsseldorf, 2003, pp. 87–98.
- [14] Kemmlein S., Hahn O., Jann O. Emissionen von Flammenschutzmitteln aus Bauprodukten und Konsumgütern. Forschungsbericht 299 65 321. UBA-FB 000475. UBA-Texte 55/03. ISSN 0722- 186X <http://www.umweltbundesamt.de>
- [15] Salthammer T., Uhde E., Wensing M. Bestimmung von SVOC in Prüfkammern – Flammenschutzmittel und Weichmacher. In: Neuere Entwicklungen bei der Messung und Beurteilung der Luftqualität. VDI Berichte 1656 (2002). Düsseldorf: VDI Verlag 2002. ISBN 3-18-091656-7
- [16] WHO. 1991, Environmental Health Criteria, No. 110 – Tricresyl phosphate, <http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc/ehc110.htm>
- [17] WHO. 1991, Environmental Health Criteria, Heft, No. 111 – Triphenyl phosphate, <http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc/ehc111.htm>
- [18] WHO. 1991, Environmental Health Criteria, No. 112 – Tributyl phosphate, <http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc/ehc112.htm>
- [19] WHO. 1995, Environmental Health Criteria, No. 173 – Tris-and bis(2,3-dibromopropyl) phosphate, <http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc/ehc173.htm>
- [20] WHO. 1998, Environmental Health Criteria, No. 209 – Flame retardants: tris(chloropropyl) phosphate and tris(2-chloroethyl) phosphate, <http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc/ehc209.htm>
- [21] WHO. 2000, Environmental Health Criteria, No. 218 – Flame retardants: tris(2-butoxyethyl) phosphate, tris(2-ethylhexyl) phosphate and tetrakis(hydroxymethyl) phosphonium, <http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc/ehc218.htm>
- [22] ISO 16000-6, Indoor air — Part 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and test chamber air by active sampling on Tenax TA® sorbent, thermal desorption and gas chromatography using MS or MS-FID