

استاندارد ملی ایران

۱۰۸۴۷-۶

چاپ اول

۱۳۹۴



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

INSO

10847-6

1st.Edition

2016

هوای داخلی - قسمت ۶: تعیین ترکیبات
آلی فرار در هوای داخلی و هوای محفظه
آزمون با نمونه برداری فعال روی جاذب
واجدب گرمایی و Tenax TA[®]
کروماتوگرافی گازی با MS یا MS-FID

**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 method using
MS or MS-FID**

ICS: 13.040.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بندیک 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 منصفانهً 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 پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشتہ 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، به عنوان 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 الکترونیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیستمحیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری 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 استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیستمحیطی، آزمایشگاهها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسائل 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 ناظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاه، کالیبراسیون (واسنجی) وسائل 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

«هوای داخلی»- قسمت ۶: تعیین ترکیبات آلی فرار در هوای داخلی و هوای محفظه آزمون با نمونه برداری فعال روی جاذب Tenax TA[®]، واجذب گرمایی و کروماتوگرافی گازی با MS یا «MS-FID

سمت و / یا نمایندگی

مدیر پژوهشگاه مرکزی دانشگاه آزاد اسلامی
خوارسگان

رئیس:

قیصری، محمد مهدی
(دکتری شیمی)

دیپر:

رئیس هیئت مدیره شرکت معیار دانش
پارس

نبی، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

مدیر عامل شرکت معیار دانش پارس

اسماعیلیان، سید امین
(لیسانس مهندسی صنایع)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی
شاپور

چرمزاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس تدوین استاندارد شرکت
معیار دانش پارس

حاجی حسینی، زهره
(لیسانس علوم دامی)

مسئول فنی آزمایشگاه شیمی شرکت معیار
دانش پارس

حامدیان، مولود
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

کارشناس محیط زیست

حسینی، فروغ
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

عضو هیئت علمی دانشگاه شهرکرد

رحیمی، ابراهیم
(دکتری بهداشت مواد غذایی)

عضو هیئت علمی دانشگاه شهرکرد

شاکریان، امیر
(دکتری بهداشت مواد غذایی)

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

ملتجی، جلال
(لیسانس محیط زیست)

ممتأز، حسن
(دکتری میکروبیولوژی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

معاونت بهداشت دانشگاه جندی شاپور اهواز

عضو هیئت علمی دانشگاه شهرکرد

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	مراجع الزامی
۲	اصطلاحات و تعاریف
۳	اصول آزمون
۳	مواد و / یا واکنشگرها
۶	وسایل
۸	ثبت شرایط و ذخیره‌سازی لوله‌های جاذب
۸	نمونه‌برداری
۱۱	آنالیز
۱۲	شناسایی VOC‌های مجزا
۱۳	غلظت آنالیت‌ها در هوای نمونه‌برداری شده
۱۵	مشخصه‌های عملکرد
۱۶	کنترل کیفیت
۱۷	گزارش آزمون
۱۸	پیوست الف (اطلاعاتی) مثال‌هایی از ترکیبات شناسایی شده در هوای داخلی و ناشی از محصولات ساختمانی در محفظه‌های آزمون
۲۴	پیوست ب (اطلاعاتی) حجم‌های نمونه‌برداری صحیح برای بخارات آلی انتخابی جمع شده روی جاذب Tenax TA®
۲۷	پیوست پ (اطلاعاتی) بازیابی حلal‌های ذخیره شده روی لوله‌های جاذب Tenax TA®
۲۹	پیوست ت (اطلاعاتی) تعیین ترکیبات آلی خیلی فرار و نیمه فرار در ارتباط با ترکیبات آلی فرار
۳۶	پیوست ث (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد " هوای داخلی- قسمت ۶: تعیین ترکیبات آلی فرار در هوای داخلی و هوای محفظه آزمون با نمونه‌برداری فعال روی جاذب [®]Tenax TA، واجذب گرمایی و کروماتوگرافی گازی با MS یا MS- FID " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت معیار دانش پارس تهیه و تدوین شده است و در یک‌صد و بیست‌مین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۴/۱۲/۱۸ 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 موقع 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 مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 16000-6: 2011, 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

مقدمه

استاندارد ISO 16000-1 الزامات عمومی مرتبط با اندازه‌گیری آلاینده‌های هوای داخلی و شرایط مهمی که در طول نمونه‌برداری از آلاینده‌های مجزا یا گروهی از آلاینده‌ها یا قبل از آن در نظر گرفته می‌شود را ارائه می‌کند. جنبه‌های اندازه‌گیری (نمونه‌برداری و آنالیز) و راهبرد نمونه‌برداری از آلاینده‌های ویژه یا گروهی از آلاینده‌ها در قسمت‌های دیگر استاندارد ISO 16000 مشخص شده‌اند.

استاندارد ISO 16000-5 (روش نمونه‌برداری VOC) ارتباط بین استاندارد ISO 16000-1 و استاندارد ISO 16000 (عمومی برقراری اصول) و این قسمت از مجموعه استانداردهای ISO 16000 که با نمونه‌برداری و اندازه‌گیری‌های تجزیه‌ای سروکار دارد را برقرار می‌کند.

همچنین استانداردهای ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴ (بند ۲ و مرجع ۸ پیوست الف را ببینید) و استانداردهای ISO 12219 (مراجع ۳ تا ۷ پیوست ث) به اندازه‌گیری ترکیبات آلی فرار (VOCs)^۱ می‌پردازند.

هوای داخلی - قسمت ۶: تعیین ترکیبات آلی فرار در هوای داخلی و هوای محفظه آزمون با نمونهبرداری فعال روی جاذب[®] Tenax TA، واجذب گرمایی و کروماتوگرافی گازی با MS- FID

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، تعیین روشی برای اندازه‌گیری ترکیبات آلی فرار (VOCs) در هوای داخلی و هوای نمونهبرداری شده، برای تعیین انتشار VOC‌های حاصل از محصولات یا مواد ساختمانی و دیگر محصولات مورد استفاده در محیط‌های داخلی با استفاده از محفظه‌ها و سل‌های آزمون، است. در این روش از جاذب[®] Tenax TA^۱ و سپس واجذب گرمایی (TD)^۲ استفاده می‌شود و آنالیز با کروماتوگرافی گازی (GC)^۳ (مرجع ۱۳ پیوست ث را ببینید) مجهز به یک ستون یا ستون‌های مویینه و یک آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای (FID)^۴ و/یا آشکارساز طیفسنجی جرمی (MS)^۵ انجام می‌شود.

این استاندارد برای اندازه‌گیری ترکیبات آلی فرار غیرقطبی و کمی قطبی در محدوده غلظتی کمتر از میکروگرم بر مترمکعب تا چند میلی‌گرم بر مترمکعب کاربرد دارد.

این استاندارد، برای آنالیز ترکیبات آلی بسیار فرار (VVOCs)^۶ و ترکیبات آلی نیمه فرار (SVOCs)^۷ نیز کاربرد دارد (به پیوست ت مراجعه شود).

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.

درصورتی 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 موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱ - Tenax TA[®] نام تجاری یک محصول تولید شده توسط شرکت Buchem است. این اطلاعات برای سهولت استفاده کاربران از این استاندارد می‌باشد و محصول نام برده، مورد تأیید ISO نیست. می‌توان از محصولات معادلی که همین نتایج را ارائه دهند، نیز استفاده کرد.

2 - Thermal desorption

3 - Gas chromatographic

4 - Flame ionization detector

5 - Mass Spectrometric

6 - Very volatile organic compound (VVOC)

7 - Semi-volatile organic compound (SVOC)

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱، هوای داخلی، پیرامون و محل کار- نمونهبرداری و تجزیه ترکیبات آلی فرار بهوسیله لولههای جاذب/ واجذبی گرمایی/ کروماتوگرافی گازی مؤینهای- قسمت ۱: نمونهبرداری با پمپ

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

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۴۷-۱۰، هوای داخل ساختمان، قسمت ۱۰: اندازهگیری انتشار ترکیبات آلی فرار از محصولات و اثاثیه ساختمانی- آزمون انتشار به روش اتاقک

2-4 ISO 16000-1, Indoor air — Part 1: General aspects of sampling strategy

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار میروند:

۱-۳

ترکیب آلی نیمه فرار (SVOC)

ترکیب آلی با نقطه جوش در محدوده دمایی (۴۰۰°C تا ۳۸۰°C) (۲۶۰°C تا ۲۴۰°C)

یادآوری ۱- این طبقه‌بندی توسط سازمان بهداشت جهانی (WHO)^۱ تعریف شده است (مرجع ۱۴ پیوست ث را ببینید).

یادآوری ۲- تعیین نقاط جوش بسیاری از ترکیبات به این دلیل که قبل از جوشیدن در فشار اتمسفری تجزیه میشوند، دشوار یا غیرممکن است. فشار بخار معیار دیگری، برای طبقه‌بندی فراریت ترکیبات است که ممکن است برای طبقه‌بندی مواد شیمیایی آلی مورد استفاده قرار گیرد (مرجع ۱۵ پیوست ث).

۲-۳

ترکیب آلی فرار (VOC)

ترکیب آلی با نقطه جوش در محدوده دمایی (۲۶۰°C تا ۲۴۰°C) (۱۰۰°C تا ۵۰°C)

یادآوری‌های ۱ و ۲ بند ۱-۳ را ببینید)

۳-۳

ترکیب آلی بسیار فرار (VVOC)

ترکیب آلی با نقطه جوش در محدوده دمایی کمتر از ۵۰°C (۱۰۰°C تا ۰°C) (یادآوری‌های ۱ و ۲ بند ۱-۳ را ببینید)

^۱ ترکیبات آلی فرار کل (TVOCs)

مجموع ترکیبات آلی فرار، که روی جاذب [®] Tenax TA نمونه برداری شده و توسط هر کدام از حلال‌های نرمال‌هگزان و نرمال‌هگزادکان، روی یک ستون مؤین غیرقطبی شسته شده و از طریق آشکارسازهای یونیزاسیون شعله‌ای (TVOC-FID) یا آشکارساز طیف‌سنجد جرمی (TVOC-MS) آشکارسازی شده‌اند و با تبدیل سطح کل کروماتوگرام، یعنی پنجره تجزیه‌ای به جرم اسمی با استفاده از ضریب پاسخ کروماتوگرافی برای تولوئن (همارزهای تولوئن) اندازه‌گیری کمی می‌شوند.

یادآوری - در حالی که این استاندارد، تعیین VOC‌های مجزا را مشخص می‌کند، در عمل، برای ایجاد مقدار غلظت واحد، برای مشخص کردن مقدار VOC‌های کل موجود در هوا، به کار می‌رود. این مقدار، مقدار TVOC نامیده می‌شود (به بندهای ۱۱-۳ و ۱۳ مراجعه شود). باید تأکید کرد که مقدار TVOC این چنین بدست آمده، به نمونه برداری و روش‌های تجزیه‌ای مورد استفاده، بستگی دارد و بنابراین، باید با در نظر گرفتن توصیف کامل این روش‌ها، تفسیر شود.

۴ اصول آزمون

حجم مشخصی از هوای نمونه، از طریق یک (یا چند) لوله جاذب حاوی جاذب [®] Tenax TA از هوای اتاق، محفظه آزمون انتشار (استاندارد ۹-ISO 16000) یا سل آزمون انتشار (استاندارد ۱۰-ISO 16000-10 را ببینید) جمع‌آوری می‌شود. ترکیبات آلی فرار (VOCs) توسط لوله جاذب بازداری می‌شوند و سپس ترکیبات در آزمایشگاه آنالیز می‌شوند. VOC‌های جمع‌آوری شده، توسط گرما واجذب می‌شوند و از طریق تله سرد یا تله جاذب تحت گاز حامل بی‌اثر به کروماتوگراف گازی مجهز به یک ستون یا ستون‌های مؤینه و آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای (FID) و/یا طیف‌سنجد جرمی (MS) منتقل می‌شوند.

۵ مواد و / یا واکنشگرها

۱-۵ ترکیبات آلی فرار، با خلوص کروماتوگرافی، برای کالیبراسیون
۲-۵ حلal رقیق‌سازی، برای تهیه محلول مخلوط کالیبراسیون برای اسپایک مایع، با خلوص کروماتوگرافی، عاری از ترکیباتی که همراه ترکیب (ترکیبات) موردنظر شویش شوند.

یادآوری - در اکثر موارد سودمند است که از حلal رقیقی که به طور قابل ملاحظه‌ای فرارتر از VOC‌های مورد آنالیز باشد، استفاده شود. معمولاً^۱ مтанول این معیار را برآورده می‌کند. داده‌های سلامتی و ایمنی مربوط به ترکیبات آلی، برای مثال در برگه‌های ایمنی بین‌المللی مواد شیمیایی (ICSCs)^۲ ارائه شده است.

۳-۵ جاذب [®] Tenax TA، ذراتی با اندازه mm ۰/۱۸ تا ۰/۶۰ (با اندازه مش ۳۰ تا ۸۰)

1 - Total volatile organic compounds(TVOCs)
2 - International chemical safety cards (ICSCs)

جادب® Tenax TA، یک پلیمر متخلخل بر پایه ماده ۶،۲-دیفنیلن اکسید است. این جاذب‌های تولید شده شامل مقادیری از ناخالصی است که باید قبل از استفاده از آن‌ها برای نمونه‌برداری VOC، حذف شوند. در عملیات پاکسازی باید® Tenax TA را جهت ثبیت شرایط جاذب تحت جریان یک گاز حامل خالص قرار داد. شرایط پاکسازی را به گونه‌ای انتخاب کنید که ساختار پلیمر تخریب نشود. به طور مثال دمای C ۳۰۰ به مدت ۱۰ ساعت با استفاده از نرخ جریان گاز حامل 50 ml/min تا 100 ml/min برای لوله‌های نمونه‌برداری پر شده. جاذب‌های® Tenax TA از قبل تمیز شده، را در لوله‌های نمونه‌برداری که به صورت محکم درزبندی شدند، بسته‌بندی کرده و در یک ظرف عاری از انتشار و بسته نگهداری کنید. موفقیت روند پاکسازی را با انجام آنالیز جاذب تمیز شده، بررسی کنید.

یادآوری - لوله‌های جاذب از پیش پر شده، تمیز و پوشش‌دار به طور تجاری در دسترس هستند.

