



استاندارد ملی ایران

۱۷۴۹۳

چاپ اول

۱۳۹۲



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

INSO
17493
1st.Edition
2014

اندازه‌گیری مواد شیمیایی آلی فرار در هوا
(روش نمونه‌برداری کانیستر) - روش آزمون

**Determination of Volatile Organic
Chemicals in Atmospheres (Canister
Sampling Methodology)- Test Method**

ICS: 13.040.01

بنام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران، به موجب قانون تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود. سعی می‌شود استانداردهای ملی در جهت مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی مرتبط باشد. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقمند 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 می‌شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط کمیسیون کدکس غذایی (CODEX)^۴ 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 درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و واسنج‌های (کالیبره‌کنندگان) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد، این گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا نموده و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گران‌بها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

-
- 1- International Organization for Standardization
 - 2- International Electrotechnical Commission
 - 3- International Organization for Legal Metrology
 - 4- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

" اندازه‌گیری مواد شیمیایی آلی فرار در هوا (روش نمونه‌برداری کانیستر) - روش آزمون "

رئیس:

عبداله میرزایی، رسول
(دکتری شیمی فیزیک)

سمت و/یا نمایندگی

عضو هیئت‌علمی دانشگاه شهید رجایی

دبیر:

تیزپر، عدالت
(کارشناس ارشد شیمی کاربردی)

رئیس گروه مطالعات سازمان انرژی‌های نو ایران

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اعظمیان، مریم
(کارشناس ارشد شیمی)

پژوهشگر دانشکده شیمی دانشگاه شهید رجایی

بشارتی، جعفر

(کارشناس ارشد صنایع - ایمنی صنعتی)

کارشناس ایمنی صنعتی سازمان توان

پورعابدین، گلناز

(دکتری مکانیک)

کارشناس فنی سازمان محیط زیست

حسین زاده، علی

(کارشناس ارشد شیمی)

کارشناس فنی سازمان انرژی‌های نو ایران

دشتی، بهروز

(کارشناس ارشد مهندسی محیط زیست)

رئیس گروه مطالعات زیست توده سازمان انرژی‌های نو ایران

شعبانی کیا، اکبر

(کارشناس ارشد شیمی)

پژوهشگر دانشگاه صنعتی امیرکبیر

طلعتی، بابک

(کارشناس مکانیک)

کارشناس فنی شرکت کنترل کیفیت هوا

کارشناس آزمایشگاه مرکز تحقیقات لاستیک ایران

فتوحی، فرسا
(کارشناس شیمی)

کارشناس پژوهشگاه استاندارد

فرجی، رحیم
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشگر دانشکده شیمی دانشگاه شهید رجایی

فرشادی، نسرين
(کارشناس ارشد شیمی)

کارشناس ایمنی صنعتی سازمان توان

فیروز بخش، مهراڻ
(کارشناس ارشد ایمنی و بهداشت)

رئیس آزمایشگاه سازمان توان

قاسمی، زهرا
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

مدیرعامل شرکت بین‌المللی پترو پلاستیک سهند

مجرد، علیرضا
(دکتری شیمی)

پژوهشگر دانشکده شیمی دانشگاه شهید رجایی

محمدخانی، نرگس
(کارشناس ارشد شیمی)

پژوهشگر دانشکده شیمی دانشگاه شهید رجایی

معینی، بهنام
(کارشناس ارشد شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۲-۳ تعاریف اصطلاحات ویژه‌ی این استاندارد
۸	۴ خلاصه روش آزمون
۱۴	۵ اهمیت و کاربرد
۱۶	۶ تداخل‌ها و محدودیت‌ها
۱۷	۷- دستگاه
۲۰	۳-۷ تجهیزات آنالیز نمونه
۲۴	۴-۷ سامانه پاک‌سازی کانیستر (به شکل ۳ مراجعه شود).
۲۵	۵-۷ سامانه کالیبراسیون و لوله‌ی چند شاخه‌ای (به شکل ۴ مراجعه شود).
۲۶	۸ واکنشگرها و مواد
۲۸	۹ سامانه نمونه‌برداری
۲۸	۹-۱ شرح سامانه
۳۰	۹-۲ فرایند نمونه‌برداری
۳۲	۱۰ سامانه تجزیه‌ای
۳۳	۱۰-۱ شرح سامانه
۳۵	۱۰-۲ معیارهای عملکرد سامانه GC/MS-SCAN-SIM
۳۷	۱۰-۳ فرایند تجزیه‌ای
۴۲	۱۱ تمیز کردن و برنامه صحنه‌گذاری
۴۲	۱۱-۱ تمیز کردن کانیستر و صحنه‌گذاری
۴۴	۱۱-۲ صحنه‌گذاری و پاک‌سازی سازی سامانه نمونه‌برداری
۴۶	۱۲ معیار عملکرد و تضمین کیفیت

۴۶	۲-۱۲ روش خطی بودن و دقت نسبی
۴۷	۳-۱۲ اصلاح روش
۴۸	۴-۱۲ تضمین کیفیت (به شکل ۷ مراجعه شود)
۴۹	۱۳ دقت و انحراف
۵۷	پیوست (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری مواد شیمیایی آلی فرار در هوا (روش نمونه‌برداری کانیستر)^۱ - روش آزمون" که پیش-نویس آن توسط کمیسیون‌های مربوط در سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در بیستمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۲/۱۲/۶ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهند 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:

ASTM D5466: 2007, Standard test method for determination of volatile organic chemicals in atmospheres (Canister sampling methodology)

1- Canister

اندازه‌گیری مواد شیمیایی آلی فرار در هوا (روش نمونه‌برداری کانیستر) - روش آزمون

هشدار - این استاندارد تمامی موارد مرتبط به ایمنی را پوشش نمی‌دهد. لیکن برای مواردی که جزء دامنه این استاندارد باشند، نحوه به‌کارگیری ایمنی مربوطه نیز تصریح شده است. بر عهده کاربر این استاندارد است که با انجام مشورت‌های لازم، روش‌های اجرایی ایمن و سلامت مناسب را پایه‌گذاری کرده و قابل‌اجرا بودن محدودیت‌های مطرح شده در دستورالعمل را قبل از به‌کارگیری روش اجرایی مشخص نماید.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، شرح روش آزمون برای نمونه‌برداری و آنالیز ترکیبات آلی فرار^۱ موجود در هوای محیط^۲، فضای سرپوشیده^۳ و هوای محیط کار می‌باشد. روش آزمون مندرج در این استاندارد بر اساس جمع‌آوری نمونه‌های هوا در ظروف فلزی کانیستر^۴ از جنس فولاد و با سطح داخلی مقاوم و غیرفعال^۵ به واکنش می‌باشد. برای آنالیز نمونه، بخشی از نمونه از کانیستر جدا شده و مواد آلی فرار به طور انتخابی و به وسیله فرایند جذب یا میعان^۶ روی یک تله گاز^۷، تغلیظ شده و با عمل واجذب^۸ حرارتی آزاد می‌گردد. پس از این مرحله، مواد آزاد شده به وسیله دستگاه کروماتوگرافی گازی^۹ جداسازی شده و با روش آشکارساز طیف‌سنج جرمی یا آشکارسازهای دیگر اندازه‌گیری می‌شود. این روش آزمون، روش اجرایی نمونه‌برداری توسط کانیستر را در فشار بالاتر و پایین تر از فشار اتمسفر (به ترتیب به عنوان، نمونه‌برداری در فشارهای پایین تر از جو و بالاتر از آن اطلاق می‌گردد) شرح می‌دهد.

۱-۲ این روش آزمون برای مواد فرار ویژه‌ای که پایداری‌شان هنگام نگهداری در کانیستر، مورد آزمایش و تایید قرار گرفته شده است قابل اجرا است. تعداد زیادی از ترکیبات آلی کلردار، به طور موفقیت‌آمیز، جهت نگهداری در کانیستری با فشار داخلی بالاتر از جو، تحت آزمون قرار گرفته‌اند (به کتاب نامه ۱ الی ۴ مراجعه شود)، هرچند که مستندات موجود (نه به صورت گسترده)، مبین پایداری مواد آلی فرار در فشارهای زیر فشار جو در داخل کانیستر نیز می‌باشند. هنگامی که مطالعات اولیه روی مواد آلی فرار غیرقطبی در حال انجام بود، مشخص گردید

1- Volatile organic compounds (VOC)

2- Ambient

3- Indoor

4- Canister

5- Passivated

6- Condensation

7- Trap

8- Desorption

9- Gas chromatography

که اطلاعاتی در خصوص پایداری بسیاری از مواد فرار قطبی در زمان نگهداری آنها در کانیستر وجود دارد (به کتاب نامه ۵ الی ۷ مراجعه شود).

۳-۱ روش اجرایی جمع‌آوری نمونه، شامل استفاده از مجاری ورودی، صافی‌های هوا، تنظیم‌کننده‌های دبی جریان برای به دست آوردن نمونه‌های یکپارچه در واحد زمان و یک پمپ هوا در خصوص نمونه‌های با فشار بالاتر از فشار جو، می‌باشد. نمونه‌بردارهای کانیستر به گونه‌ای طراحی می‌شوند که به طور خودکار، فرایند جمع‌آوری نمونه را با استفاده از زمان‌سنج‌ها و شیرهای مجهز به تجهیزات الکترونیکی، شروع و مجدداً متوقف نمایند (به کتاب نامه ۸ الی ۱۰ مراجعه شود). اگر نمونه‌بردار در فضای بیرون مورد استفاده قرار گیرد در این صورت، استفاده از حفاظ جهت جلوگیری از اثر هوا الزامی است.

۴-۱ فهرست ترکیبات آلی که به طور موفقیت‌آمیز با این روش آزمون در درصد حجمی بر واحد بیلیون^۱ اندازه‌گیری شده‌اند در جدول ۱ آمده است. این روش آزمون برای محدوده غلظت‌های مواد آلی فرار از "محدوده تشخیص تا ۳۰۰ ppbv" کاربرد دارد. در مواردی که غلظت بالاتر از این محدوده باشد، نمونه‌ها باید با هوا یا نیتروژن خشک خالص رقیق گردند.

۲ مراجع الزامی

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

- 2-1 ASTM D1356, Terminology Relating to Sampling and Analysis of Atmospheres
- 2-2 ASTM D1357, Practice for Planning the Sampling of the Ambient Atmosphere
- 2-3 ASTM E260, Practice for Packed Column Gas Chromatography
- 2-4 ASTM E355, Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships
- 2-5 U.S. Environmental Protection Agency, Compendium of Methods for the Determination to Toxic Organic Compounds in Ambient Air, Method TO-14A, EPA 600/R-96/010b

1- Parts per billion by volume (ppbv)

۳ اصطلاحات و تعاریف

۱-۳ تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به همراه اصطلاحات فنی مندرج در استاندارد ASTM D1356 کاربرد دارد.

۲-۳ تعاریف اصطلاحات ویژه‌ی این استاندارد

۱-۲-۳ فشار مطلق کانیستر

به صورت $(Pg + Pa)$ می‌باشد که در آن Pg برابر با فشار فشارسنج در کانیستر بر حسب کیلو پاسکال یا پوند بر اینچ مربع (psi و kPa) و Pa برابر با فشار هوا می‌باشد.

۲-۲-۳ فشار مطلق

فشار اندازه‌گیری شده نسبت به فشار صفر مطلق (وقتی که برخلاف فشار هوا باشد) می‌باشد. فشار مطلق بر حسب kPa، mm Hg یا psia بیان می‌گردد.

۳-۲-۳ صحنه‌گذاری^۱

به فرایند تثبیت با گازهای مرطوب کالیبراسیون و هوای بدون رطوبت (هوای خشک) اطلاق می‌گردد که در آن اجزای سامانه‌های نمونه‌برداری و کانیستر غلظت هوای نمونه‌برداری شده و جمع‌آوری شده را تغییر نخواهد داد.

۴-۲-۳ مخلوط سرمازا^۲

به ماده سردکننده‌ای که از آن برای رسیدن به دمای بسیار پایین در محفظه تبرید سامانه‌های تجزیه‌ای استفاده می‌شود؛ اطلاق می‌گردد. ماده سرمازای مرسوم، آرگون مایع (نقطه جوش °C ۱۸۵٫۷-) یا نیتروژن مایع (نقطه جوش °C ۱۹۵٫۸-) می‌باشد.

۵-۲-۳ کالیبراسیون پویا^۳

به کالیبراسیون سامانه‌های تجزیه‌ای با استفاده از غلظت‌های استاندارد از گازهای کالیبراسیون که با رقیق‌سازی غلظت معلومی از استانداردهای گاز متراکم به وسیله گاز خنثی، مرطوب و خالص تولید می‌شود، گفته می‌شود.

۱-۵-۲-۳ بحث^۴

1- Certification
2- Cryogen
3- Dynamic calibration
4- Discussion

چنین استانداردهایی، همانند و یا بسیار شبیه به نمونه‌هایی هستند که تحت فرایندهای آنالیز قرار می‌گیرند. استانداردهای کالیبراسیون که به داخل ورودی نمونه‌بردار یا سامانه تجزیه‌ای وارد می‌گردند بسیار مشابه با نمونه‌های موثق میدانی هستند.

۳-۲-۶ فشار مانومتری^۱

به فشار اندازه‌گیری شده که بالاتر از فشار هوای محیط (زمانی که بر خلاف فشار مطلق است)، باشد گفته می‌شود. فشار مانومتری صفر^۲، با فشار هوای محیط معادل می‌باشد.

۳-۲-۷ ستون با قطر داخلی بالا^۳

به ستون کروماتوگرافی که قطر داخلی آن بیشتر از ۰/۵۰ mm باشد، گفته می‌شود.

۳-۲-۷-۱ بحث

با هدف انجام روش آزمون در این استاندارد، ستون‌های با قطر داخلی بالا به ستون‌های کروماتوگرافی با قطر داخلی ۰/۵۳ mm اطلاق می‌گردند.

۳-۲-۸ طیف‌سنجی جرمی- روبش^۴

دستگاه کروماتوگرافی گازی با طیف‌سنجی جرمی مزدوج می‌گردد تا در طول اجرای کروماتوگرافی گازی، تا تمامی یون‌های بالای محدوده‌ی از پیش تنظیم شده را به طور مداوم روبش کند.

۳-۲-۸-۱ بحث

همان‌گونه که در متن حاضر اشاره شد، این روش اجرایی به عنوان یک روش شناسایی کیفی و توصیف ویژگی نمونه به کار می‌رود.

۳-۲-۹ طیف‌سنجی جرمی- پایش یون انتخابی^۵

تنها برای به دست آوردن داده‌های مربوط به یون‌های ویژه و نادیده گرفتن تمامی موارد دیگر، دستگاه کروماتوگرافی گازی با طیف‌سنجی جرمی برنامه‌ریزی شده، مزدوج می‌گردد. این عمل با مزدوج شدن پایش یون انتخابی با تفکیک کننده‌های زمان بازداری^۶ صورت می‌گیرد. آنالیز کروماتوگرافی گازی- پایش یون انتخابی، نتایج کمی را برای اجزاء تشکیل‌دهنده گاز نمونه انتخابی، زمانی که توسط کاربر برنامه‌ریزی می‌گردد، فراهم می‌کند.

-
- 1- Gage pressure
 - 2- Zero gage pressure
 - 3- Megabore column
 - 4- Mass spectrometer (MS)-scan
 - 5- MS- SIM (selected ion monitoring)
 - 6- Retention time discriminators

جدول ۱- نمونه هایی از ترکیبات آلی فرار که به وسیله روش کانیستر تحت فرایند اندازه گیری قرار گرفته‌اند.