۴-۵ اتمسفر استاندارد، با غلظت‌های مشخصی از ترکیبات مورد نظر که با روشی شناخته شده، آماده شده است. روش‌های شرح داده شده در استانداردهای ملی ایران شماره ۱۱۰۵۱ (مرجع ۱) پیوست ث را ببینید) و ۱۳۶۳۲ (مرجع ۲ پیوست ث را ببینید)، برای این منظور مناسب هستند. اتمسفرهای استاندارد معادل، با غلظت حدود $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ را تهیه کنید. اگر روش کار مذکور تحت شرایطی که گفته شده برای اندازه‌گیری غلظت‌های بسیار ناچیز، برای ساخت محلول‌های استاندارد اولیه از نظر جرم و/یا حجم به کار نرود یا اگر بی‌اثر بودن شیمیایی را نمی‌توان ضمانت کرد، غلظت‌ها باید با استفاده از یک روش کار مستقل تأیید شوند.

۵-۵ لوله‌های جاذب استاندارد، این لوله‌ها با اسپایک کردن اتمسفرهای استاندارد (بند ۴-۵) بارگذاری شده، با عبور حجم مشخصی از اتمسفر استاندارد از میان لوله جاذب به عنوان مثال به وسیله یک پمپ آماده می‌شوند.

حجم اتمسفر نمونه‌برداری شده باید از حجم شکست ترکیب آنالیت- جاذب تجاوز کند. پس از بارگذاری، اتصال را قطع کرده و لوله را درزبندی کنید. استانداردهای تازه را با هر دسته از نمونه‌ها، آماده کنید. برای هوای داخلی و هوای محفظه آزمون، لوله‌های جاذب را برای مثال با حجم $1, 200 \text{ ml}$ ، 400 ml ، $1, 1, 21$ یا $1, 10$ از اتمسفر استاندارد انتخاب شده با غلظت $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ بارگذاری کنید.

۶-۵ محلول‌های مخلوط کالیبراسیون برای اسپایک مایع

۱-۶-۵ کلیات، زمان‌های ذخیره‌سازی پایدار و ایمن محلول‌های مخلوط کالیبراسیون باید تعیین شوند. بنابراین، محلول‌های استاندارد باید به صورت تازه تهیه شوند به خصوص اگر نشانه‌ای از خراب شدن نمونه‌ها، به عنوان مثال واکنش بین الكل‌ها و کتون‌ها مشاهده شود. غلظت‌های محلول کالیبراسیون مناسب با توجه به سطوح آنالیت هدف مورد انتظار، در هر دسته از نمونه‌ها، تغییر می‌کند. مثال‌هایی از آماده‌سازی محلول برای محدوده‌ای از کاربردها در بندهای ۶-۵ تا ۶-۲ می‌شود.

۲-۶-۵ محلول حاوی هر ترکیب مایع با غلظت حدود 50 mg/ml ، 10 ml از حلal رقیق‌سازی را به یک بالن حجم‌سنگی 100 ml انتقال دهید. به درستی حدود 1 g از ماده یا مواد موردنظر را به بالن حجم‌سنگی

ml ۱۰۰ منتقل کنید، از ماده با حداقل مواد فرار شروع کنید. با حلال رقیق‌سازی تا خط نشانه به حجم برسانید، درپوش را قرار داده، تکان دهید تا مخلوط شود.

۳-۶-۵ محلول حاوی هر ترکیب مایع با غلظت حدود $100\text{ }\mu\text{g/ml}$ ، 50 ml از حلال رقیق‌سازی را به بالن حجم‌سنگی ml ۱۰۰ منتقل کنید. 10 ml از محلول بند ۲-۶-۵ را به آن اضافه کرده و با حلال رقیق‌سازی تا خط نشانه به حجم برسانید، درپوش را قرار داده، تکان دهید تا مخلوط شود.

۴-۶-۵ محلول حاوی هر ترکیب مایع با غلظت حدود $100\text{ }\mu\text{g/ml}$ ، 50 ml از حلال رقیق‌سازی را به بالن حجم‌سنگی ml ۱۰۰ منتقل کنید. 10 ml از محلول بند ۳-۶-۵ را به آن اضافه کرده و با حلال رقیق‌سازی تا خط نشانه به حجم برسانید. درپوش را قرار داده، تکان دهید تا مخلوط شود.

۵-۶-۵ محلول حاوی هر ترکیب مایع با غلظت حدود $10\text{ }\mu\text{g/ml}$ ، 50 ml از حلال رقیق‌سازی را به بالن حجم‌سنگی ml ۱۰۰ منتقل کنید. 10 ml از محلول بند ۴-۶-۵ را به آن اضافه کرده و با حلال رقیق‌سازی تا خط نشانه به حجم برسانید. درپوش را قرار داده، تکان دهید تا مخلوط شود.

۶-۶-۵ محلول حاوی هر ترکیب مایع با غلظت حدود $1\text{ }\mu\text{g/ml}$ ، 50 ml از حلال رقیق‌سازی را به بالن حجم‌سنگی ml ۱۰۰ منتقل کنید. 10 ml از محلول بند ۵-۶-۵ را به آن اضافه کرده و با حلال رقیق‌سازی تا خط نشانه به حجم برسانید. درپوش را قرار داده، تکان دهید تا مخلوط شود.

۷-۵ لوله‌های جاذب استاندارد اسپایک شده، این لوله‌ها از طریق تزریق قسمتی از محلول‌های استاندارد بر روی لوله‌های جاذب تمیز، تهیه می‌شوند.

انتهای لوله جاذب نمونه‌برداری با واحد تزریق دستگاه کروماتوگرافی گازی (GC) گرم نشده منطبق می‌شود (بند ۱۰-۶) که از طریق آن گاز پاکسازی بی‌اثر با سرعت 100 ml/min عبور داده می‌شود و $1\text{ }\mu\text{l}$ تا $5\text{ }\mu\text{l}$ از محلول استاندارد مناسب از میان درپوش غشایی^۱ تزریق می‌شود. بعد از ۵ دقیقه، لوله جدا شده و درزبندی می‌شود. لوله‌های استاندارد را به صورت تازه با هر مجموعه نمونه تهیه کنید.

وقتی اجزا در فاز بخار به بستر جاذب می‌رسند، وارد کردن استانداردهای مایع، به داخل لوله‌های جاذب از طریق یک تزریق‌کننده GC، روشی بهینه برای ورود استاندارد مایع است. به طور جایگزین، استانداردهای مایع ممکن است با استفاده از یک سرنگ، به صورت مستقیم در بستر جاذب وارد شوند (بند ۳-۶).

مخلوط‌های کالیبراسیون باید در شرایط دمای محیط کنترل شده، آماده‌سازی شوند. بنابراین، قبل از استفاده، محلول‌ها را تعدیل^۲ کنید.

یادآوری ۱- هنگام آماده‌سازی لوله‌های استاندارد دارای آنالیتهای SVOC اگر آرایش تزریق‌کننده به نوک سرنگ اجازه دهد که تماس آهسته‌ای با نگهدارنده جاذب (برای مثال توری یا لعب) در داخل لوله داشته باشد، انتقال مؤثر افزایش می‌یابد.

یادآوری ۲- لوله‌های استاندارد حاوی VVOC‌ها معمولاً از اتمسفرهای استاندارد (بندهای ۴-۵ و ۵-۵ را ببینید) یا از استانداردهای گاز غلیظ شده، با منبع تجاری، تهیه می‌شوند. برای استانداردهای گاز غلیظ شده بهتر است که از طریق یک تزریق‌کننده GC حرارت داده نشده، به انتهای لوله‌های جاذب نمونه‌برداری در جریانی از گاز حامل وارد شوند.

1 - Septum

2 - Temper

یادآوری ۳- اگر لوله‌های استاندارد با وارد کردن قسمت‌هایی از بیش از یک محلول یا گاز استاندارد، آماده‌سازی شوند، مناسب‌تر است، ابتدا استاندارد حاوی اجزای با نقطه جوش بالاتر وارد شود و استاندارد دارای سبک‌ترین اجزا، آخر وارد شوند. این کار، خطر شکست آنالیت در طی فرایند بارگذاری لوله استاندارد را به حداقل می‌رساند.

۸-۵ لوله‌های استاندارد تجاری از پیش بارگذاری شده، این لوله‌های تایید شده، قابل دسترس می‌باشند و برای انجام کنترل کیفیت تجزیه‌ای و کالیبراسیون روزانه می‌توانند استفاده شوند.

۹-۵ گاز حامل بی‌اثر، برای مثال هلیم، آرگون و نیتروژن. خلوص گاز حامل باید اجازه آشکارسازی یک تزریق 5 ng $\cdot 5 \text{ ng}$ را بدهد.

هشدار- کیفیت گاز حامل، بسیار مهم است، چون احتمالا وجود آلاینده‌های موجود در گازها، سبب غنی شدن تله سرد همراه با مواد آنالیز شده، می‌شود.

۶ وسایل

از وسایل معمول آزمایشگاهی و ظروف شیشه‌ای به همراه وسایل زیر استفاده کنید:

۱-۶ لوله‌های جاذب، از جنس فولاد زنگ‌زن یا شیشه، شامل حداقل 200 mg جاذب^۱ (بند ۳-۵) با سرپوش‌های پیچی فلزی و بسته‌ای از جنس پلی‌تترافلوروواتیلن (PTFE)^۲

لوله‌ای با قطر خارجی $6/4 \text{ mm}$ ، قطر داخلی 5 mm و طول 89 mm مناسب هستند و در بسیاری از واجذب‌های گرمایی تجاری استفاده می‌شوند. از پشم شیشه غیرفعال یا مکانیسم‌های مناسب دیگر، مانند لعاب فولاد زنگ‌زن، هم می‌توانید برای حفظ جاذب در لوله استفاده کنید.

لوله‌های جاذب از پیش تمیز شده حاوی Tenax TA[®]، به صورت تجاری در دسترس هستند. به طور جایگرین، لوله‌های جاذب می‌توانند در آزمایشگاه به صورت زیر پر شوند.

مقدار مناسبی از جاذب سطحی را با استفاده از حداقل 200 mg جاذب در هر لوله به منظور حفظ ظرفیت جذب سطحی، وزن کنید. برای بسته‌بندی لوله، یک توپی از پشم شیشه غیرفعال یا یک توری از جنس فولاد زنگ‌زن را در یک انتهای لوله قرار دهید. در صورت نیاز، به کمک مکش، جاذب را به درون لوله منتقل کنید. پس از جاذب، یک توپی یا توری دیگر قرار دهید تا جاذب را در لوله نگهدارد.

یادآوری- حجم شکست در استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۴۰۱، پیوست ب، تعیین می‌شود. حجم‌های شکست، مناسب با ابعاد لوله نمونه‌برداری و مقدار جاذب هستند. به طور تخمینی، با دو برابر کردن طول بستر، در حالی که قطر لوله ثابت است، مقدار حجم نمونه‌برداری ایمن (SSV)^۲ دو برابر می‌شود.

۲-۶ اتصال‌های لوله جاذب، برای نمونه‌برداری، دو لوله جاذب، با استفاده از درپوش پیچی فلزی جفت شده با بسته از جنس PTFE، به صورت سری متصل می‌شوند.

۳-۶ سرنگ‌های دقیق، با قابلیت خواندن حداقل $0.1 \mu\text{l}$

1 - Polytetrafluoroethylene (PTFE)

2 - Safe sampling volume (SSV)

۴-۶ پمپ نمونهبرداری، پمپ مورد استفاده باید مطابق الزامات استاندارد ASTM D3686 (مرجع ۱۰) پیوست ث) یا EN 1232 (مرجع ۱۱ پیوست ث) باشد.

۵-۶ لوله‌گذاری، از جنس پلی‌اتیلن (PE)^۱ یا پلی‌ترافلوروواتیلن (PTFE) با قطر مناسب که برای اطمینان از نشتی نداشتن پمپ و لوله نمونه استفاده می‌شوند.

لوله‌های نمونهبرداری نباید با لوله‌های پلاستیکی بالادست جاذب، استفاده شوند. مزاحمت‌های ناشی از لوله‌گذاری می‌توانند آلاینده‌ها را وارد کنند.

۶-۶ کالیبره‌کننده جریان‌سنج، حباب‌سنج یا هر وسیله مناسب دیگر برای کالیبراسیون جریان گاز.

۷-۶ سیستم کروماتوگرافی گازی (GC)، مجهز به یک آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای و/یا آشکارساز طیف‌سنج جرمی با قابلیت آشکارسازی حداقل ۱ ng تولوئن با نسبت سیگنال به نویز حداقل ۵ به ۱ در یک تزریق است.

۸-۶ ستون مؤینه، یک ستون مؤینه GC مناسب، برای جداسازی آنالیت‌ها در نمونه، انتخاب می‌شود. ستون‌های حاوی % ۱۰۰ دی‌متیل پلی‌سیلوکسان پیوند شده با ابعاد ۳۰ m × ۳۰ m، قطر داخلی ۰,۲۵ mm تا ۰,۳۲ mm و ضخامت فاز ۰,۰۵ µm تا ۰,۲۵ µm، مثال‌هایی از ستون‌های تأیید شده‌اند که برای آنالیز VOC هواي داخلی، با آزمون انتشار به روش محفظه (مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۴۷-۹) و آزمون انتشار به روش اتاقک (مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۴۷-۱۰) مناسب می‌باشند.

یادآوری- یک ستون دی‌متیل پلی‌سیلوکسان، برای مثال یک ستون HP-1^۲، با برنامه دمایی مشخص، ۳-کارن را از ۲-اتیل-۱-هگزانول جدا نمی‌کند و هم چنین متا و پارا-زايلن را نیز جداسازی نمی‌کند.

۹-۶ دستگاه واجذب گرمایی، برای دوره‌حله واجذب گرمایی از لوله‌های جاذب و انتقال بخارهای واجذب شده از طریق جریان گاز بی اثر در دستگاه کروماتوگرافی گازی می‌باشد.

یک دستگاه معمولی، دارای مکانیسمی برای نگهداری لوله‌های واجذب شده در حالی که تحت گرما قرار می‌گیرند و به طور همزمان با گاز حامل بی اثر پاکسازی می‌شود، می‌باشد. دما و زمان واجذب مانند نرخ جریان گاز حامل، قابل تنظیم است. دستگاه ممکن است همچنین دارای ویژگی‌های دیگر مانند بارگذاری لوله نمونه خودکار، آزمون نشت و یک تله سود یا دستگاه‌های مناسب دیگر برای تعیین نمونه واجذب شده باشد. نمونه واجذب شده موجود در گاز پاکسازی، از طریق مسیر انتقال حرارت، به دستگاه GC و ستون مؤین منقل می‌شود.