ترکیب شیمیایی (مترادف)	فرمول	وزن مولکولی	نقطه جوش (°C)	نقطه ذوب (°C)	عدد ثبت CAS ^۱
فرئون ۱۲ (دی کلرو دی فلورو متان)	Cl ₂ CF ₂	۱۲۰٫۹۱	-۲۹٫۸	-۱۵۸٫۰	
متیل کلرید (کلرو متان)	CH ₃ Cl	۵۰٫۴۹	-۲۴٫۲	-۹۷٫۱	۷۴-۸۷-۳
فرئون ۱۱۴ (۲-دی کلرو- ۱،۱-تتراهالورو اتان)	ClCF ₂ CClF ₂	۱۷۰٫۹۳	۴٫۱	-۹۴٫۰	
وینیل کلرید (کلرو اتیلن)	CH ₂ =CHCl	۶۲٫۵۰	-۱۳٫۴	-۱۵۳٫۰	۷۵-۰۱-۴
متیل برمید (برومومتان)	CH ₃ Br	۹۴٫۹۴	۳٫۶	۹۳٫۶	۷۴-۸۳-۹
اتیل کلرید (کلرو اتان)	CH ₃ CH ₂ Cl	۶۴٫۵۲	۱۲٫۳	-۱۳۶٫۴	۷۵-۰۰-۳
فرئون ۱۱ (تری کلرو فلورو متان)	CCl ₃ F	۱۳۷٫۳۸	۲۳٫۷	-۱۱۱٫۰	
وینیلیدن کلرید (۱،۱-دی کلرو اتن)	C ₂ H ₂ Cl ₂	۹۶٫۹۵	۳۱-۷	-۱۲۲٫۵	۷۵-۳۵-۴
دی کلرو متان (متیلن کلرید)	CH ₂ Cl ₂	۸۴٫۹۴	۳۹٫۸	-۹۵٫۱	۷۵-۰۹-۲
فرئون ۱۱۳ (۲-تری کلرو- ۱،۱-تری فلورو اتان)	CF ₂ ClCCl ₂ F	۱۸۷٫۳۸	۴۷٫۷	-۳۶٫۴	
۱،۱-دی کلرو اتان	CH ₃ CHCl ₂	۹۸٫۹۶	۵۷٫۳	-۹۷٫۰	۷۴-۳۴-۳

1- Chemical abstract service (تقسیم بندی مواد شیمیایی توسط انجمن شیمی آمریکا)

	-۸۰,۵	۶۰,۳	۹۶,۹۴	CHCl=CHCl	سیس-۲و۱-دی کلرو اتیلن
۶۷-۶۶-۳	-۶۳,۵	۶۱,۷	۱۱۹,۳۸	CHCl ₃	کلروفرم (تری کلرومتان)
۱۰۷-۰۶-۲	-۳۵,۳	۸۳,۵	۹۸,۹۶	ClCH ₂ CH ₂ Cl	۱و۲-دی کلرو اتان (اتیلن کلرید)
۷۱-۵۵-۶	-۳۰,۴	۷۴,۱	۱۳۳,۴۱	CH ₃ CCl ₃	متیل کلروفرم (۱و۱و۱-تری کلرو اتان)
۷۱-۴۳-۲	۵,۵	۸۰,۱	۷۸,۱۲	C ₆ H ₆	بنزن
۵۶-۲۳-۵	-۲۳,۰	۷۶,۵	۱۵۳,۸۲	CCl ₄	کربن تترا کلرید (تترا کلرو متان)
۷۸-۸۷-۵	-۱۰۰,۴	۹۶,۴	۱۱۲,۹۹	CH ₃ CHClCH ₂ Cl	۱و۲-دی کلرو پروپان (پروپیلن دی کلرید)
۷۹-۰۱-۶	-۷۳,۰	۸۷	۱۳۱,۲۹	ClCH=CCl ₂	تری کلرو اتیلن (تری کلرو اتن)
		۷۶	۱۱۰,۹۷	CH ₃ CC=CHCl	سیس-۱و۳-دی کلرو پروپن (سیس-۱و۳-دی کلرو پروپیلن)
		۱۱۲,۰	۱۱۰,۹۷	ClCH ₂ CH=CHCl	ترانس-۱و۳-دی کلرو پروپن (ترانس-۱و۳-دی کلرو پروپیلن)
۷۹-۰۰-۵	-۳۶,۵	۱۱۳,۸	۱۳۳,۴۱	CH ₂ ClCHCl ₂	۱و۲و۱-تری کلرو اتان (تری کلرید وینیل)
۱۰۸-۸۸-۳	-۹۵,۰	۱۱۰,۶	۹۲,۱۵	C ₆ H ₅ CH ₃	تولون (متیل بنزن)
۱۰۶-۹۳-۴	۹,۸	۱۳۱,۳	۱۸۷,۸۸	BrCH ₂ CH ₂ Br	۱و۲-دی برومو اتان (اتیلن دی برومید)
۱۲۷-۱۸-۴	-۱۹,۰	۱۲۱,۱	۱۶۵,۸۳	Cl ₂ C=CCl ₂	تترا کلرو اتیلن (پر کلرو اتیلن)
۱۰۸-۹۰-۷	-۴۵,۶	۱۳۲,۰	۱۱۲,۵۶	C ₆ H ₅ Cl	کلرو بنزن

۱۰۰-۴۱-۴	-۹۵,۰	۱۳۶,۲	۱۰۶,۱۷	$C_6H_5C_2H_5$	اتیل بنزن
	-۴۷,۹	۱۳۹,۱	۱۰۶,۱۷	$1,3-(CH_3)_2C_6H_4$	متا-گزیلین (۱و۳- دی متیل بنزن)
	۱۳,۳	۱۳۸,۳	۱۰۶,۱۷	$1,4-(CH_3)_2C_6H_4$	پارا-گزیلین (۱و۴- دی متیل گزیلین)
۱۰۰,۴۲,۵	-۳۰,۶	۱۴۵,۲	۱۰۴,۱۶	$C_6H_5CH=CH_2$	استایرن (وینیل بنزن)
۷۹-۳۴-۵	-۳۶,۰	۱۴۶,۲	۱۶۷,۸۵	$CHCl_2CHCl_2$	۱و۲و۳و۴- تترا کلرو اتان
	-۲۵,۲	۱۴۴,۴	۱۰۶,۱۷	$1,2-(CH_3)_2C_6H_4$	اورتو- گزیلین (۱و۲- دی متیل بنزن)
۱۰۸-۶۷-۸	-۴۴,۷	۱۶۴,۷	۱۲۰,۲۰	$1,3,5-(CH_3)_3C_6H_6$	۱و۳و۵- تری متیل بنزن (مزیتیلین)
۹۵-۶۳-۶	-۴۳,۸	۱۶۹,۳	۱۲۰,۲۰	$1,2,4-(CH_3)_3C_6H_6$	۱و۲و۴- تری متیل بنزن
۵۴۱-۷۳-۱	-۲۴,۷	۱۷۳,۰	۱۴۷,۰۱	$1,3-Cl_2C_6H_4$	متا- دی کلرو بنزن (۱و۳- دی کلرو بنزن)
۱۰۰-۴۴-۷	-۳۹,۰	۱۷۹,۳	۱۲۶,۵۹	$C_6H_5CH_2Cl$	بنزیل کلرید(آلفا-کلرو تولوئن)
۹۵-۵۰-۱	-۱۷,۰	۱۸۰,۵	۱۴۷,۰۱	$1,2-Cl_2C_6H_4$	اورتو- دی کلرو بنزن (۱و۲- دی کلرو بنزن)
۱۰۶-۴۶-۷	۵۳,۱	۱۷۴,۰	۱۴۷,۰۱	$1,4-Cl_2C_6H_4$	پارا- دی کلرو بنزن (۱و۴- دی کلرو بنزن)
۷-۶۸-۳	-۲۱,۰	۲۱۵	۲۶۰,۷۶	Cl_6C_4	۱و۲و۳و۴و۵و۶- هگزا کلرو- ۱و۳- بوتادین

۳-۲-۱۰ نمونه برداری در فشار بالاتر از جو

به جمع‌آوری نمونه هوا در کانیستر با استفاده از یک پمپ نمونه که در آن فشار نهایی کانیستر بالاتر از فشار هوا باشد گفته می‌شود.

۳-۲-۱۱ دقت کیفی

به قابلیت یک سامانه تجزیه‌ای برای شناسایی ترکیبات گفته می‌شود.

۳-۲-۱۲ دقت کمی

به قابلیت یک سامانه تجزیه‌ای برای اندازه‌گیری غلظت یک ترکیب مشخص گفته می‌شود.

۳-۲-۱۳ کالیبراسیون پایا^۱

به کالیبراسیون سامانه تجزیه‌ای با استفاده از استانداردهای متفاوت از نمونه‌های آزمون، گفته می‌شود.

۳-۲-۱۳-۱ بحث

مثالی از کالیبراسیون پایا که در آن مقدار کوچکی از یک نمونه استاندارد که غلظت بالایی دارد مستقیماً به ستون کروماتوگرافی گازی تزریق شده و محلول استخراج و بخشی از تغلیظ اولیه مربوط به سامانه تجزیه‌ای، به وسیله مسیر فرعی جدا می‌گردد.

۳-۲-۱۴ نمونه برداری در فشار پایین تر از جو

به جمع‌آوری نمونه هوا در یک کانیستر خلاء شده^۲ با یا بدون کمک پمپ نمونه برداری، تا رسیدن فشار نهایی کانیستر به زیر فشار هوا گفته می‌شود.

۳-۲-۱۴-۱ بحث

کانیستر به گونه‌ای پر می‌شود که فشار داخلی آن تا مقدار فشار محیط یا تا نزدیکی فشار محیط افزایش یابد. برای ایجاد سریع خلاء ممکن است یک پمپ خلاء کمکی به عنوان بخشی از سامانه نمونه برداری به لوله ورودی وصل شده و قبل از نمونه برداری یا در طول جمع‌آوری نمونه خلاء مورد نظر را ایجاد کند.

۴ خلاصه روش آزمون

۴-۱ روش شرح داده شده، برگرفته از کارهای منتشر شده بوده (به کتاب نامه ۱ الی ۲۲ مراجعه شود) و بر اساس روش خلاصه شده‌ی TO-14A مربوط به سازمان حفاظت از محیط زیست^۳ می‌باشد. این روش از اوایل سال ۱۹۸۰ به کار گرفته شد تا روند بلندمدتی را برای گازهای هوا (به کتاب نامه ۱۱ مراجعه شود) به منظور اندازه

1- Static calibration

2- Evacuated

3- Environmental protection agency (EPA)

گیری میزان نفوذ و پخش ترکیبات آلی فرار به اوزون (به کتاب نامه ۱۲ مراجعه شود) و ارزیابی میزان سمی بودن ترکیبات آلی فرار در هوای محیط (به کتاب نامه ۱۳ و ۱۴ مراجعه شود) پایه گذاری کند.

۴-۲ هر دو روش نمونه برداری: فشار بالا (بالتر از فشار هوا) و فشار پایین (پایین تر از فشار هوا)، از یک کانیستر خلاء شده استفاده می کنند. یک لوله نمونه برداری با ظرفیت حجمی کوچک تر از ۲٪ حجمی کانیستر یا کوچک تر از ۲٪ حجمی لوله ی یک پمپ خلاء، مورد استفاده قرار می گیرد. برای نمونه برداری در فشار بالا، نیاز به یک پمپ اضافی جهت تأمین فشار لازم در کانیستر می باشد. نمونه ی هوا با استفاده از دستگاه نمونه برداری که دارای قطعات تنظیم کننده دبی و زمان نمونه برداری می باشد، به داخل کانیستری که از قبل خلاء و تمیز شده است کشیده می شود.

جدول ۲- یون/فراوانی و زمان بازداری مورد انتظار برای ترکیبات آلی فرار انتخاب شده که به وسیله GC-MS-SIM تحت آنالیز قرار می گیرند.

ترکیب شیمیایی	یون/فراوانی (بر حسب واحد جرم اتمی/درصد پیک مبنا ^۱)	زمان بازداری مورد انتظار (بر حسب دقیقه)
فرئون ۱۲ (دی کلرو دی فلورو متان)	۸۵,۱۰۰ ۸۷,۳۱	۵,۰۱
متیل کلرید (کلرومتان)	۵۰,۱۰۰ ۵۲,۳۴	۵,۶۹
فرئون ۱۱۴ (۲و۱-دی کلرو-۱و۱و۲و۲-تترا فلورو اتان)	۸۵,۱۰۰ ۱۳۵,۵۶ ۸۷,۳۳	۶,۵۵
وینیل کلرید (کلرو اتن)	۶۲,۱۰۰ ۲۷,۱۲۵ ۶۴,۳۲	۶,۷۱
متیل برومید (برومو متان)	۹۴,۱۰۰ ۹۶,۸۵	۷,۸۳

1- Amu / % base peak

۸,۴۳	۶۴,۱۰۰ ۲۹,۱۴۰ ۲۷,۱۰۰	اتیل کلرید (کلرو اتان)
۹,۹۷	۱۰۱,۱۰۰ ۱۰۳,۶۷	فرئون ۱۱ (تری کلرو فلورو متان)
۱۰,۹۳	۶۱,۱۰۰ ۹۶,۵۵ ۶۳,۳۱	وینیلیدن کلرید (او۱-دی کلرو اتیلن)
۱۱,۲۱	۴۹,۱۰۰ ۸۴,۶۵ ۸۶,۴۵	دی کلرو متان (متیلن کلرید)
۱۱,۶۰	۱۵۱,۱۰۰ ۱۰۱,۱۴۰ ۱۰۳,۹۰	فرئون ۱۱۳ (او۱او۲-تری کلرو-او۱او۲-تری فلورو اتان)
۱۲,۵۰	۲۷,۶۴ ۶۵,۳۳	او۱-دی کلرو اتان
۱۳,۴۰	۶۱,۱۰۰ ۹۶,۶۰ ۹۸,۴۴	سیس-او۱او۲-دی کلرو اتیلن
۱۳,۷۵	۸۳,۱۰۰ ۸۵,۶۵ ۴۷,۳۵	کلروفرم (تری کلرو متان)
۱۴,۳۹	۶۲,۱۰۰ ۲۷,۷۰ ۶۴,۳۱	او۲-دی کلرو اتان (اتیلن دی کلرید)

۱۴,۶۲	۹۷,۱۰۰ ۹۹,۶۴ ۶۱,۶۱	متیل کلروفرم (۱ و ۱- تری کلرو اتان)
۱۵,۰۴	۷۸,۱۰۰ ۷۷,۲۵ ۵۰,۳۵	بنزن
۱۵,۱۸	۱۱۷,۱۰۰ ۱۱۹,۹۷	کربن تترا کلرید (تترا کلرو متان)
۱۵,۸۳	۶۳,۱۰۰ ۴۱,۹۰ ۶۲,۷۰	۱ و ۲- دی کلرو پروپان (پروپیلن دی کلرید)
۱۶,۱۰	۱۳۰,۱۰۰ ۱۳۲,۹۲ ۹۵,۸۷	تری کلرو اتیلن (تری کلرو اتن)
۱۷,۴۹	۷۵,۱۰۰ ۳۹,۷۰ ۷۷,۳۰	ترانس-۱ و ۳- دی کلرو پروپن
۱۷,۶۱	۹۷,۱۰۰ ۸۳,۹۰ ۶۱,۸۲	۱ و ۲- تری کلرو اتان (وینیل تری کلرید)
۱۷,۸۶	۹۱,۱۰۰ ۹۲,۵۷	تولوئن (متیل بنزن)
۱۸,۴۸	۱۰۷,۱۰۰ ۱۰۹,۹۶ ۲۷,۱۱۵	۱ و ۲- دی برومو اتان (اتیلن دی برومید)