۱۰-۶ وسیله تزریق، برای آماده‌سازی استانداردها با اسپایک مایع (اختیاری). برای آماده‌سازی استانداردهای کالیبراسیون یک واحد تزریق دستگاه کروماتوگرافی گازی متداول یا دستگاه معادل، ممکن

1 - Polyethylene

2 - HP-1 نام تجاری محصول تولید شده توسط شرکت Agilent می‌باشد. این اطلاعات برای سهولت استفاده کاربران این استاندارد است و محصول نام برده، مورد تأیید این استاندارد ملی نیست.

است به کار رود، که ممکن است به صورت در محل^۱ و یا به شکل جداگانه سوار شده باشد. توصیه می‌شود برای از بین بدن خطر انتقال حرارت به لوله و خطر مربوط به تحریب^۲ آنالیت، تزریق‌کننده، حرارت داده نشود. توصیه می‌شود در صورت ضرورت، برای متناسب بودن لوله نمونه، قسمت پشتی واحد تزریق با آن سازگار شود. این عمل با استفاده از جفت شدن^۳ فشاری با یک درزبند واشر^۴ به راحتی انجام می‌شود.

یادآوری- هنگام آماده‌سازی لوله‌های استاندارد حاوی آنالیت‌های SVOC، اگر وضعیت تزریق‌کننده، به نوک سرنگ اجازه دهد که اتصال ملایمی با مکانیسم حفظ جاذب (برای مثال، توری یا لعب) درون لوله، ایجاد کند، انتقال مؤثر، افزایش می‌یابد.

۱۱-۶ کالیبراسیون پمپ، پمپ را با استفاده از یک وسیله اندازه‌گیری خارجی کالیبره شده مناسب، با لوله جاذب سوار شده در خط، کالیبره نمایید.

۷ تثبیت شرایط و ذخیره‌سازی لوله‌های جاذب

۱-۷ تثبیت شرایط

قبل از هر نمونه‌برداری، شرایط لوله‌های جاذب از پیش تمیز شده را به مدت ۱۰ دقیقه در دمای C ۳۰۰ درجه تحت گاز حامل بی‌اثر با نرخ جریان ml/min ۵۰ تا ۱۰۰ ml/min تثبیت کنید تا مواد آلی فرار ناچیزی که ممکن است در لوله به دام افتاده باشند از بین بروند. با استفاده از پارامترهای تجزیه‌ای معمول، تعدادی نماینده از لوله‌های تثبیت شرایط شده را برای مقدار شاهد، آنالیز کنید تا اطمینان حاصل کنید شاهد واجذبی گرمایی، به اندازه کافی، کوچک است. اگر پیک‌های محصول، بیشتر از ۱۰٪ مساحت پیک معمولی آنالیت‌های مورد نظر نباشد، مقدار شاهد لوله جاذب، قابل قبول است. اگر شاهد غیر قابل قبول باشد، لوله‌ها را با تکرار روش تثبیت شرایط، دوباره تثبیت شرایط کنید. اگر پس از تکرار روش تثبیت شرایط، شاهد هنوز غیر قابل قبول باشد، لوله‌ها باید دوباره پر شوند (روش آزمون بند ۱-۶ را ببینید).

۲-۷ نگهداری لوله‌های جاذب تثبیت شرایط شده قبل از نمونه‌برداری

لوله‌های جاذب تثبیت شرایط شده را با درپوش پیچی فلزی مجهز به بست PTFE درزبندی کرده و در ظرفی عاری از انتشار، در دمای اتاق نگهداری کنید. از لوله‌های نمونه‌برداری تثبیت شرایط شده، در طی ۴ هفته استفاده کنید. بعد از این مدت (۴ هفته)، قبل از نمونه‌برداری، لوله‌ها را دوباره تثبیت شرایط کنید.

۸ نمونه‌برداری

۱-۸ نمونه‌برداری از هوای داخلی

خط نمونه‌برداری را سوار کنید. چنانچه بهمنظور اطمینان از این‌که حجم شکست برای یک لوله و آنالیت موردنظر، بیشتر نمی‌شود، بیش از یک لوله استفاده می‌شود، یک مجموعه لوله را با اتصال لوله‌ها در

1 - in situ

2 - Breakthrough

3 - Coupling

4- O- ring

مجموعه‌هایی با یک اشتراک آماده کنید (بند ۲-۶). پمپ را به لوله جاذب یا مجموعه لوله با لوله‌هایی از جنس PE یا PTEF متصل کنید. پمپ را روشن کرده و نرخ جریان نمونه‌برداری یا قرائت ثبات^۱ را یادداشت و ثبت کنید، زمان شروع، دما و در صورت لزوم برای محاسبه، فشار اتمسفر را نیز یادداشت کنید. نرخ جریان نمونه‌برداری مناسب، در محدوده 50 ml/min تا 200 ml/min است. در پایان دوره نمونه‌برداری، نرخ جریان یا قرائت ثبات را یادداشت و ثبت کنید. پمپ را خاموش کرده و زمان، دما و در صورت لزوم فشار اتمسفر را یادداشت و ثبت کنید. لوله نمونه‌برداری را از خط نمونه‌برداری جدا کرده و دو انتهای آن را با استفاده از اتصالات درپوش پیچی با بست PTFE درزبندی کنید.

اگر نرخ جریان نمونه‌برداری با استفاده از یک دستگاه اندازه‌گیری جریان یکپارچه، برای مثال، یک جریان‌سنج جرمی، تعیین شود، لوله نمونه‌برداری را به خط نمونه‌برداری متصل کرده و پمپ را روشن کنید و زمان و نرخ جریان یا قرائت ثبات را یادداشت و ثبت کنید. دما و در صورت لزوم فشار اتمسفر را یادداشت و ثبت کنید. نرخ جریان نمونه‌برداری مناسب، در محدوده 50 ml/min تا 200 ml/min است. در پایان دوره نمونه‌برداری، نرخ جریان یا قرائت ثبات را یادداشت و ثبت کنید، پمپ را خاموش کرده و زمان خاموش شدن پمپ را یادداشت و ثبت کنید. لوله نمونه‌برداری را از خط نمونه‌برداری جدا کرده و دو انتهای آن را با استفاده از اتصالات درپوش پیچی با بست PTFE درزبندی کنید.

نمونه‌برداری از هوای داخلی باید با در نظر گرفتن جنبه‌های کلی راهبرد نمونه‌برداری به صورت مشخص شده در استاندارد ISO 16000-1 انجام شود.

اگر آزمون‌گر، ضروری بداند، برای مثال تا قادر باشد زمان‌های نمونه‌برداری را طولانی‌تر کند، نرخ‌های جریان نمونه‌برداری، کمتر از 50 ml/min ممکن است استفاده شوند.

۲-۸ نمونه‌برداری از هوای محفظه آزمون

خط نمونه‌برداری را سوار کنید. اگر نرخ جریان نمونه‌برداری با یک کالیبره کننده، تعیین می‌شود، پمپ را روشن کنید، نرخ جریان نمونه‌برداری را یادداشت و ثبت کنید. نرخ جریان نمونه‌برداری مناسب، در محدوده 50 ml/min تا 200 ml/min است. هنگام نمونه‌برداری از یک محفظه انتشار، جریان نمونه‌برداری نباید از 80% نرخ جریان هوای محفظه، بیشتر شود. لوله نمونه‌برداری را به خروجی محفظه آزمون یا دریچه^۲ نمونه‌برداری دیگر محفظه آزمون انتشار، وصل کنید. زمان اتصال لوله را یادداشت و ثبت کنید. دما و در صورت لزوم فشار اتمسفر را یادداشت و ثبت کنید. در پایان دوره نمونه‌برداری، لوله نمونه‌برداری را از دریچه محفظه نمونه‌برداری، جدا کرده، زمان جدا کردن را یادداشت و ثبت کنید، تعیین جریان نمونه‌برداری را تکرار کنید و پمپ را خاموش کنید. لوله نمونه‌برداری را از خط نمونه‌برداری جدا کرده و دو انتهای آن را با استفاده از اتصالات درپوش پیچی با بست PTFE درزبندی کنید.

اگر نرخ جریان نمونه‌برداری با استفاده از یک دستگاه اندازه‌گیری جریان یکپارچه، برای مثال، یک جریان‌سنج جرمی، تعیین شود، لوله نمونه‌برداری را به خط نمونه‌برداری و سپس دریچه محفظه

1 - Register

2 - Port

نمونهبرداری، وصل کنید، پمپ را روشن کرده و زمان و نرخ جريان يا قرائت ثبات را يادداشت و ثبت کنيد. دما و در صورت لزوم فشار اتمسفر را يادداشت و ثبت کنيد. نرخ جريان نمونهبرداری مناسب، در محدوده ۵۰ ml/min تا ۲۰۰ ml/min است. در پایان دوره نمونهبرداری، نرخ جريان يا قرائت ثبات را يادداشت و ثبت کنید، پمپ را خاموش کرده و زمان خاموش شدن پمپ را يادداشت و ثبت کنيد. لوله نمونهبرداری را از خط نمونهبرداری جدا کرده و دو انتهای آن را با استفاده از اتصالات درپوش پیچی با بست PTFE درزبندی کنید.

٣-٨ حجم‌های نمونهبرداری

SSV ها، يعني مقادیر گازی که بدون تخریب VOCها می‌تواند نمونهبرداری شود، در پیوست ب فهرست شده‌اند. به طور کلی، حجم‌های نمونهبرداری مناسب، برای لوله‌های نمونهبرداری دارای mg ۲۰۰ از Tenax[®]، هنگام نمونهبرداری VOCها از هوای داخلی غیر صنعتی، ۱ ۱ تا ۵ می‌باشد. در اندازه‌گیری‌های انتشار مواد، نوع و عمر مواد، عامل بارگذاری و نرخ تبادل هوا در محفظه، حجم‌های نمونهبرداری مناسب را مشخص می‌کند. به طور کلی، حداقل حجم نمونهبرداری توصیه شده، ۱ ۵ می‌باشد. حجم نمونهبرداری تا غلظت‌های مورد انتظار، تنظیم می‌شود. هنگام نمونهبرداری غلظت‌های ناشناخته، توصیه می‌شود که حداقل سه نمونه موازی با حجم‌های نمونهبرداری متفاوت برداشته شوند. اگر نتیجه تجزیه‌ای به حجم نمونهبرداری وابسته نباشد، هیچ گونه تخریب آنالیت‌ها رخ نداده است.

٤-٨ نگهداری نمونه‌های بارگذاری شده

لوله‌های نمونهبرداری بارگذاری شده باید به طور محکم بسته شده و در ظرف بدون انتشار در دمای اتاق پیرامون، نگهداری شود. اثر ذخیره‌سازی هوای داخلی یا محفظه بر VOC بارگذاری شده، شناخته شده نیست، اگرچه چندین داده (پیوست پ را ببینید) نشان می‌دهد که ممکن است در طول چند ماه در دمای اتاق ثابت باشند. برای جلوگیری از تغییرات ممکن، توصیه می‌شود نمونه‌ها تا حد امکان، سریع، و ترجیحاً در چهار هفته پس از جمع‌آوری، آنالیز شوند.

٥-٨ شاهدهای میدانی

شاهدهای میدانی باید لوله‌های نمونهبرداری TA[®] یکسان با لوله‌های مورد استفاده برای نمونهبرداری VOC داشته باشند. این لوله‌ها، به جز برای دوره واقعی نمونهبرداری، مانند لوله‌های نمونه، در معرض همان روش جابه‌جایی در میدان قرار می‌گیرند. شاهدهای میدانی در توالی با نمونه‌های واقعی باید نشانه‌گذاری، نگهداری و آنالیز شوند. در یک سلسه عملیات اندازه‌گیری، حدود ۱۰٪ نمونه‌های آنالیز شده باید شاهدهای میدانی باشند. اگر تعداد اندازه‌گیری‌های انجام شده، کم باشد، حداقل یک شاهد میدانی باید آماده‌سازی و آنالیز شود.

۱-۹ کلیات

برای آنالیز، ترکیبات آلی فرار، به صورت گرمایی از لوله‌های نمونه‌برداری واجذب می‌شوند. با استفاده از ستون‌های موئینه در دستگاه کروماتوگرافی گازی، VOC‌های مجزا را جدا کنید و با آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای (FID) و طیفسنج جرمی (MS) یا تنها با طیفسنج جرمی، آشکارسازی کنید. طیفسنج جرمی می‌تواند برای شناسایی و کمی‌سازی ترکیبات استفاده شود، در حالی که آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای به تنها‌یی، فقط برای کمی‌سازی ترکیبات به کار می‌رود.

هنگامی که آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای و طیفسنج جرمی، همزمان برای آنالیز، استفاده می‌شوند، آشکارسازها می‌توانند هردو با یک دستگاه کروماتوگرافی گازی یا با دو دستگاه متفاوت منطبق شوند. در مورد دوم، پارامترهای تزریق و جداسازی نمونه یکسان، برای تولید کروماتوگرام‌های قابل مقایسه، باید در هر دو دستگاه استفاده شوند.

هنگامی که کمی‌سازی با استفاده از آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای انجام می‌گیرد، مخلوط‌های استاندارد کالیبراسیون با غلظت‌های متفاوت یا حداقل یک کالیبره‌کننده تک سطح، برای بررسی عملکرد سیستم، با هر مجموعه از نمونه‌ها باید آنالیز شود.

هنگامی که طیفسنج جرمی برای کمی‌سازی مورد استفاده قرار می‌گیرد، حداقل سه، یا بهتر، پنج یا هفت، غلظت‌های متفاوت از مخلوط‌های استاندارد کالیبراسیون برای به روز کردن کالیبراسیون، با هر مجموعه از نمونه‌ها، باید آنالیز شود.

استانداردهای داخلی برای مثال ترکیبات به صورت ایزوتوپی نشان‌دار شده، ممکن است برای کنترل عملکرد نمونه‌برداری و آنالیز استفاده شود.

۲-۹ واجذب گرمایی

زمان واجذب و نرخ جریان گاز واجذب را به گونه‌ای انتخاب کنید که اثربخشی واجذب برای اکتادکان بهتر از ۹۵٪ باشد. تعیین اثربخشی واجذب در استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱ بیان می‌شود.

شرایط واجذب معمولی برای آنالیز VOC با استفاده از یک تله سرد ثانویه و لوله نمونه‌برداری دارای mg ۲۰۰ تا ۲۵۰ جاذب[®] Tenax TA در جدول ۱ فهرست شده است:

اگر جاذب‌های مختلف در لوله نمونه استفاده شود، ممکن است به دماهای واجذب جایگزین نیاز باشد (برای مثال، برای آنالیز VVOC‌ها، مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱ یا پیوست ت یا برای بازیابی کمی SVOC‌ها). اگر یک دمای واجذب متفاوت استفاده شود، در گزارش آزمون، باید شرح داده شود.

جدول ۱- شرایط واجذب معمولی برای آنالیز VOC

دماهی واجذب	۲۸۰ $^{\circ}\text{C}$ تا ۲۶۰ $^{\circ}\text{C}$
زمان واجذب	۵ دقیقه تا ۱۵ دقیقه
نرخ جریان گاز واجذب	۵۰ ml/min تا ۳۰ ml/min
دماهی بالای تله سرد	۳۰۰ $^{\circ}\text{C}$ تا ۲۶۰ $^{\circ}\text{C}$
دماهی پایین تله سرد	+۲۰ $^{\circ}\text{C}$ تا -۳۰ $^{\circ}\text{C}$
جادب تله سرد	Tenax TA®
دماهی خط انتقال	۲۲۵ $^{\circ}\text{C}$ تا ۱۵۰ $^{\circ}\text{C}$
نسبت‌های تقسیم	توصیه می‌شود نسبت‌های تقسیم بین لوله نمونه و تله ثانویه و بین تله ثانویه و ستون تجزیه‌ای (اگر کاربردی باشد) بسته به غلظت اتمسفر مورد انتظار، انتخاب شود. (راهنمای مربوط به سازنده دستگاه واجذب گرمایی را ببینید).

یادآوری- ترکیبات آلی فرارتر VVOCs می‌توانند از طریق تله سرد، تحت این شرایط شکسته شوند و با آنالیز، به صورت کمی تعیین نمی‌شوند (پیوست ت را برای کسب اطلاعات در مورد چگونگی آنالیز VVOC و SVOC به صورت کمی، ببینید). جاذب‌ها و شرایط تجزیه‌ای جایگزین برای تطابق با محدوده گسترده‌تری از ترکیبات، در بند ۱-۶ پیوست ت فهرست شده است.

۳-۹ برنامه دماهی

هنگامی که آنالیز مخلوط‌های مواد، نشان‌دهنده تفاوت‌های بزرگ در نقاط جوش و قطبیت است، برنامه دماهی ستون تجزیه‌ای مورد نیاز است تا تفکیک خوبی در حداقل زمان، به دست آید.

۴-۹ آنالیز نمونه‌ها

ترجیحاً طی چهار هفته بعد از نمونه‌برداری، آنالیز نمونه‌های VOC را انجام دهید. شاهدهای میدانی و استانداردهای مناسب را در توالی با نمونه‌ها، آنالیز کنید. VOC‌ها را با طیفسنج جرمی شناسایی کنید و آن‌ها را با استفاده از کروماتوگرام آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای یا طیفسنج جرمی کمی‌سازی کنید.

۱۰ شناسایی VOC‌های منفرد

برای شناسایی VOC‌های منفرد و غیرهدف، نمونه‌ها را با آشکارساز MS در حال عملیات در حالت پویش آنالیز کنید. VOC‌های منفرد آشکار شده در نمونه، را با استفاده از طیفسنج جرمی، کروماتوگرام یونی کل و زمان بازداری هر ترکیب شناسایی کنید. کروماتوگرام یونی کل را با طیف‌های جرمی ترکیبات خالص یا طیف‌های جرمی جمع‌آوری شده (کتابخانه‌ای) در دسترس تجاری، مقایسه کنید. کتابخانه‌هایی که توسط کاربر ایجاد می‌شود نیز ممکن است مورد استفاده قرار گیرند. مشابهت زمان بازداری با زمان بازداری ترکیب

مورد استفاده برای کالیبراسیون در یک ستون منفرد منحصرا به عنوان دلیل شناسایی، در نظر گرفته شود.

در صورت امکان، بسیاری از ترکیبات، به ویژه آن‌هایی که ۱۰ تا از بلندترین پیک‌ها را نشان می‌دهند و آن‌هایی که غلظت بالاتر از $2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ دارند، را شناسایی کنید. فهرستی از VOC‌ها که طبق تجربه در هنگام چاپ این استاندارد، به صورت مکرر، در هوای داخلی با آن‌ها مواجه شده و از مواد، منتشر شده‌اند در پیوست الف، ارائه می‌شود. در صورتی که مجموع سطح زیر پیک‌های کروماتوگرافی VOC‌های شناسایی شده، متناظر با حداقل دو سوم سطح کل زیر تمام پیک‌ها در کروماتوگرام شوینده بین و دارای نرمال‌هگزان تا نرمال‌هگزادکان باشد، سطح رضایت‌بخش شناسایی به دست می‌آید.

حالت پایش یون انتخابی (SIM)^۱ عملیات طیف‌سنج جرمی نیز ممکن است استفاده شود. انتخاب آن به عهده آزمون‌گر که باید از تفاوت‌های بین پایش یون انتخابی و حالت‌های پویش، آگاه باشد، واگذار می‌شود.

۱۱ غلظت آنالیت‌ها در هوای نمونه‌برداری شده

۱-۱۱ کلیات

ترکیبات شناسایی شده با استفاده از ضرایب پاسخ مجزا، هنگامی که ترکیب مرتع آن‌ها در دسترس باشد، کمی‌سازی می‌شوند. در موارد دیگر، کمی‌سازی، به صورت هم‌ارز تولوئن، گزارش می‌شود. ترکیبات شناسایی نشده با استفاده از ضریب پاسخ تولوئن، کمی‌سازی می‌شوند.

۲-۱۱ ترکیبات آلی فرار (VOC)

ضرایب پاسخ ترکیبات ویژه و خطی بودن FID و MS برای ترکیبات موردنظر، با کالیبره کردن سیستم تجربیهای با محلول‌های استاندارد (بندهای ۵-۵، ۳-۶-۵، ۴-۶-۵، ۵-۶-۵، ۶-۵، ۹-۵) تعیین می‌شوند. با استفاده از حداقل سه غلظت متفاوت در محدوده خطی (استفاده از ۵ یا ۷ غلظت متفاوت بهتر است)، یک منحنی کالیبراسیون آماده کنید. پایین‌ترین غلظت مورد استفاده برای کالیبراسیون باید کمترین غلظت نمونه یا کمتر از آن باشد.

سطح زیر پیک‌های کروماتوگرام VOC منفرد، متناسب با جرم ترکیب تزریق شده می‌باشد. برای هر ترکیب، رابطه بین جرم آنالیت تزریق شده و سطح زیر پیک مربوطه تعیین می‌شود. شب منحنی کالیبراسیون در محدوده خطی، ضریب پاسخ VOC مورد مطالعه است.

$$A_{St} = b_{St} m_{St} + c_{St} \quad (1)$$

که در آن:

A_{St} سطح زیر پیک آنالیت در کروماتوگرام استاندارد، بر حسب واحدهای سطح؛

b_{St} شب منحنی کالیبراسیون؛

m_{St} جرم آنالیت در استاندارد بر حسب نانوگرم؛

عرض از مبدأ منحنی کالیبراسیون، چنانچه منحنی کالیبراسیون از مبدأ صفر عبور کند $c_{St} = 0$ است.

جرم آنالیت، m_A ، موجود در نمونه با استفاده از ضریب پاسخ آنالیت، از روی سطح زیر پیک آشکارساز، بر حسب نانوگرم، با استفاده از رابطه ۲ محاسبه می‌شود:

$$m_A = \frac{A_A}{b_{St}} - c_A \quad (2)$$

که در آن:

سطح زیر پیک آنالیت در کروماتوگرام نمونه، بر حسب واحدهای سطح: A_A

شیب منحنی کالیبراسیون: b_{St}

عرض از مبدأ منحنی کالیبراسیون، چنانچه منحنی از مبدأ صفر عبور کند $c_A = 0$ است.

غلظت جرمی VOC‌های شناسایی شده در نمونه هوا، ρ_A ، بر حسب میکروگرم بر مترمکعب، با استفاده از رابطه ۳ محاسبه می‌شود:

$$\rho_A = \frac{m_A - m_{A0}}{V} \quad (3)$$

که در آن:

جرم آنالیت موجود در لوله نمونه برداری، بر حسب نانوگرم: m_A

جرم آنالیت موجود در لوله شاهد، بر حسب نانوگرم: m_{A0}

حجم نمونه برداری، بر حسب لیتر می‌باشد. V

در صورت لزوم، غلظت‌ها در دمای 23°C و فشار 101.3 kPa تنظیم شده و غلظت جرمی VOC‌های شناسایی شده در نمونه هوا با استفاده از رابطه ۴ محاسبه می‌شود:

$$\rho_{A;101.3;296} = \rho_A \frac{101.3(t + 273)}{p} \frac{296}{296} \quad (4)$$

که در آن:

فشار واقعی هوا نمونه برداری شده، بر حسب کیلوپاسکال: P

دمای واقعی هوا نمونه برداری شده، بر حسب درجه سلسیوس: t

ترکیبات شناسایی نشده در نمونه با استفاده از ضریب پاسخ کالیبراسیون برای تولوئن کمی‌سازی می‌شوند.

۳-۱۱ ترکیبات آلی فرار کل (TVOCs)

غلظت TVOC به صورت زیر تعیین می‌شود.

کل مساحت کروماتوگرام بین نرمال هگزان و نرمال هگزادکان را در نظر بگیرید. با استفاده از ضریب پاسخ تولوئن، مساحت را به واحدهای جرم تولوئن، تبدیل کنید. با استفاده از رابطه ۳، غلظت جرمی TVOC را در

هوای نمونهبرداری شده محاسبه کنید. با در نظر گرفتن زمینه^۱، مقدار TVOC لوله شاهد را با استفاده از همین روش محاسبه کنید و مقدار بدست آمده را از نتیجه TVOC نمونه، کم کنید تا یک مقدار TVOC تصحیح شده به دست آید.

پارامترهای «تنظیم طیف‌های استاندارد» یا پارامترهای آشکارساز MS معادل، باید هنگام استفاده از آشکارساز MS برای این هدف، تنظیم شود. در غیر این صورت، استفاده از یک آشکارساز FID ترجیح داده می‌شود.

یادآوری ۱- این پیشنهادات در جهت بهبود قابلیت مقایسه نتایج TVOC، ارائه می‌شود.

یادآوری ۲- TVOC تعیین شده بر حسب همارزهای تولوئن، نیمه کتی است، زیرا ضرایب پاسخ ترکیبات مجزا در مخلوط می‌توانند به صورت گسترده نسبت به ضریب پاسخ تولوئن متفاوت باشند.

۴-۱۱ ترکیبات VVOC و SVOC مشاهده شده خارج از محدوده

به دست آورن اطلاعات، در مورد دیگر ترکیبات آلی موجود در هوای داخلی و یا مواد منتشر شده از محصولات درون هوای محفظه آزمون، نه تنها برای تعیین VOC، بلکه برای داشتن اطلاعاتی راجع به SVOC و VVOC، یعنی ترکیبات آلی شویش شده قبل از نرمال هگزان و بعد از نرمال هگزادکان، مناسب می‌باشد. برای رسیدن به این هدف، به پیوست ت مراجعه کنید.

۱۲ مشخصه‌های عملکرد

قبل از استفاده از این روش، توصیه می‌شود مشخصه‌های عملکرد آن، مطابق با استاندارد ISO/IEC Guide 98-3 (مرجع ^۹ پیوست ث) تعیین شود. این تعیین به عنوان یک حداقل، باید شامل برآوردهای مؤلفه‌های عدم قطعیت منابع زیر باشد:

الف) نمونهبرداری:

- (۱) جريان،
- (۲) زمان،
- (۳) دما،
- (۴) فشار،

(۵) کارایی نمونهبرداری؛

ب) یکپارچگی نمونهبرداری:

- (۱) اندازه و پایداری،
- (۲) پایداری شاهد،

(پ) کارایی واجذبی؛

ت) کالیبراسیون:

۱) استانداردها،

۲) عدم تناسب تابع کالیبراسیون؛

ث) آنالیز:

۱) تکرارپذیری،

۲) سطح شاهد؛

ج) اثرات محیطی:

۱) دمای نمونهبرداری،

۲) رطوبت نمونهبرداری،

۳) مزاحمت‌ها؛

چ) تکرارپذیری میدانی؛

ح) روش‌های محفظه:

۱) تبادل هوا،

۲) آماده‌سازی آزمونه.

درستی و تکرارپذیری روش اندازهگیری، عوامل مهمی هستند که باید به منظور ارزیابی نتایج و تناسب روش، در راستای اهداف مورد نظر، تعیین شود. درستی روش اندازهگیری VOC را در صورتی می‌توان تعیین کرد که اتمسفرهای سطح مشخص (میکروگرم‌ها بر مترمکعب) را بتوان به طور قابل اعتمادی، ایجاد نمود. این کار نسبتاً مشکل است و بنابراین، بیشتر محققین، تنها تکرارپذیری روش اندازهگیری‌شان را با نمونهبرداری تکرار شده از یک اتمسفر ثابت تعیین می‌کنند.

در یک مطالعه از بوتادین‌های کلردار شده در هوای داخلی، عدم قطعیت نتایج اندازهگیری، بر اساس اصول استاندارد ISO/IEC Guide 98-3 (مرجع ۹ پیوست ث) ارزیابی شد. عدم قطعیت نسبی ترکیب، برای اندازهگیری هگزاکلروبوتادین در سطح کسر حجمی $10^{-9} \times 0.6\% \pm 12\% \pm$ بود و عدم قطعیت نسبی بسط یافته (در سطح اطمینان ۹۵٪، ۲۳٪ ± بود).

تکرارپذیری نمونهبرداری هیدروکربن‌های غیرقطبی از اتمسفرهای سیلندر شامل شش VOC گزارش شده است (مرجع ۱۷ پیوست ث را ببینید). برای نمونه‌های ۱، تکرارپذیری برای جاذب[®] Tenax TA، کمتر از ۱۰٪ و برای نمونه‌های ۱۰٪ ۰.۵٪ ± بود.

یادآوری - در آزمون انتشار مواد، مقایسه‌های بین آزمایشگاهی همانگی بین آزمایشگاههایی که مسئول آزمون‌های تعیین مشخصات انتشار VOC‌ها از مواد و محصولات داخلی هستند، سازماندهی شد. نتایج این مقایسات داخلی منتشر شده است (مراجع ۱۸ و ۱۹ پیوست ث را ببینید).

۱۳ کنترل کیفیت

سطح مناسبی از کنترل کیفیت باید بکار بردشود که شامل تصدیق زیر است.

۱-۱۳ شاهدهای میدانی، مطابق با بند ۵-۸ تهیه شده است.

- ۲-۱۳ سطح شاهد لوله جاذب، در صورتی قابل قبول است که پیک‌های ناشناخته^۱، بیشتر از ۱۰٪ سطح زیر پیک‌های نوعی آنالیت‌های موردنظر نباشد.
- ۳-۱۳ کارایی واجذبی VOC‌ها می‌تواند مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱ تعیین شود و باید بهتر از ۹۵٪ باشد. برخی توصیه‌های دیگر در مورد بررسی کارایی واجذبی در بند ت-۵-۲ ارائه می‌شود.
- ۴-۱۳ کارایی جمع‌آوری را می‌توان با استفاده از لوله‌های پشتیبان (مکمل) یا گرفتن نمونه‌ها از حجم‌های نمونه‌برداری مختلف، کمتر از حجم نمونه‌برداری ایمن، کنترل کرد.
- ۵-۱۳ تکرارپذیری روش اندازه‌گیری، برای مثال با استفاده از جمع‌آوری و آنالیز نمونه‌های تکراری، تعیین شده است. توصیه می‌شود نمونه‌های تکراری در ۱۵٪ موارد موافق باشند.
- نشان داده شده است که بازیابی هیدروکربن‌های شویش شده در محدوده کروماتوگرافی نرمال‌هگزان تا نرمال‌هگزادکان، بهتر از ۹۵٪ می‌باشد.
- ### ۱۴ گزارش آزمون
- گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:
- ۱-۱۴ روش آزمون استفاده شده مطابق این روش آزمون؛
 - ۲-۱۴ هدف اندازه‌گیری‌ها؛
 - ۳-۱۴ شرح مکان نمونه‌برداری؛
 - ۴-۱۴ زمان و تاریخ نمونه‌برداری؛
 - ۵-۱۴ شرایط نمونه‌برداری (دما، رطوبت نسبی)؛
 - ۶-۱۴ شرح کامل روش انجام نمونه‌برداری؛
 - ۷-۱۴ شرح کامل روش انجام تجزیه‌ای؛
 - ۸-۱۴ آشکارسازی و محدودیت‌های تعیین کمیت روش تجزیه‌ای؛
 - ۹-۱۴ غلظت‌های ترکیبات شناسایی شده که شامل اصول محاسبه و کالیبراسیون مورد استفاده است؛
 - ۱۰-۱۴ عدم قطعیت نتایج گزارش شده.
- نتایج می‌تواند با غلظت جرمی TVOC_{MS} یا TVOC_{FID} در همارزهای تولوئن، کامل شود.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

مثال‌هایی از ترکیبات آشکارسازی شده در هوای داخلی و ناشی از محصولات ساختمانی در محفظه‌های آزمون

جدول الف-۱- مثال‌هایی از ترکیبات آشکارسازی شده در هوای داخلی و ناشی از محصولات ساختمانی در
محفظه‌های آزمون (مراجع ۲۰ و ۲۱ پیوست ث)

ترکیبات شیمیایی	نقطه جوش $\square C$
هیدروکربن‌های آروماتیک	
۳،۲،۱- تری‌متیلبنزن	۱۷۶
۵،۴،۲،۱- تترامتیلبنزن	۱۹۷
۴،۲،۱- تری‌متیلبنزن	۱۶۹
۵،۳،۱- تری‌متیلبنزن	۱۶۵
۳،۱- دی‌ایزوپروپیلبنزن	۲۰۳
۴،۱- دی‌ایزوپروپیلبنزن	۲۰۳
۱- متیل-۲-پروپیلبنزن	
۱- متیل-۳-پروپیلبنزن	۱۷۵
۱- پروپنیلبنزن	۱۷۵
۲- اتیل‌تولوئن	۱۶۵
۳- اتیل‌تولوئن / ۴- اتیل‌تولوئن	۱۶۲
۲- فنیل‌اکتان	۱۲۳
۴- فنیل‌سیکلوهگزان	۲۵۱ ^a
۵- فنیل‌دکان	
۵- فنیل‌آندکان	
۶- متیل‌استایرن	۱۶۵
بنزن	۸۰
اتیل‌بنزن	۱۳۶
اتیل‌بنزن / اتینیل‌بنزن	۱۴۴
ایزوپروپیل‌بنزن	۱۵۲
متا-/ پارا- متیل‌استایرن	۱۶۹/۱۶۸
متا-/ پارا- زایلن	۱۳۸/۱۳۹
نفتالن	۲۱۸
نرمال‌بوتیل‌بنزن	۱۸۳
نرمال‌پروپیل‌بنزن	۱۵۹

جدول الف - ۱ - ادامه

نقطه جوش □C	ترکیبات شیمیایی
۱۷۱	اورتو- متیل استایرن
۱۴۴	اورتو- زایلن
۱۴۵	استایرن
۱۱۱	تولوئن
هیدروکربن های آلیفاتیک $n\text{-C}_6$ تا $n\text{-C}_{16}$	
۱۷۱	- دکن
۱۲۱	- اکتن
۱۷۸	- پنتامتیل هپتان - تری متیل اکтан
۹۰	-۲ متیل هگزان
۱۶۷	-۲ متیل نونان
۱۴۳	-۲ متیل اکتان
۶۰ ^b	-۲ متیل پنتان
۱۵۹	-۳ متیل اکتان
۹۲	-۳ متیل هگزان
۱۴۳	-۳ متیل اکتان
۶۳ ^b	-۳ متیل پنتان
۱۸۹	-۴ متیل دکان
۲۱۶	ایزودودکان
۱۷۴	نرمال دکان
۲۱۶	نرمال دودکان
۹۸	نرمال هپتان
۲۸۷	نرمال هگزادکان
۶۹	نرمال هگزان
۱۵۱	نرمال نونان
۱۲۵	نرمال اکتان
۲۷۱	نرمال پنتادکان
۲۵۴	نرمال تترادکان
۲۳۵	نرمال تری دکان
۱۹۶	نرمال آندکان
سیکلوآلکان ها	
۱۲۴	-۴،۱ دی متیل سیکلو هگزان
۱۶۷	-۴- متیل اتیل سیکلو هگزان (سیس / ترانس)
۸۱	سیکلو هگزان

جدول الف-۱- ادامه

نقطه جوش □C	ترکیبات شیمیایی
۱۰۱	متیل سیکلوهگزان
۷۲	متیل سیکلوپنتان
ترپن‌ها	
۲۷۵	- کاربوفیلن β
۱۵۶	- پینن α
۱۶۴	- پینن β
۱۶۷	- کارن ۳
۲۶۲	- سدرن α
۱۵۸	کامفن
۱۷۶	لیمون
۲۵۴	لانگیفولون
۱۸۰ تا ۱۵۰	ترپن‌تین
الکل‌ها	
۱۱۸	۱- بوتانول
۱۵۸	۱- هگزانول
۱۹۴	۱- اکتانول
۱۳۷	۱- پنتانول
۹۷	۱- پروپانول
۱۸۲	۲- اتیل- ۱- هگزانول
۱۰۸	۲- متیل- ۱- پروپانول (ایزو بوتانول)
۸۲	۲- متیل- ۲- پروپانول
۸۲	۲- پروپانول
۲۶۵	۶،۲- دی- ترشیو- بوتیل- ۴- متیل فنول (BHT)
۱۶۱	سیکلوهگزانول
۱۸۲	فنول
۲۵۴	۴،۲،۲- تری متیل- ۳،۱- پنتان دی ال ایزو بوتیرات
گلیکول‌ها و گلیکول اترها	
۱۱۸	۱- متوكسی- ۲- پروپانول
۱۷۱	۲- بوتوکسی اتانول
۲۳۱	۲- بوتوکسی اتانول
۱۳۶	۲- اتوکسی اتانول
۱۲۵	۲- متوكسی ا atanol
۲۴۵	۲- فنوکسی اتانول
۲۳۵	۳- فنیل- ۱- پروپانول

جدول الف - ۱ - ادامه

نقطه جوش □C	ترکیبات شیمیایی
۲۳۰	۲- بوتوكسی اتوکسی) اتانول
۸۵	دی متوكسی اتان
۴۲ ^b	دی اتوکسی متان
۱۸۹	پروپیلن گلیکول
آلدهیدها	
۱۰۴	۲- بوتناں
	۲- دکنانال
۱۶۳	۲- اتیل هگزانال
۱۶۲	۲- فوران کربوکسالدهید
۹۰ تا ۹۱ در فشار ۵۰ میلی متر جیوه	۲- هپتناں (سیس / ترانس)
۱۰۰ تا ۱۰۲ در فشار ۱۵ میلی متر جیوه	۲- نونناں
۱۱۵ تا ۱۲۵	۲- پنتناں
	۲- آندکنانال
۲۱ ^b	استالدهید
۱۷۹	بنزاً لدهید
۷۶	بوتاناں
۲۰۸	دکاناں
۱۵۳	ھپتناں
۱۲۹	ھگزانال
۱۹۰	نوناناں
۱۷۱	اکتاں
۱۰۳	پنتاناں
۴۹ ^b	پروپیاناں
کتون‌ها	
۸۰	۲- بوتابون (متیل اتیل کتون)
۱۶۳	۲- متیل سیکلو ھگزانون
۱۳۹	۲- متیل سیکلو پنتاناون
۹۵	۳- متیل - ۲- بوتابون
۱۱۷	۴- متیل - ۲- پنتاناون (متیل ایزو بوتیل کتون)
۲۱۴	۵، ۵، ۳- تری متیل سیکلو ھگز - ۲- انون
۵۶ ^b	استون
۲۰۲	استوفنون
۱۵۵	سیکلو ھگزانون
۱۳۰	سیکلو پنتاناون

جدول الف-۱- ادامه

نقطه جوش □C	ترکیبات شیمیایی
هالوکربن‌ها	
۱۳۰	۱،۱،۱،۲- تراکلرواتان
۱۴۶	۱،۱،۲،۲- تراکلرواتان
۷۴	۱،۱،۱- تری‌کلرواتان
۱۱۴	۲،۱،۱- تری‌کلرواتان
۸۴	۲،۱- دی‌کلرواتان
۱۷۳	۴،۱- دی‌کلروبنزن
۷۶	کربن تراکلرید
۱۳۱	کلروبنزن
۴۰ ^b	دی‌کلرومتان
۱۲۱	تراکلرواتان
۸۷	تری‌کلرواتان
اسیدها	
۱۶۴	۲،۲- دی‌متیلپروپانوئیک اسید
۱۱۸	استیک اسید
۱۶۳	بوتیریک اسید
۲۲۳	هپتاگونوئیک اسید
۳۵۰	هگزادکانوئیک اسید
۲۰۲	هگزانوئیک اسید
۱۵۳	ایزو بوتیریک اسید
۲۴۰	اکتانوئیک اسید
۱۸۶	پنتانوئیک اسید
۱۴۱	پروپانوئیک اسید
استرها	
۱۵۶	۲- اتوکسی‌اتیل استات
۱۹۸	۲- اتیل‌هگزیل استات
۱۴۵	۲- متوكسی‌اتیل استات
۱۹۲	بوتوكسی‌اتیل استات
۱۲۶	بوتیل استات
۱۰۷	بوتیل فرمات
۷۷	اتیل استات
۱۰۰	اتیل آکریلات
۱۱۸	ایزو بوتیل استات
۹۰	ایزو پروپیل استات

جدول الف-۱- ادامه

نقطه جوش □C	ترکیبات شیمیایی
۲۲۰	لينالول استات
۸۱	متيل آكريلات
۱۰۰	متيل متاكريلات
۱۰۲	پروپيل استات
۲۸۱	۴،۲،۲- تري متيل پنتان ديوالدي ايزوبوتيرات
۷۲ ^b	وينيل استات
۳۴۰	دی بوتيل فتالات
۲۸۴	دی متيل فتالات
ترکیبات دیگر	
۱۰۱	۴،۱- دی اکسان
۲۰۲	۱، متيل- ۲- پيروليدينون
۱۲۰ بيشتر از	۲- پنتيل فوران
۱۸۴	آنيلين
۲۶۷	کاپرو لاكتام
۱۸۲	ايندن
۲۱۱	نيتروبنزن
۱۱۶	پيريدين
۶۷ ^b	تترا هييدروفوران
یادآوری ۱- حجم‌های نمونه‌برداری ایمن برای بخارات آلی در پیوست ب ارائه شده است.	
یادآوری ۲- هنگام آنالیز VOC هایی که قبیل از نرمال هگزان، شویش می‌شوند جاذب‌های مکمل ارائه شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱ را می‌توان به کار برد.	
^a مقدار ۱- فنیل سیکلوهگزان	
^b ترکیباتی با نقاط جوش پایین‌تر از هگزان به‌طور کمی با جاذب TA [®] هنگام استفاده از اندازه لوله نمونه‌برداری و حجم‌های نمونه‌برداری توصیه شده در این استاندارد بازداری نمی‌شوند.	

پیوست ب

(اطلاعاتی)

حجم‌های نمونه‌برداری صحیح برای بخارات آلی انتخابی جمع شده روی جاذب® Tenax TA®

جدول ب-۱ اطلاعاتی در مورد حجم‌های بازداری برون‌یابی شده و SSVها برای بخارات آلی نمونه‌برداری شده در دمای $\square C$ ۲۰ روی لوله حاوی g ۲۰۰ جاذب® Tenax TA® ارائه می‌دهد (مراجع ۱۲، ۱۵، ۲۲ و ۲۳ پیوست ث را ببینید).