۱۹,۰۱	۱۶۶,۱۰۰ ۱۶۴,۷۴ ۱۳۱,۶۰	تترا کلرو اتیلن (پر کلرو اتیلن)
۱۹,۷۳	۱۱۲,۱۰۰ ۷۷,۶۲ ۱۱۴,۳۲	کلرو بنزن
۲۰,۲۰	۹۱,۱۰۰ ۱۰۶,۲۸	اتیل بنزن
۲۰,۴۱	۹۱,۱۰۰ ۱۰۶,۴۰	متا و پارا- گزیلن (۱و۳/۴- دی متیل بنزن)
۲۰,۸۱	۱۰۴,۱۰۰ ۷۸,۶۰ ۱۰۳,۴۹	استایرن (وینیل بنزن)
۲۰,۹۲	۸۳,۱۰۰ ۸۵,۶۴	۱و۲و۳- تترا کلرو اتان
۲۰,۹۲	۹۱,۱۰۰ ۱۰۶,۴۰	اورتو- گزیلن (۱و۲- دی متیل بنزن)
۲۲,۵۳	۱۰۵,۱۰۰ ۱۲۰,۲۹	۴- اتیل تولوئن
۲۲,۶۵	۱۰۵,۱۰۰ ۱۲۰,۴۲	۱و۳و۵- تری متیل بنزن (مزیتیلن)
۲۳,۱۸	۱۰۵,۱۰۰ ۱۲۰,۴۲	۱و۲و۴- تری متیل بنزن
۲۳,۳۱	۱۴۶,۱۰۰ ۱۴۸,۶۵ ۱۱۱,۴۰	متا- دی کلرو بنزن (۱و۳- دی کلرو بنزن)

۲۳,۳۲	۹۱,۱۰۰ ۱۲۶,۲۶	بنزیل کلرید (آلفا- کلرو تولوئن)
۲۳,۴۱	۱۴۶,۱۰۰ ۱۴۸,۶۵ ۱۱۱,۴۰	پارا- دی کلرو بنزن (۱و۴- دی کلرو بنزن)
۲۳,۸۸	۱۴۶,۱۰۰ ۱۴۸,۶۵ ۱۱۱,۴۰	اورتو- دی کلرو بنزن (۱و۲- دی کلرو بنزن)
۲۶,۷۱	۱۸۰,۱۰۰ ۱۸۲,۹۸ ۱۸۴,۳۰	۱و۲و۴- تری کلرو بنزن
۲۷,۶۸	۲۲۵,۱۰۰ ۲۲۷,۶۶ ۲۲۳,۶۰	هگزا کلورو بوتادین (۱و۱و۲و۳و۴و۴و۴- هگزا کلرو-۱و۳- بوتادین)

۳-۴ وقتی که نمونه هوا جمع‌آوری گردید، شیر جداساز کانیستر بسته شده و کانیستر از نمونه‌بردار جدا می‌شود. در این هنگام یک بر چسب شناسایی به کانیستر چسبانده شده و کانیستر جهت آنالیز به آزمایشگاه منتقل می‌گردد.

۴-۴ مطابق با دستورالعمل آزمایشگاه، اطلاعات موجود روی برچسب کانیستر یادداشت شده و کانیستر جهت اندازه‌گیری دقیق فشار نهایی کانیستر به یک فشارسنج متصل می‌گردد. در طول آنالیز، بخار آب موجود در جریان گاز ممکن است به استفاده از یک خشک کن غشایی نفوذپذیر (اگر عملی باشد) کاهش پیدا کرده و سپس مواد آلی فرار با تجمع روی تله جاذب یا در یک تله برودتی تغلیظ گردند. پس از این مرحله، دمای تله جاذب افزایش پیدا کرده و موادی که در آن تجمع پیدا کرده‌اند آزاد شده و پس از جداسازی با کروماتوگرافی گازی، به وسیله طیف‌سنجی جرمی مورد شناسایی قرار می‌گیرند. شناسایی ترکیب شیمیایی و اندازه‌گیری کمی آن با این روش آزمون انجام می‌گیرد.

۴-۵ با اعمال گرما، مواد آلی فرار از روی تله به داخل حجم کوچکی از گاز حامل، واجذب شده و به وسیله کروماتوگرافی گازی جدا می‌گردند. پس از جداسازی، این مواد به وسیله آشکارساز طیف‌سنجی جرمی یا

آشکارسازهای دیگر از قبیل آشکارساز یونش شعله‌ای^۱ یا آشکارساز ربایش الکترون^۲ اندازه‌گیری می‌گردند. روش اجرایی تجزیه‌ای را می‌توان به صورت خودکار (به کتاب نامه ۱۵ الی ۱۷ مراجعه شود) یا دستی (به کتاب نامه ۱۸ مراجعه شود) انجام داد. همچنین یک روش اجرایی برای اندازه‌گیری پاسخ آشکارساز یونش شعله‌ای برای مواردی که جداسازی با کروماتوگرافی گازی وجود ندارد، مستندسازی شده است.

۴-۶ آشکارساز طیف‌سنج جرمی (طیف‌سنج جرمی که با کروماتوگرافی گازی مزدوج شده است) به عنوان یک ابزار تجزیه‌ای مهم یا عمده جهت اندازه‌گیری‌های کمی و کیفی می‌باشد. آشکارسازهای طیف‌سنج جرمی شامل بخش مغناطیسی آنالیز کننده جرم، صافی‌های چهار لایه جرم، آنالیزکننده‌های مرکب از بخش‌های مغناطیسی و بخش الکترواستاتیکی، آنالیزکننده زمان حرکت جرم و طیف‌سنج جرمی تله یون می‌باشد.

۴-۶-۱ مقایسه (GC/MS - روبش کامل) و GC/MS-SIM

۴-۶-۱-۱ GC/MS - روبش کامل

۱- امکان شناسایی ترکیب شیمیایی هدف

۲- حساسیت کم نسبت به GC/MS-SIM

۳- در مقایسه با SIM ممکن است نمونه‌هایی با حجم بزرگ‌تر مورد نیاز باشد.

۴- تفکیک یون‌های مداخله‌گر شویشی^۳ امکان‌پذیر می‌باشد.

۵- شناسایی ترکیبات مثبت

۶- اندازه‌گیری کمی ترکیبات موجود در فهرست کالیبراسیون

۷- اندازه‌گیری کیفی و نیمه کمی ترکیباتی که در فهرست کالیبراسیون وجود ندارند

۴-۶-۱-۲ GC/MS-SIM

۱- قادر به شناسایی ترکیبات غیر هدف نمی‌باشد.

۲- نیازی به تفسیر مفصل توسط تکنسین نمی‌باشد.

۳- دارای حساسیت بالا نسبت به GC-MS - روبش کامل، می‌باشد.

۴-۶-۲ GC/MS - روبش کامل

این سامانه از یک ستون کروماتوگرافی موئین، مزدوج شده با طیف‌سنجی جرمی و تنظیم شده در مد روبش می‌باشد که به وسیله روش عادی جستجوی منابع طیفی پشتیبانی می‌گردد.

این گزینه، نزدیک‌ترین تقریب را برای شناسایی واضح پیشنهاد داده و طیف گسترده‌ای از ترکیباتی را که توسط منابع طیفی تعریف می‌گردد، پوشش می‌دهد. مد GC/MS-SIM محدود به ترکیبات هدف می‌باشد که توسط

1- Flame ionization detector

2- Electron capture detector

3- Eluting

کاربر تعریف گردیده و با دارا بودن مزیت زمان‌های ماند طولانی‌تر در مقادیر m/z محدود شده، حساسیت بالاتری نسبت به GC/MS-SCAN دارد. زمانی که تعداد یون‌های پایش شده به طور هم زمان در آنالیز GC/MS-SIM افزایش یابد، در این صورت حساسیت این روش معادل با حساسیت مد GC/MS-SCAN خواهد بود. محدوده عملی مد GC/MS-SIM به ۴ الی ۵ یون که به طور هم زمان پایش شده‌اند، می‌رسد.

۵ اهمیت و کاربرد

۱-۵ ترکیبات آلی فرار از طریق منابع مختلف به محیط، فضاها، سرپوشیده و فضاها محیط کار نشر پیدا می‌کنند. علاوه بر مواردی که طی آن نشر از طریق استفاده از محصولات مختلف، تجهیزات و مصالح ساختمانی صورت می‌گیرد، انتشار مستقیم یا گذرای مربوط به منابع محیطی مثل فرایندهای تولید وجود دارد که منتشر کننده ترکیب هوای پیچیده‌ای می‌باشند. بسیاری از این مواد فرار، سم‌های مزمن یا شدید می‌باشند. بنابراین اندازه‌گیری آن‌ها در هوا برای بررسی تأثیر آن‌ها بر سلامتی افراد ضروری می‌باشد.

۲-۵ استفاده از کانیسترها برای جمع‌آوری و آنالیز ترکیباتی با قابلیت فراریت بالا و پایدار در هوا (برای مثال وینیل کلرید) مناسب می‌باشد.

این روش آزمون که تمامی نمونه‌های گاز را جمع‌آوری کرده و تحت آنالیز قرار می‌دهد، در معرض محدودیت‌های مربوط به فراریت بالا قرار نمی‌گیرد.

۳-۵ ترکیبات آلی فرار با موفقیت در کانیسترهای فولادی روپین شده جمع‌آوری می‌گردند. جمع‌آوری نمونه‌های هوا در کانیسترها با اهداف زیر انجام می‌گیرد:

۱- یکپارچه‌سازی مطلوب نمونه‌های هوا در یک بازه زمانی مشخص (برای مثال ۸ h الی ۲۴ h)

۲- نمونه‌برداری از راه دور و آنالیزهای آزمایشگاه مرکزی

۳- راحتی نگه‌داری و جابجایی نمونه‌ها

۴- قابلیت جمع‌آوری نمونه به مقدار خیلی کم

۵- آنالیز نمونه‌های مربوط به مناطق مختلف با یک سامانه تجزیه‌ای

۶- رقیق‌سازی یا تغلیظ اضافی نمونه جهت حفظ اندازه نمونه وارد شده به دستگاه تجزیه‌ای در محدوده کالیبراسیون

۷- جمع‌آوری حجم کافی از نمونه برای ارزیابی دقت اندازه‌گیری یا آنالیز یا هر دوی آن‌ها با سامانه‌های تجزیه‌ای مختلف

۸- جمع‌آوری نمونه در مناطقی با دسترسی کم با استفاده از یک تنظیم کننده خلأ و کنترل کننده دبی، اگر برق در آن مناطق وجود نداشته باشد.

۴-۵ جهت حذف یا پوشش دادن مناطق فعال موجود روی سطح داخلی کانیستر، سطح داخلی کانیستر به وسیله فرایندهای مختلف رویین کردن از قبیل فرایندهای پولیش‌دهی الکتریکی و فرایند پوشش‌دهی سیلیس مذاب عمل‌آوری می‌گردد.

۵-۵ این روش آزمون می‌تواند برای نمونه‌برداری و آنالیز ترکیباتی که می‌توانند به طور کمی از کانیستر بازیابی گردند، به کار برده شود. محدوده‌ی نوعی مربوط به ترکیبات آلی فرار که برای این روش آزمون قابل اجرا هستند، محدوده‌هایی هستند که دارای فشار بخار اشباع شده‌ی بالاتر از ۱۵ Pa در 25°C می‌باشند.

۶-۵ برای ترکیباتی که در جدول ۱ فهرست نشده‌اند مطالعات مربوط به پایداری و جمع‌آوری باید قبل از استفاده از این روش آزمون انجام گیرد.

۶ تداخل‌ها و محدودیت‌ها

۶-۱ مدیریت آب یک مشکل تجزیه‌ای مهم است چرا که پیش تغلیظ‌های ترکیب آلی فرار علی‌الخصوص آن‌هایی که از میعان دمای تقلیل یافته استفاده می‌کنند، بخار آب را به همراه ترکیبات آلی فرار تجمیع می‌کنند. آب می‌تواند جریان هوای نمونه را محدود و یا متوقف کرده، زمان‌های بازداری را تغییر داده و روی سامانه‌های آشکارساز علی‌الخصوص سامانه‌های طیف‌سنجی جرمی تأثیر داشته باشد. خشک‌کن‌های غشایی نفوذپذیر به صورت هم راستا و مکرر، قبل از تغلیظ مورد استفاده قرار گرفته و محصولات مصنوعی^۱ را برای تعدادی از ترکیباتی که در فهرست هدف این روش آزمون هستند به شرط رعایت یک سری اقدامات احتیاطی، تولید نمی‌کنند (به کتاب نامه ۲۰ و ۲۱ مراجعه شود). آزادسازی نمونه هوا از یک کانیستر فشار بالا که حاوی هوای مرطوب می‌باشد، منجر به افزایش منظم رطوبت هوای نمونه‌ی آزاد شده، تا زمانی که آب میعان شده روی سطوح داخلی کانیستر باقی بماند، می‌گردد (به کتاب نامه ۲۲ مراجعه شود).

۶-۲ برای کاربردهایی که در آن خشک‌کن غشایی مورد استفاده قرار گیرد، اگر رطوبت در خشک‌کن (به بند ۱۰-۱-۱-۳ مراجعه شود) تجمع پیدا کند در این صورت تداخل در آنالیز نمونه اتفاق می‌افتد. روش اجرایی خودکار که به صورت دوره‌ای خشک‌کن را تا دمای 100°C گرم می‌کند، در زمان تخلیه هوا، هر گونه رطوبت به وجود آمده را دور می‌سازد. این روش اجرایی یکپارچگی نمونه را از بین نمی‌برد.

یادآوری ۱- حذف رطوبت از نمونه‌ها در سامانه‌های GC/MS که به طور جداگانه، پمپ شده و از دستگاه خشک‌کن غشایی استفاده نمی‌کنند، الزامی نیست.

۶-۳ اگر کانیستر قبل از استفاده تمیز نگردد در این صورت ممکن است سامانه نمونه‌برداری آلوده گردد. علاوه بر کانیستر، تمامی تجهیزات دیگر نمونه‌بردار (برای مثال: پمپ و کنترل‌کننده‌های جریان) باید کاملاً تمیز گردند

1- Artifacts

تا اطمینان حاصل گردد که تجهیزات پرکننده موجب آلاینده‌گی نمونه‌ها نخواهند شد. برای تمیز کردن کانیستر و تأیید سامانه نمونه‌برداری، به دستورالعمل‌هایی مندرج در بندهای ۱۱-۱ و ۱۱-۲ مراجعه کنید. به علاوه، سامانه مناسب باید به کار گرفته شده و نمونه‌های شاهد زمینه باید تحت آنالیز قرار گیرند تا به محض آلوده شدن، آن را شناسایی کنند.

۴-۶ اگر سامانه تجزیه‌ای GC/MS از یک خشک‌کن غشایی نفوذپذیر یا معادل آن جهت حذف انتخابی بخار آب از جریان نمونه استفاده کند، در این صورت ترکیبات آلی قطبی همزمان با رطوبت به این غشاها نفوذ خواهند کرد. نتیجتاً یک آنالیز کننده باید سامانه خود را با مواد متشکله آلی ویژه تحت آزمون، کالیبره نماید. برای آنالیزهای کمی ترکیبات قطبی، خشک‌کن‌های غشایی نفوذپذیر ممکن است در سامانه‌های تجزیه‌ای مورد استفاده قرار نگیرند.

۷ دستگاه

۷-۱ به کانیستری با سطوح داخلی روئین شده با پوشش سیلیسی یا پولیش الکتریکی گویند که از منابع مختلف تجاری قابل تأمین باشد.

۷-۲ سامانه نمونه‌برداری کانیستر فشار بالا و فشار پایین که به صورت تجاری موجود می‌باشد برای آزمون ترکیبات آلی فرار در هوا، مورد ارزیابی قرار گرفته شده است (به کتاب نامه ۸ الی ۱۰ مراجعه شود). پیکربندی‌های مختلفی از سخت‌افزارهای استاندارد می‌تواند به عنوان واحد نمونه‌برداری کانیستر مورد استفاده قرار گیرد.

۷-۲-۱ فشار پایین تر از فشار هوا (به شکل ۱ مراجعه شود).

۷-۲-۱-۱ خطوط ورودی

به لوله‌ای از فولاد ضد زنگ جهت اتصال نمونه‌بردار به دریچه‌ی ورودی نمونه گفته می‌شود.

۷-۲-۱-۲ کانیستر

به ظروف فشاری از جنس فولاد ضد زنگ و بدون نشتی که حجم مناسب (برای مثال ۶ L) داشته و شیر و سطوح داخلی آن‌ها روئین شده باشد، گفته می‌شود.