جدول ب-۱- حجم‌های نمونه‌برداری صحیح برای بخارات آلی نمونه‌برداری شده روی جاذب® Tenax TA®

ترکیب آلی	نقطه جوش $\square C$	فشار بخار (۲۵ $\square C$) kPa	حجم نسبی I	SSV I	بر گرم SSV I/g	دمای واجذب $\square C$
هیدروکربن‌ها						
هگزان	۶۹	۱۶	۶,۴	۳/۲	۱۶	۱۱۰
هپتان	۹۸	۴,۷	۳۴	۱۷	۸۵	۱۳۰
اکтан	۱۲۵	۱,۴	۱۶۰	۸۰	۳۹۰	۱۴۰
نوتان	۱۵۱	۰,۵	۱۴۰۰	۷۰۰	۳۵۰۰	۱۵۰
دکان	۱۷۴	۰,۱۳	۴۲۰۰	۲۱۰۰	$1,0 \times 10^4$	۱۶۰
آندرکان	۱۹۶	۰,۱۴	$2,5 \times 10^4$	$1,2 \times 10^4$	$6,0 \times 10^4$	۱۷۰
دودکان	۲۱۶	۰,۰۴	$1,26 \times 10^5$	$6,3 \times 10^4$	$3,0 \times 10^5$	۱۸۰
بنزن	۸۰	۱۰,۱	۱۳	۶,۲	۳۱	۱۲۰
تولوئن	۱۱۱	۲,۹	۷۶	۳۸	۱۹۰	۱۴۰
زايلن	۱۴۴ تا ۱۳۸	$0,87 \text{ تا } 0,67$	۶۰۰	۳۰۰	۱۵۰۰	۱۴۰
اتیلبنزن	۱۳۶	۰,۹۳	۳۶۰	۱۸۰	۹۰۰	۱۴۵
پروپیلبنزن	۱۵۹	۰,۳	۱۷۰۰	۸۵۰	۴۰۰۰	۱۶۰
ایزوپروپیلبنزن	۱۵۲	۰,۴	۹۶۰	۴۸۰	۲۴۰۰	۱۶۰
اتیلتولوئن	۱۶۲	-	۲۰۰۰	۱۰۰۰	۵۰۰۰	۱۶۰
تريمتيلبنزن	۱۷۶ تا ۱۶۵	$0,2 \text{ تا } 0,15$	۳۶۰۰	۱۸۰۰	۸۹۰۰	۱۷۰
استايرن	۱۴۵	۰,۸۸	۶۰۰	۳۰۰	۱۵۰۰	۱۶۰
متيلاستايرن	۱۶۷	۰,۳	۲۴۰۰	۱۲۰۰	۶۰۰۰	۱۷۰
هیدروکربن‌های کلدار شده						
کربن تتراکلرید	۷۶	۱۲	۱۲	۶,۲	۳۱	۱۲۰
۲،۱-دی‌کلرواتان	۸۴	۸,۴	۱۱	۵,۴	۲۷	۱۲۰
۱،۱،۱-تري‌کلرواتان	۷۴	۲,۷	۲,۷	روی جاذب® Tenax TA® توصیه نمی‌شود		
۲،۱،۱-تري‌کلرواتان	۱۱۴	۲,۵	۶۸	۳۴	۱۷۰	۱۲۰

جدول ب - ۱ - ادامه

ترکیب آلی	نقطه جوش $^{\circ}\text{C}$	فشار بخار (۲۵ $^{\circ}\text{C}$) kPa	حجم نسبی I	SSV I	بر گرم SSV I/g	دمای واجدب $^{\circ}\text{C}$
-۲۰،۱۰،۱	۱۳۰	۰،۷۰	۱۶۰	۷۸	۳۹۰	۱۵۰
-۲۰،۲۰،۱۰	۱۴۶	۰،۶۷	۳۴۰	۱۷۰	۸۵۰	۱۵۰
تریکلرواتان						
تریکلرواتان	۱۱۶	۲/۷	۱۱/۲	۵۶	۲۸	۱۲۰
تریکلرواتین	۱۲۱	۱،۸۷	۹۶	۴۸	۲۴۰	۱۵۰
کلروبنزن	۱۳۱	۱/۲	۵۲	۲۶	۱۳۰	۱۴۰
استرها و گلیکول اترها						
اتیل استات	۷۱	۹/۷	۷/۲	۳/۶	۱۸	۱۲۰
پروپیل استات	۱۰۲	۳/۳	۳۶	۱۸	۹۲	۱۴۰
ایزوپروپیل استات	۹۰	۶/۳	۱۲	۶	۳۱	۱۲۰
بوتیل استات	۱۲۶	۱/۹	۱۷۰	۸۵	۴۲۰	۱۵۰
ایزو بوتیل استات	۱۱۵	۲/۷	۲۶۵	۱۳۰	۶۵۰	۱۳۰
ترشیو- بوتیل استات	۹۸	-	روی جاذب Tenax TA [®] توصیه نمی شود			روی جاذب Tenax TA [®] توصیه نمی شود
متیل آکریلات	۸۱	۱۱/۹	۱۳	۶/۵	۳۲	۱۲۰
اتیل آکریلات	۱۰۰	۳/۹	۴۸	۲۴	۱۲۰	۱۲۰
متیل متاکریلات	۱۰۰	۳/۷	۵۵	۲۷	۱۳۰	۱۲۰
متوکسی اتانول	۱۲۵	۰/۸	۶	۳	۱۵	۱۲۰
اتوکسی اتانول	۱۳۶	۰/۵۱	۱۰	۵	۲۵	۱۳۰
بوتوکسی اتانول	۱۷۰	۰/۱	۷۰	۳۵	۱۷۰	۱۴۰
متوکسی پروپانول	۱۱۸	(در دمای ۱/۲ $^{\circ}\text{C}$)	۲۷	۱۳	۶۵	۱۱۵
متوکسی اتیل استات	۱۴۵	۰/۲۷	۱۶	۸	۴۰	۱۲۰
اتوکسی اتیل استات	۱۵۶	۰/۱۶	۳۰	۱۵	۷۵	۱۴۰
بوتوکسی اتیل استات	۱۹۲	۰/۰۴	۳۰۰	۱۵۰	۷۵۰	۱۶۰

جدول ب-۱- ادامه

ترکیب آلی	نقطه جوش $^{\circ}\text{C}$	فشار بخار (25°C) kPa	حجم نسبی I	SSV I	بر گرم SSV I/g	دمای واجذب $^{\circ}\text{C}$
آلدهیدها و کتون ها						
- بوتانون (متیل اتیل کتون)	۸۰	۱۰۳	۶۴	۳۲	۱۶	۱۲۰
متیل ایزوبوتیل کتون	۱۱۸	۰۸	۵۲	۲۶	۱۳۰	۱۴۰
سیکلوهگزانون	۱۵۵	۰۴۵	۳۴۰	۱۷۰	۸۵۰	۱۵۰
-۵،۵،۳ تری متیل سیکلوهگز-انون	۲۱۴	۰۰۵	۱۱۰۰	۵۶۰۰	۲۸۰۰۰	۹۰
فوفورال	۱۶۲	۰۵	۶۰۰	۳۰۰	۱۵۰۰	۲۰۰
الكل ها						
نرمال بوتانول	۱۱۸	۰۶۷	۱۰	۵	۲۵	۱۲۰
ایزو بوتانول	۱۰۸	۱۶	۵۶	۲۸	۱۴	۱۲۰
ترشیو- بوتانول	۸۳	۱۱۷		روی جاذب Tenax TA [®] توصیه نمی شود		
اکتانول	۱۸۰	۰۱	۲۸۰۰	۱۴۰۰	۷۰۰۰	۱۶۰
فنل	۱۸۲	۰۰۳	۴۸۰	۲۴۰	۱۲۰۰	۱۹۰
ترکیبات دیگر						
پیریدین	۱۱۶	۱۶	۸	۴۰	۱۵۰	-
آنیلین	۱۸۴	۰۰۹	۴۴۰	۲۲۰	۱۱۰۰	۱۹۰
نیترو بنزن	۲۱۱	۰۰۲	۲۸۰۰۰	۱۴۰۰۰	۷۰۰۰۰	۲۰۰

پیوست پ

(اطلاعاتی)

بازیابی نگهداری حلال‌های روی لوله‌های جاذب[®] Tenax TA

جدول پ-۱ اطلاعاتی در مورد بازیابی نگهداری حلال‌های روی لوله‌های جاذب[®] Tenax TA (استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱) ارائه می‌دهد.

جدول پ-۱- بازیابی حلال پس از ذخیره‌سازی آن روی لوله‌های جاذب[®] Tenax TA

ترکیب آلی	بارگذاری μg	زمان ذخیره‌سازی ۵ ماه	زمان ذخیره‌سازی ۱۱ ماه	دقت (ضریب تغییر) %	بازیابی میانگین %
هیدروکربن‌ها					
هگزان	۷,۸	۹۳,۶	۱۷,۹	۱۰۰,۸	۲۶,۱
هپتان	۸,۴	۹۹,۵	۲,۱	۱۰۰,۰	۱,۳
اکтан	۸,۶	۱۰۰,۱	۱,۸	۱۰۰,۰	۰,۵
نونان	۱۲,۰	-	-	۱۰۱,۰	۰,۴
دکان	۹,۲	۱۰۰,۴	۱,۵	۱۰۰,۲	۰,۵
آندکان	۹,۱	۱۰۰,۷	۱,۵	۱۰۰,۲	۰,۲
دودکان	۹,۹	۱۰۱,۸	۱,۵	۱۰۱,۵	۰,۴
بنزن	۱۱,۰	۹۸,۷	۲,۰	۹۸,۶	۰,۸
تولوئن	۱۰,۹	(۱۰۰,۰)	۱,۸	(۱۰۰,۰)	۰,۶
پارا-زايلن	۵,۳	۹۹,۹	۱,۷	۹۹,۸	۰,۷
اورتو-زايلن	۱۱,۰	۱۰۰,۰	۱,۷	۹۸,۸	۰,۷
اتيل بنزن	۱۰,۰	۹۹,۶	۰,۴	۹۷,۹	۱,۳
پروپيل بنزن	۱۰,۵	۹۹,۷	۱,۵	۹۸,۵	۰,۷
ايروپروپيل بنزن	۱۰,۹	۹۸,۹	۱,۸	۹۷,۲	۱,۳
متا + پارا-اتيل تولوئن	۱۰,۵	۹۸,۸	۱,۷	۹۶,۹	۱,۲
اورتو-اتيل تولوئن	۵,۴	۱۰۰,۱	۱,۶	۹۸,۹	۰,۷
۴,۲,۱ - تري متيل بنزن	۱۰,۸	۱۰۰,۱	۱,۳	۹۹,۱	۰,۵
۵,۳,۱ - تري متيل بنزن	۱۰,۷	۱۰۰,۰	۱,۵	۹۹,۱	۰,۵
تري متيل بنزن	۱۰,۲	۱۰۱,۶	۰,۵	۱۰۱,۳	۰,۸

جدول پ-۱- ادامه

زمان ذخیره‌سازی ۱۱ ماه		زمان ذخیره‌سازی ۵ ماه		بارگذاری μg	ترکیب آلی
دقت (ضریب تغییر) %	بازیابی میانگین %	دقت (ضریب تغییر) %	بازیابی میانگین ^a %		
استرها و گلیکول اترها					
۲/۵	۱۰۰/۰	۱/۰	۹۷/۶	۱۰/۳	اتیل استات
۰/۸	۹۹/۱	۱/۷	۱۰۰/۵	۱۰/۹	پروپیل استات
۱/۴	۱۰۰/۰	۰/۴	۹۷/۰	۹/۴	ایزوپروپیل استات
۰/۶	۹۹/۹	۱/۶	۱۰۰/۳	۱۰/۸	بوتیل استات
۰/۷	۹۹/۸	۱/۴	۱۰۰/۲	۱۰/۷	ایزو بوتیل استات
۱/۶	۹۳/۱	۵/۷	۸۷/۳	۸/۹	متوكسی اتانول
۳/۳	۹۷/۲	۲/۵	۹۷/۶	۱۰/۴	اتوكسی اتانول
۳/۰	۱۰۰/۱	۴/۱	۱۰۰/۶	۱۰/۰	بوتوكسی اتانول
۱/۲	۹۹/۰	۳/۶	۹۵/۳	۱۰/۴	متوكسی پروپانول
۱/۴	۹۸/۹	۱/۴	۱۰۰/۶	۱۲/۵	متوكسی اتیل استات
۲/۶	۹۸/۷	۲/۲	۹۹/۸	۱۱/۴	اتوكسی اتیل استات
۱/۱	۹۹/۹	۱/۳	۱۰۱/۳	۱۱/۵	بوتوكسی اتیل استات
آلدهیدها و کتون‌ها					
۰/۶	۹۹/۱	۰/۸	۹۷/۴	۹/۲	-۲- بوتانون (متیل اتیل کتون)
۰/۵	۱۰۰/۷	۰/۶	۱۰۰/۷	۹/۳	متیل ایزو بوتیل کتون
۰/۶	۱۰۰/۷	۱/۲	۱۰۲/۴	۱۰/۹	سیکلوهگزانون
۱/۳	۱۰۱/۱	۰/۵	۱۰۱/۱	۱۰/۷	-۲- متیل سیکلوهگزانون
۰/۷	۱۰۳/۰	۱/۰	۱۰۳/۶	۱۰/۵	-۳- متیل سیکلوهگزانون
۰/۶	۱۰۲/۷	۱/۴	۱۰۳/۶	۱۰/۶	-۴- متیل سیکلوهگزانون
۱/۲	۹۷/۷	۰/۹	۱۰۱/۴	۱۰/۶	-۵-۵،۵،۳- تری متیل سیکلوهگزانون
الكلها					
۱/۲	۹۶/۹	۳/۰	۹۴/۸	۹/۰	بوتانول
۱/۰	۹۶/۴	۳/۵	۹۳/۶	۸/۹	ایزو بوتانول
^a نرمال شده با تولوئن = ۱۰۰					

پیوست ت
(اطلاعاتی)

تعیین ترکیبات آلی خیلی فرار و نیمه فرار مرتبط با ترکیبات آلی فرار

ت-۱ مقدمه

این پیوست، روش‌هایی برای نمونه‌برداری و اندازه‌گیری انتشار SVOC و VVOC مرتبط با انتشار VOC از مواد ساختمانی در محفظه‌ها و سلول‌های آزمون، را شرح می‌دهد. ترکیبات VVOC و SVOC، مطابق قرارداد، به صورت ترکیبات شویش شده، به ترتیب، قبل از نرمال‌هگزان و بعد از نرمال‌هگزادکان در یک ستون غیر قطبی (پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان) در نظر گرفته می‌شوند.

این پیوست، استفاده از رهنمود ارائه شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱ در مورد انتخاب و استفاده از جاذب‌های مناسب و شرایط تجزیه‌ای برای محدوده گستردگی از ترکیبات آلی در فاز بخار را فراهم می‌سازد.