۷-۲-۱-۳ فشارسنج/خلأ

این وسیله باید قابلیت اندازه‌گیری خلأ (۱۰۰ kPa الی ۰ kPa یا ۰ الی ۳۰ in Hg) یا فشار (۰ kPa الی ۲۰۰ kPa یا ۰ الی ۳۰ psig) را در سامانه نمونه‌برداری داشته باشد. سنج‌ها^۱ باید تمیز و بدون هیچ گونه نشتی باشند.

1- Gages

۷-۲-۱-۴ دبی سنج جرمی و کنترل کننده

این وسیله باید قابلیت ثابت نگه داشتن دبی ($\pm 10\%$) در طول بازه زمانی ۲۴ h نمونه برداری و تحت شرایط تغییرات دما (20°C الی 40°C) و رطوبت را داشته باشد.

۷-۲-۱-۵ صافی

به صافی از جنس فولاد ضد زنگ و با تخلخل $7\ \mu\text{m}$ گفته می شود.

۷-۲-۱-۶ زمان سنج الکترونیکی

این زمان سنج باید قابلیت فعال سازی سوپاپ مغناطیسی در زمان شروع (به بند ۷-۱-۲-۷ مراجعه شود) و متوقف کردن جریان ورودی به کانیستر به منظور جمع آوری نمونه به صورت خودکار را داشته باشد.

۷-۲-۱-۷ سوپاپ مغناطیسی

این سوپاپ به طور الکتریکی کار کرده و دارای واشر و قسمت میانی الاستومری یا سوپاپ های مغناطیسی دما پایین می باشد.

۷-۲-۱-۸ لوله و قطعات اتصال^۱

شامل لوله ای از جنس فولاد ضد زنگ و از نوع کروماتوگرافی و قطعات اتصال جهت اتصالات داخلی می باشد. تمامی موادی که در تماس با نمونه هایی از قبیل آنالیت و گازهای پشتیبان می باشند باید از جنس فولاد ضد زنگ باشند.

۷-۲-۱-۹ هیتر

به عنوان کنترل کننده دما جهت حفظ دمای داخل محفظه نمونه بردار در حد بالاتر از دمای محیط (در صورت لزوم) می باشد.

۷-۲-۱-۱۰ فن

جهت سرد کردن سامانه نمونه برداری (در مواقع لزوم) می باشد.

۷-۲-۱-۱۱ ترموستات

به طور خودکار عملکرد فن را کنترل می کند.

۷-۲-۱-۱۲ دماسنج با قابلیت اندازه گیری کمینه و بیشینه

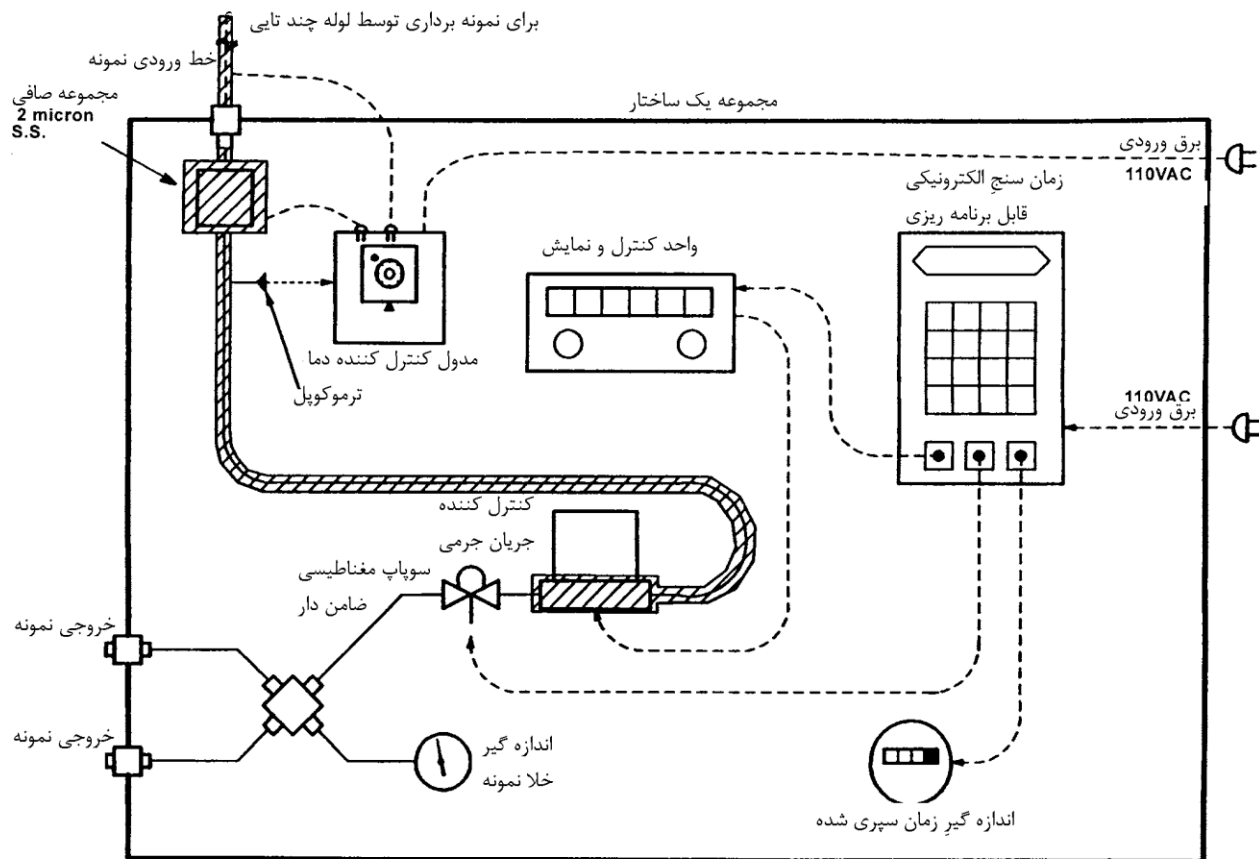
این دماسنج ها کمترین و بیشترین دما را در طول نمونه برداری ثبت می کنند.


۷-۲-۱-۱۳ شیر قطع کن

از نوع فولاد ضد زنگ و بدون نشتی بوده و جهت اندازه گیری فشار/خلأ مورد استفاده قرار می گیرد.

۷-۲-۱-۱۴ پمپ خلأ کمکی (اختیاری)

این پمپ به طور پیوسته هوا را با دبی 10 L/min از طریق لوله‌های چند شاخه‌ای کشیده و به صورت نمونه در می‌آورد. نمونه در لوله‌های چند شاخه‌ای با دبی پایین استخراج شده و هوای اضافی خارج می‌گردد. استفاده از دبی‌هایی بالا موجب رقیق‌سازی آلاینده‌های موجود در ورودی شده و احتمال آلوده شدن نمونه‌ها را در اثر تماس با مناطق جاذب فعال موجود در دیواره ورودی، کاهش می‌دهد. اگر لوله چند شاخه‌ای ورودی^۱ کوچک‌تر از ۵٪ نمونه نهایی باشد، در این صورت استفاده از پمپ الزامی نمی‌باشد.



یادآوری - تمامی قطعات اتصال از نوع فولاد ضد زنگ می‌باشند.
 یادآوری - تمامی لوله‌ها از جنس فولاد ضد زنگ و به اندازه $3/2 \text{ mm}$ می‌باشند.
 یادآوری - طرح  نشانگر محدوده کنترل شده از نظر دمایی می‌باشد.

شکل ۱- پیکربندی نمونه‌بردار جهت نمونه‌برداری کانیستر در فشار پایین تر از فشار هوا

۷-۲-۱۵-۱ زمان سنج

دارای قابلیت اندازه‌گیری زمان نمونه‌برداری با مقیاس زمانی ثانیه می‌باشد.