ت-۲ اصول آزمون

یک حجم اندازه‌گیری شده از هوا از محفظه یا سل آزمون انتشار، با یک نرخ جریان کنترل شده، از طریق لوله دارای ترکیبی از مواد جاذب آرایش یافته، به منظور افزایش قدرت جاذب پمپ می‌شود. مواد شیمیایی آلی فاز بخار، به صورت انتخابی روی جاذب‌ها هنگام عبور هوا در میان آن، به دام می‌افتد. در طی آنالیز متعاقب، ترکیبات نگهداشته شده، با استفاده از گرمایش و جریان معکوس گاز حامل، از لوله(ها) واجذب می‌شوند. این آنالیت‌های واجذب شده، از طریق یک تله متتمرکز در دستگاه GC مجهز به ستون (یا ستون‌های) مؤینه و آشکارساز MS، با FID اضافی اختیاری، جایی که شناسایی و اندازه‌گیری می‌شوند، به دام می‌افتد. جزئیات روش نمونه‌برداری و آنالیز VVOC و SVOC مرتبط با VOC به جز آن چه در زیر بیان می‌شود، به صورت مشخص شده در متن اصلی این استاندارد است.

ت-۳ مواد و / یا واکنشگرها

ت-۳-۱ مثال‌هایی از جاذب‌ها

ت-۳-۱-۱ پشم کوارتز یا دانه‌های شیشه/کوارتز^۱، تمیز بوده (یعنی دانه‌ها محصولات قابل توجه از نظر تجزیه‌ای ایجاد نمی‌کنند) و مستعد تشکیل ذره نیست.

ت-۳-۱-۲ Tenax TA[®]، با اندازه ذرات حدود ۰,۵ mm تا ۰,۲ mm (مش ۳۵ تا مش ۸۰).^۲ Tenax TA[®] یک پلیمر متخلخل، بر پایه ۶-۶ دی‌فنیلن‌اکسید می‌باشد.

ت-۳-۱-۳ جاذب‌های "کربن سیاه"، مانند Carbograph 5 TD[®] یا Carbopack X[®]، با اندازه ذرات ۰,۲۵ mm تا ۰,۵ mm (مش ۴۰ تا مش ۶۰). جاذب‌های کربن آبگریز برای VVOC‌های دارای فشار بخار زیر فشارهای معمولی برای هیدرکربن‌های C₄، مناسب هستند.

ت-۳-۴ جاذب‌های غربال مولکولی کربن (بسیار قوی)، از این جاذب‌ها همچنین می‌توان در انتهای لوله (که برای نمونه‌برداری استفاده نمی‌شود)^۲ برای به دام انداختن VOC‌ها با فشارهای بخار بالاتر از فشار بخار معمولی برای هیدروکربن‌های C₄ استفاده کرد. با این وجود، توجه کنید که این جاذب‌ها کاملاً آبگیریز نیستند. بنابراین، اگر چنین جاذب‌هایی مورد استفاده قرار گیرد، باید لوله‌ها قبل از آنالیز در جهت نمونه‌برداری با عبور هوا خشک شوند.

ت-۳-۵ آماده‌سازی لوله‌های استاندارد

لوله‌های استاندارد با وارد کردن استانداردها با فاز گاز یا مایع در انتهای نمونه‌برداری لوله‌های جاذب ثبیت شرایط شده در جریان ۱۰۰ ml/min تا ۵۰ ml/min ۱۰۰ گاز حامل به صورت شرح داده شده در بند ۴-۵، آماده‌سازی می‌شوند.

استانداردهای مایع، بهتر است در حلالی که توسط قوی‌ترین جاذب موجود در لوله (متانول، نمونه‌ای رایج است) بازداری نمی‌شوند یا در حلالی که به آسانی از ترکیبات کلیدی موردنظر، جدا می‌شود (از لحاظ کروماتوگرافی)، آماده‌سازی شوند. اگر در طول افزودن استاندارد مایع، مقدار زیادی از حلال به وسیله لوله جاذب بازداری شود، حجم تزریق، برای مثال تا ۱ ml یا کمتر، کاهش می‌یابد.

اگر محدوده ترکیبات موردنظر، به استانداردهای فاز گاز و استانداردهای فاز مایع نیاز داشته باشد، بهتر است استاندارد مایع ابتدا وارد شود و در صورت نیاز، حلال پاکسازی شود. سپس، استاندارد فاز گازی باید وارد شود. اطمینان حاصل کنید که در طول افزایش استاندارد، حجم‌های شکست بیشتر نمی‌شود.

ت-۴ وسایل

ت-۴-۱ لوله‌های فولادی زنگ‌زن، شیشه‌ای یا فولادی دارای پوشش بی‌اثر، پر شده با یک یا چند جاذب. لوله‌ها با ابعاد مشخص شده در بند ۱-۶، ممکن است با سه جاذب، پر شوند تا محدوده فراریت آنالیت هدف را گسترش می‌دهد. چندین جاذب باید به منظور افزایش قدرت جاذب از انتهای نمونه‌برداری لوله، در بسترها (نوارها) مرتب شوند (شکل ت-۱ را بینید).

جرم ۲۰۰ mg از Tenax TA[®] برای نمونه‌برداری و آنالیز VOC استفاده می‌شود و این مقدار همچنین با اندازه‌گیری کمی کسر فاز-بخار چند ترکیب با نقطه جوش بیشتر، برای مثال تا نقطه جوش n-C₂₂، سازگار است.

یادآوری ۱- چگالی Tenax TA[®]، متغیر است. با این وجود، ۲۰۰ mg از Tenax TA[®]، معمولاً عمق حدود ۴۰ mm در یک لوله فلزی دارای حفره ۵ mm و عمق حدود ۶۰ mm در یک لوله شیشه‌ای دارای حفره ۴ mm را پر می‌کند.

بازیابی مواد نیمه فرار (به ویژه موادی با نقطه جوش بالاتر از n-C₂₂) با جاسازی یک بستر کوتاه ۵ mm تا

۱ - CarboPack X و CarboPack 5 TD نام‌های تجاری Supelco هستند. این اطلاعات برای سهولت استفاده کاربران از این استاندارد می‌باشد و محصول نام بده، مورد تأیید ISO نیست. اگر بتوان نشان داد که محصولات دیگر همین نتایج را ارائه می‌دهند، می‌توان از آن‌ها استفاده کرد.

۱۰) پشم کوارتز قرار داده شده به صورت آزاد در جلوی ۲۰۰ mg Tenax TA[®]، آسان می‌شود. نمونه‌برداری کمی و آنالیز VVOC می‌تواند با افزودن ۲۰ mm بستر یک جاذب قوی‌تر مناسب، پس از Tenax TA[®] به دست آید.

یادآوری ۲- انتخاب Carbograph 5 TD[®] یا Carbopack X[®] به عنوان جاذب قوی‌تر، بازداری و آنالیز کمی ترکیبات دارای فراریت به اندازه ۱، ۳- بوتا دی‌ان را آسان می‌کند اما آب موجود در هوای محفظه یا سل را نگه نمی‌دارد.

یادآوری ۳- به طور جایگزین، جاذب‌های حتی قوی‌تر، در دسترس هستند (برای مثال، الکهای مولکولی کربن) که به ترکیبات فوق- فرار^۱ مانند هیدروکربن‌های C₃ و وینیل کلرید اجازه می‌دهند تا به دام بیفتدند. با این وجود، لوله‌های پر شده با چنین جاذب‌های بسیار قوی، مستعد حفظ آب هستند (استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱ را ببینید) و قبل از آنالیز ^{thermo(TD)-GC/MS(FID)} عموماً به مرحله پاکسازی خشک دیگری نیاز دارند.

یادآوری ۴- لوله‌های (فلز) از جنس فولاد زنگنزن یا فولاد زنگنزن پوشش‌دار با حفره mm ۵، دارای ظرفیت برای ۲۰۰ mg و ۲۰ mm جاذب قوی‌تر هستند. Tenax TA[®]

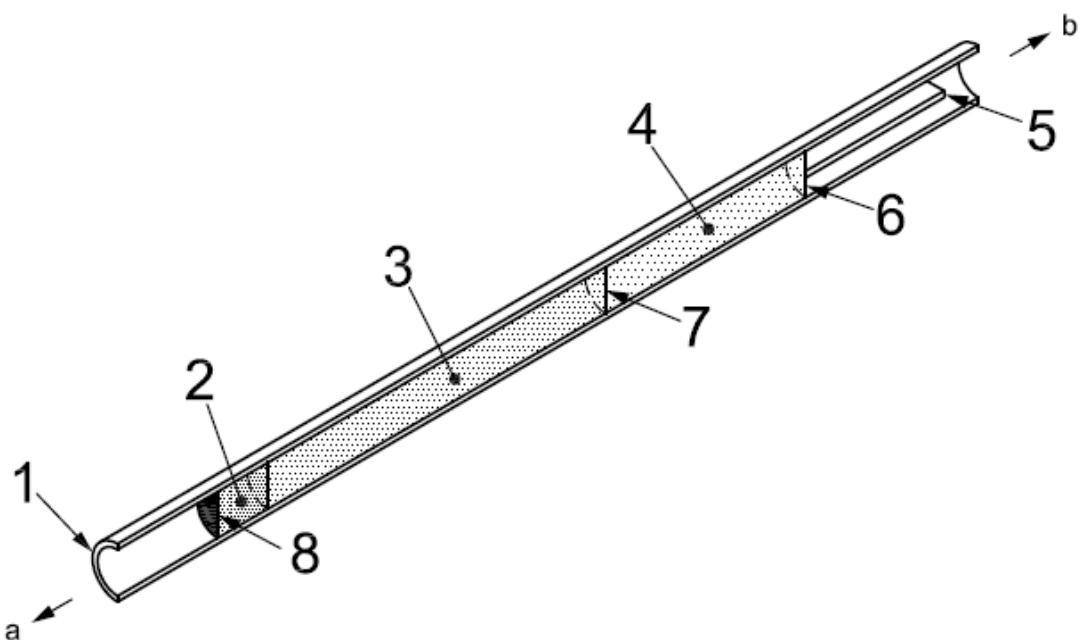
یادآوری ۵- پر کردن یک لوله فلزی با تمام سه جاذب بدون تحت تأثیر قرار دادن قابل توجه جرم Tenax TA[®]، ممکن می‌باشد. یک ترکیب نمونه، این چنین است: پشم کوارتز (۵ mm)، Tenax TA[®]، حدود ۳۵ mm (۱۷۵ mg) و ۲۰ mm (۶۰ mm) Carbopack X[®] Carbograph 5 TD[®]. تمام جاذب‌ها باید در قسمت مرکزی لوله (عموماً ۱-۱ نگه داشته شوند، یعنی قسمتی که در تماس مستقیم با گرمخانه واجذبی لوله دستگاه است (شکل ت-۱ را ببینید).

یادآوری ۶- توصیه می‌شود تمام لوله‌های جاذب با جریان گاز حامل در جهت معکوس با جریان هوا در طول نمونه‌برداری، واجذب شوند (شکل ت-۱ را ببینید).

یادآوری ۷- تعیین حجم شکست در پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱، مشخص شده است. حجم‌های شکست یا حجم‌های بازداری، به عنوان اندازه قدرت جاذب (تمایل) برای بخارهای آلی، استفاده می‌شوند. آن‌ها به دما وابسته هستند و متناسب با ابعاد لوله نمونه‌برداری و مقدار جاذب می‌باشند. عموماً SSV در ۲/۳ حجم شکست، تنظیم می‌شود. به عنوان یک اندازه تقریبی، دو برابر کردن طول بستر، در حالی که قطر لوله ثابت نگه داشته می‌شود، حجم شکست را دو برابر می‌کند. به طور مشابه، هنگام اندازه‌گیری تقریبی، افزایش ۱۰°C در دمای لوله، در طول نمونه‌برداری، حجم شکست را نصف می‌کند. توجه کنید که بیشترین حجم شکست و داده‌های حجم نمونه‌برداری این در ۲۰°C (برای مثال در پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱) گزارش می‌شوند.

یادآوری ۸- نرخ‌های بهینه جریان پمپ برای لوله‌های چندجاذب با ابعاد بیان شده، در محدوده ۲۰ ml/min تا ۱۰۰ ml/min می‌باشند.

یادآوری ۹- لوله‌های شیشه‌ای یا فولادی زنگنزن دارای پوشش بی‌اثر، برای پایش ترکیبات بودار واکنش‌پذیر، ترجیح داده می‌شوند.



راهنمای:

- | | |
|---|---|
| ۱ | لوله فولادی زنگنزن یا فولادی پوشش دار |
| ۲ | پشم کوارتز ۵ mm |
| ۳ | ۳۵ mm جاذب، حدود Tenax TA® mg ۱۷۵ |
| ۴ | Carbopack X ۲۰ mm جاذب قوی تر، به عنوان مثال Carbograph 5TD |
| ۵ | فner نگهدارنده تور |
| ۶ | تور نگهدارنده جاذب |
| ۷ | تور نگهدارنده جاذب یا پشم کوارتز ۰,۵ mm |
| ۸ | تور نگهدارنده جاذب |
| a | جريان گاز واجذبی |
| b | جريان هوا نمونه برداری |

شکل ت-۱- مثالی از یک لوله فلزی پر شده با چند جاذب جهت گسترش محدوده فراریت هدف

یک روش جایگزین، استفاده از لوله‌های حاوی جاذب‌های منفرد با طول بیشتر به صورت سری با لوله حاوی ضعیفترین جاذب در ابتدای خط می‌باشد. گرچه، این، با توجه به منابع موردنیاز برای نمونه‌برداری و آنالیز روشی ناکارآمد است.

لوله‌های جاذب از پیش پر شده و از پیش ثابت شرایط شده، از نظر تجاری در دسترس هستند. به طور جایگزین، لوله‌های جاذب را می‌توان در آزمایشگاه مطابق بند ۱-۶، پر کرد.

ت-۴- ۲ ستون GC موئینه، مطابق مشخصات ارائه شده در بند ۶-۸ باشد. در صورتی که VVOC‌ها مدنظر باشند، فیلم ضخیم‌تر و/یا ستون‌های موئینه بلندتر، ممکن است نیاز باشد.

ت-۴- ۳ دستگاه واجذب گرمایی، آنالیز همزمان ترکیبات شامل محدوده وسیعی از ترکیبات فرار، VOC‌ها، SVOC‌ها و VOC‌ها، با استفاده از یک جاذب، آسان می‌شود. این وسایل به صورت

سری به ترتیب افزایش قدرت، هم در لوله نمونه و هم در تله تغليظ و با استفاده از واجذبی شویش برگشتی، به کار می‌رود. شویش برگشتی، بدین معناست که جریان گاز مورد استفاده برای واجذبی نمونه از لوله جاذب یا تله تغليظ باید در جهت معکوس با جریان مورد استفاده در طی نمونه‌برداری یا بهدام اندازی^۱ باشد. در این روش، ترکیبات دارای نقطه جوش بالاتر، به دام می‌افتد و از جاذب‌های جلو (ضعیفتر) آزاد (واجب) می‌شوند و هرگز در تماس با جاذب‌های عقب (قوی‌تر) قرار نمی‌گیرند.

ت-۵ نمونه‌برداری هوای محفظه آزمون یا هوای سل آزمون

ت-۵-۱ کلیات

طمئن شوید که دمای لوله نمونه، تقریباً برابر دمای هوای محفظه است تا از خطر تغليظ آب درون لوله نمونه، هنگام نمونه‌برداری از انتشار نمونه‌های مرطوب، جلوگیری شود.

ت-۵-۲ ذخیره‌سازی لوله‌های نمونه‌برداری شده

بلافاصله پس از نمونه‌برداری، درپوش لوله‌ها، باید گذاشته شود و درون ظرف نفوذناپذیر نسبت به هوا قرار داده شوند و در منطقه‌ای تمیز نگه‌داری شوند. لوله‌های پر شده با یک جاذب منفرد را می‌توان در دمای اتاق نگه‌داری کرد. لازم است لوله‌های حاوی چند جاذب نمونه‌برداری شده، تحت شرایط سرد نگه داشته شده، تا خطر مهاجرت آنالیت در لوله، حداقل شود. لوله‌ها را تا حد امکان، زود و در چهار هفته، آنالیز کنید.

وقتی نمونه به حداقل دمای ذخیره‌سازی خود رسیده است، درپوش‌های ذخیره‌سازی طولانی مدت روی لوله‌ای نمونه خنک شده، بهتر است مجدداً محکم شوند.

قبل از باز شدن لوله‌های نمونه سرد شده برای آنالیز، بهتر است اجازه دهید این لوله‌ها با دمای اتاق به تعادل برسند.

یادآوری - اطلاعات در مورد بازیابی VOC‌ها از لوله‌های جاذب، پس از ذخیره‌سازی، در این استاندارد و استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱ ارائه می‌شود.

ت-۶ آنالیز

ت-۶-۱ شرایط آنالیز

هنگام آنالیز ترکیبات شامل محدوده وسیعی از فراریت، بسیار مهم است، که از بیشتر بودن کارایی واجذبی از حداقل الزامات (یعنی بیش از ۹۵٪) برای هر ترکیب، اطمینان حاصل کنید. شرایط آزمون نوعی، مطابق جدول ت-۱ می‌باشد.

جدول ت-۱- شرایط آزمون نوعی

۳۲۰ °C تا ۲۰۰ °C	دماهی واجدبی
۵ دقیقه تا ۱۵ دقیقه	زمان واجدبی
۵۰ ml/min تا ۲۰ ml/min	نرخ جریان گاز واجدبی
۳۳۰ °C تا ۲۵۰ °C	دماهی بالای تله سرد
-۳۰ °C تا -۱۵۰ °C (سیستم‌های cryofocusing TD) (جاذب در تله)	دماهی پایین تله سرد
کوارتز/Tenax TA®/کربن سیاه (یا الک مولکولی کربن)	جاذب تله سرد
۱۵۰ °C تا ۲۲۰ °C	دماهی خط انتقال
۳۵ °C تا ۴۰ °C به مدت ۵ دقیقه، افزایش دما با نرخ ۵ °C/min تا ۱۰ °C/min به ۳۰۰ °C، ۳۰۰ °C به ۳۰۰ °C مدت ۵ دقیقه	برنامه گرمخانه GC

نسبت‌های تقسیم بین لوله نمونه و تله ثانویه و بین تله ثانویه و ستون تجزیه‌ای (در صورت کاربرد) باید با توجه به غلظت بخار مورد انتظار، انتخاب شود (به اطلاعات سازنده دستگاه واجدبی گرمایی مراجعه شود).

یادآوری- ممکن است تنظیم دماهای واجدبی کمتر و دماهای مسیر جریان کمتر (برای مثال ۸۰°C تا ۱۲۰°C) به منظور اطمینان از بازیابی کمی و آنالیز گونه‌های بودار واکنش‌پذیر، مانند مرکاپتان‌ها و آمین‌ها، ضروری باشد.

در مورد لوله نمونه، استفاده از مجموعه جاذب‌های افزایش‌دهنده قدرت در تله تغليظ، محدوده فراریت آنالیتها را گسترش می‌دهد که می‌توان آن را در یک عملیات اندازه‌گیری کرد. واجدبی تله شویش برگشتی، موردنیاز می‌باشد.

به منظور به حداقل رساندن مصنوعات، دماهای تمیزکاری و تثبیت شرایط لوله باید به صورت معمول، در ۱۰ °C تا ۲۰ °C بالاتر از دماهی واجدبی تجزیه‌ای، تنظیم شود، ولی از حداقل دماهی جاذب پایدار از نظر گرمایی در لوله، بیشتر نشود.

ت-۶- بررسی کارایی واجدبی

کارایی واجدبی می‌تواند یا با استفاده از روش مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱ یا با انجام توالی تکرار آنالیزهای TD-GC/MS/FID از استاندارد واحد، تعیین شود. برای روش دوم، سیال خروجی تقسیمی^۱ از واجدب کننده (یعنی سیال خروجی تقسیمی در طی واجدبی (لوله) اولیه و/یا واجدبی (تله) ثانویه) از نظر کمی، در یک لوله جاذب تثبیت شده که برای آن مجموعه بخار مورد استفاده، یکسان است، دوباره جمع‌آوری می‌شود. وقتی نمونه دوباره جمع‌آوری شده آنالیز می‌شود، هر سیال خروجی

تقسیمی، مجدداً جمع‌آوری می‌شود. این کار به توالی آنالیزهای تکرار شده، اجازه می‌دهد که در یک استاندارد واحد، انجام شود. اگر هر ترکیب، وقتی توالی انجام می‌شود، کمتر از بازیابی مورد انتظار (نسبت به نسبت تقسیم و/یا نسبت به بازیابی ترکیبات دیگر در استاندارد) را نشان دهد، کارایی واجذبی ضعیف برای آن ترکیب‌ها را نشان می‌دهد.

ت-۷ تعیین غلظت‌های بخارهای منتشر شده در هوای محفظه یا سلVOC‌ها و SVOC‌ها ممکن است در آنالیز یکسان با VOC‌ها تعیین کمیت شوند، که مراحل مناسب ارائه شده در طی نمونه‌برداری و آنالیز، به صورت بیان شده در این پیوست آورده می‌شود. نکات کلیدی شامل موارد زیر است:

- الف) استفاده از جاذب مناسب یا مجموعه جاذب‌ها در لوله نمونه‌برداری (بند ت-۴-۱ را ببینید);
- ب) استفاده از جاذب مناسب یا مجموعه جاذب‌ها در تله تغليظ (بند ت-۶-۱ را ببینید);
- پ) انتخاب ستون GC و شرایط تجزیه‌ای GC سازگار با محدوده فاریت آنالیت گسترش یافته (بندھای ت-۲-۴ و ت-۶-۱ را ببینید).

نمونه‌برداری و عملکرد تجزیه‌ای برای ترکیبات خارج از محدوده TVOC را می‌توان با استفاده از بررسی‌های شرح داده شده برای VOC‌ها، تصدیق کرد، بند ۱۴ را ببینید.

یادآوری ۱- استفاده از سه جاذب، پشم کوارتر، Tenax TA[®] و کربن سیاه قوی (به صورت شرح داده شده در بند ت-۴-۱ و شکل ت-۱) در هر دو لوله نمونه و تله تغليظ، همراه با واجذبی شویش برگشتی، اجازه آنالیز کمی همزمان ترکیب‌ها، در محدوده فاریت از n-C₄ تا n-C₂₆ و بالاتر را می‌دهد. این جاذب‌ها، آبگریز هستند و بنابراین، هنگام آزمون انتشار از محصولات یا مواد مرطوب، خطر تداخل آب را افزایش نمی‌دهند، ارائه اقدامات احتیاطی معمول در مقابل تغليظ، در بند ت-۴ بیان شده است.

یادآوری ۲- راهنمایی‌های بیشتر در مورد انتخاب جاذب برای نمونه‌برداری در بیش از محدوده گستردگی فاریت، در استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۱ ارائه شده است.

پیوست ث
(اطلاعاتی)
کتاب نامه

- [۱] استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۰۵۱، تجزیه گاز- الزامات گواهینامه گازهای کالیبراسیون و مخلوطهای گازی
- [۲] استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۶۳۲ (تمام قسمت‌ها)، تجزیه گازی، آماده‌سازی مخلوطهای گاز کالیبراسیون با استفاده از روش‌های حجم‌سنجدی دینامیک
- [۳] ISO 12219-1, *Indoor air of road vehicles — Part 1: Whole vehicle test chamber — Specification and method for the determination of volatile organic compounds in cabin interiors*
- [۴] ISO 12219-2, *Indoor air of road vehicles — Part 2: Screening method for the determination of the emissions of volatile organic compounds from vehicle interior parts and materials — Bag method*
- [۵] ISO 12219-3, *Indoor air of road vehicles — Part 3: Screening method for the determination of the emissions of volatile organic compounds from vehicle interior parts and materials — Micro-chamber method*
- [۶] ISO 12219-4, *Indoor air of road vehicles — Part 4: Determination of the emissions of volatile organic compounds from car trim components — Small chamber method*
- [۷] ISO 12219-55), *Indoor air of road vehicles — Part 5: Screening method for the determination of emissions of volatile organic compounds (VOC) from car trim components — Static chamber method*
- [۸] استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰۴-۲، هوای داخل، پیرامون و محل کار- نمونه‌برداری و تجزیه ترکیبات آلی فرار به‌وسیله لوله‌های جاذب/ واجذبی حرارتی/ کروماتوگرافی گازی مؤئنه- قسمت دوم: نمونه‌برداری انتشاری
- [۹] ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*
- [۱۰] ASTM D3686, *Standard Practice for Sampling Atmospheres to Collect Organic Compound Vapors (Activated Charcoal Tube Adsorption Method)*
- [۱۱] EN 1232, *Workplace atmospheres — Pumps for personal sampling of chemical agents — Requirements and test methods*
- [۱۲] MDHS 72, *Methods for the determination of hazardous substances — Volatile organic compounds in air — Laboratory method using pumped solid sorbent tubes, thermal desorption and gas chromatography*. London: Health and Safety Executive, 1993. Available (viewed 2011-11-16) at: <http://www.hse.gov.uk/pubns/mdhs/pdfs/mdhs72.pdf>
- [۱۳] TIRKKONEN, T., MROUEH, U-M., ORKO, I. *Tenax as a collection medium for volatile organic compounds*. Helsinki: NKB, 1995, 53 p. (NKB Committee and Work Reports 1995:06 E.)
- [۱۴] WORLD HEALTH ORGANIZATION. *Indoor air quality: Organic pollutants*. Copenhagen: WHO Regional Office for Europe, 1989. 70 p. (EURO Reports and Studies No. 111.) Available (viewed 2011-11-16) at: http://whqlibdoc.who.int/euro/r&s/EURO_R&S_111.pdf

- [15] LEWIS, R.G., GORDON, S.M. Sampling of organic chemicals in air. In: KEITH, L. H., editor. *Principles of environmental sampling*, 2nd edition, pp. 401-470. Washington DC: American Chemical Society, 1996
- [16] HAFKENSCHEID, T., WILKINSON, G. Assessment of the uncertainty of measurement results of hexachlorobutadiene in indoor air. In: *Indoor Air 2002 — 9th International Conference on Indoor Air Quality and Climate*, 2002-06-30/07-05, Monterey, CA, pp. 926-931. Available (viewed 2011-11-16) at: <http://www.irbnet.de/daten/iconda/CIB6462.pdf>
- [17] DE BORTOLI, M., KNÖPPEL, H., PECCHIO, E., SCHAUENBURG, H., VISSERS, H. Comparison of Tenax and Carbotrap for VOC sampling in indoor air. *Indoor Air* 1992, 2, pp. 216-224
- [18] ECA Report No 13, *Determination of VOCs emitted from indoor materials and products. Interlaboratory comparison of small chamber measurements*. Luxemburg: Commission of the European Communities, 1993, 90 p. Available (viewed 2011-11-16) at: http://www.inive.org/medias/ECA/ECA_Report13.pdf
- [19] ECA Report No 16, *Determination of VOCs emitted from indoor materials and products: Second interlaboratory comparison of small chamber measurements*. Luxemburg: Commission of the European Communities, 1995, 76 p. Available (viewed 2011-11-16) at: http://www.inive.org/medias/ECA/ECA_Report16.pdf
- [20] ECA Report No 18, *Evaluation of VOC emissions from building materials: Solid flooring materials*. Luxemburg: Commission of the European Communities, 1997, 108 p. Available (viewed 2011-11-16) at: http://www.inive.org/medias/ECA/ECA_Report18.pdf
- [21] ECA Report No 19, *Total volatile organic compounds (TVOC) in indoor air quality investigations*. Luxemburg: Commission of the European Communities, 1997. 56 p. Available (viewed 2011-11-16) at: http://www.inive.org/medias/ECA/ECA_Report19.pdf
- [22] VERSCHUEREN, K. *Handbook of environmental data on organic chemicals*, 5th edition, 4 vols. Hoboken, NJ: Wiley, 2009. 4 358 p.
- [23] JOHNSON, P.C., KEMBLOWSKI, M.W., COLTHART, J.D. Practical screening models for soil venting applications. In: Proc. NWWA/API, *Conference on petroleum hydrocarbons and organic chemicals in groundwater*, Houston, TX, 1988-11-09/11, Vol. 2, pp. 521-546. Westerville, OH: National Ground Water Association, 1989. Available (viewed 2011-11-16) at: <http://info.ngwa.org/GWOL/pdf/890152158.pdf>
- [24] INTERNATIONAL LABOUR ORGANIZATION. *International Chemical Safety Cards*. Available (viewed 2011-11-16) at: <http://www.ilo.org/legacy/english/protection/safework/cis/products/icsc/dtasht/index.htm>