۷-۲-۱۶-۱ شیر میکرومتر موین و قابل تنظیم با روزنه ثابت یا تنظیم کننده خلأ ممکن است به جای کنترل کننده الکترونیکی دبی جهت گرفتن نمونه‌ها یا نمونه‌هایی که در بازه زمانی کوتاه مدت، یکپارچه هستند به کار رود. چنین سامانه‌هایی به دستورالعمل فعال‌سازی و غیرفعال‌سازی نیاز دارند. در این استاندارد، به کارگیری نمونه‌بردار با روزنه ثابت و بدون پمپ، تنها در مواقعی که نمونه‌های جمع‌آوری شده ۶۰٪ یا کمتر از ظرفیت کل کانیستر را تشکیل می‌دهند، مناسب می‌باشد. برای مثال، فرایند ذکر شده، زمان نمونه‌برداری را حداکثر تا ۶ h بر ۶ L کانیستر یا ۲۰ h بر ۱۵ L کانیستر محدود می‌کند.

۷-۲-۲ فشارهای بالاتر از فشار هوا

به شکل‌های ۱ و ۲ مراجعه شود.

۷-۲-۲-۱ پمپ نمونه

دماغه پمپ باید از جنس فولاد ضد زنگ و از نوع کشنده پر قدرت^۱ بوده و قابلیت فشار خروجی ۲۰۰ kPa را داشته باشد. پمپ باید تمیز بدون نشتی بوده و از هر گونه آلاینده‌گی به وسیله روغن یا ترکیبات آلی ممانعت گردد.

یادآوری ۲- سامانه‌های نمونه‌برداری مختلفی توسعه پیدا کرده‌اند که موجب تنظیم فشار کانیستر با هوای نمونه می‌گردند. سامانه شرح داده شده در شکل ۲ از یک پمپ خلأ کمکی جهت شستن سریع ورودی نمونه استفاده می‌کنند. یک پمپ هوای غیرآلوده، هوا را از لوله ورودی به وسیله روزنه تنظیم کننده جریان کشیده و به داخل کانیستر وارد می‌کند.

۷-۲-۲-۲ مواد پشتیبانی کننده دیگر

سایر اجزاء سامانه نمونه‌برداری فشار بالا، شبیه به اجزاء بحث شده مطابق با بندهای ۷-۲-۱-۱ الی ۷-۲-۱۶-۱ می‌باشند.

۷-۳ تجهیزات آنالیز نمونه

۷-۳-۱ سامانه تجزیه‌ای GC/MS (روش کامل و SIM)

۷-۳-۱-۱ سامانه تجزیه‌ای GC/MS-SCAN باید قابلیت برداشت و پردازش داده در مد MS-FULL SCAN را داشته باشند. سامانه تجزیه‌ای GC/MS-SIM باید قابلیت برداشت و پردازش داده‌ها در مد MS-SIM را داشته باشد.

۷-۳-۱-۲ کروماتوگرافی گازی

1- Bellows

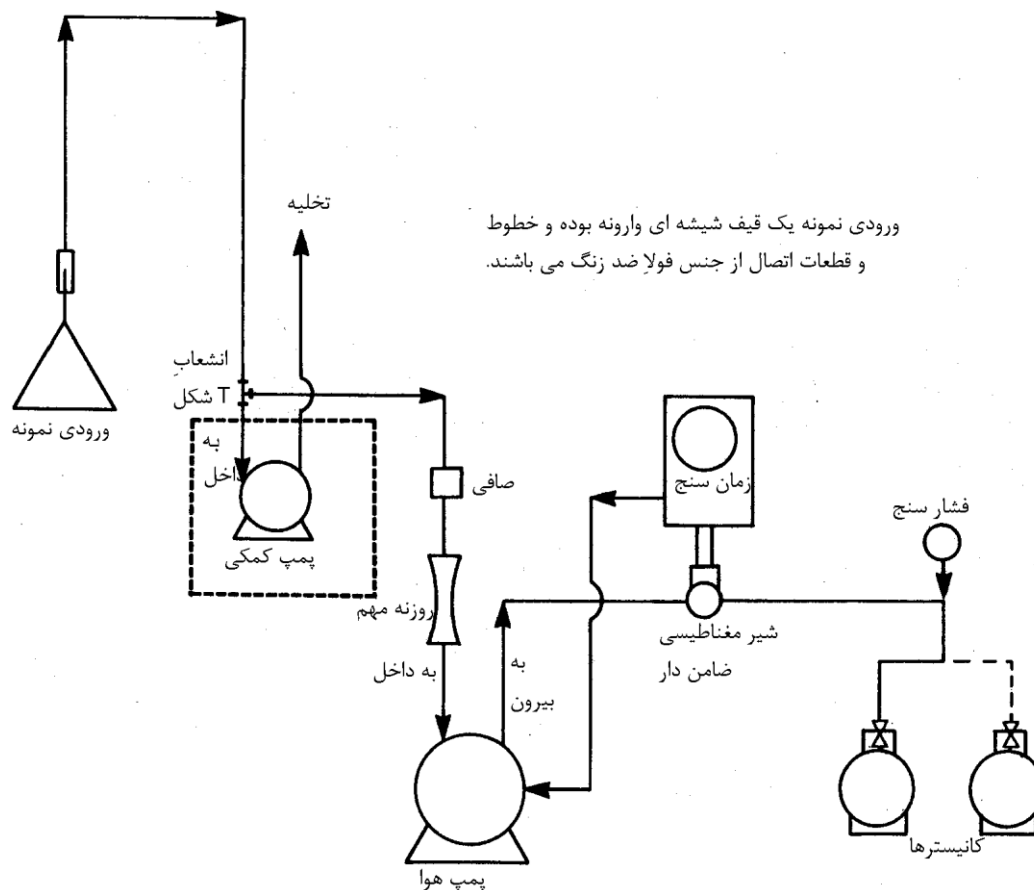
این دستگاه قابلیت برنامه‌ریزی دمایی برای آون با طرح‌های استانداردِ دیگر از قبیل تنظیم کننده‌های دبی گاز، کنترل خودکار شیرها و یکپارچه سازها و... را دارا می‌باشد. استفاده از آشکارساز یونش شعله‌ای اختیاری می‌باشد.

۷-۳-۱-۳ آشکارساز کروماتوگرافی

به آشکارسازهای طیف‌سنجی جرمی که مجهز به رایانه و نرم‌افزارهای مربوطه باشند، گفته می‌شود. سامانه GC/MS در مد روبش، تنظیم شده و MS نمونه را برای اندازه‌گیری‌های کمی و شناسایی گونه‌های مواد آلی فرار روبش می‌کند.

۷-۳-۱-۴ تله برودتی مجهز به مجموعه کنترل دما

جهت تکمیل توضیحات مربوط به تله و مجموعه کنترل دما، به بند ۱۰-۱-۱-۴ مراجعه شود. تله‌ها ممکن است به وسیله تولیدکننده، در داخل دستگاه کروماتوگرافی قرار داده شده یا به واحدهای موجود اضافه گردند.



شکل ۲- پیکربندی نمونه‌بردار جایگزین برای نمونه‌برداری کانیستر در فشار بالا

۷-۳-۱-۵ کنترل‌کننده‌های الکترونیکی دبی جرمی

برای ثابت نگه‌داشتن دبی گاز حامل و گاز نمونه و ارائه خروجی آنالوگ برای نمایش ناهنجاری های دبی به کار می رود.

۷-۳-۱-۶ پمپ خلأ

به پمپ آزمایشگاهی جهت مصارف عمومی و با قابلیت ایجاد خلأ در مخزنی با حجم مشخص (که برای انتقال نمونه مورد استفاده قرار می‌گیرد) یا برای کشیدن حجم مشخصی از نمونه از وسط تله برودتی گفته می‌شود.

۷-۳-۱-۷ لوله‌ای از جنس فولاد ضد زنگ و از نوع کروماتوگرافی و قطعات اتصال مربوط به لوله‌ها از جنس فولاد ضد زنگ - برای توضیحات بیشتر به بند ۷-۲-۱-۸ مراجعه شود.

۷-۳-۱-۸ ستون کروماتوگرافی (به جدول ۳ مراجعه شود)

این ستون به منظور جداسازی ترکیبات می‌باشد.

یادآوری ۳- سایر ستون‌ها (% ۶ سیانو پروپیل فنیل و % ۹۴ دی متیل پلی سیلوکسان) به شرطی که سامانه، نیازهای مصرف کننده را تأمین نماید می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد. ستون‌هایی با قطر داخلی قطورتر از (۰٫۵۳ mm)، در معرض گرفتگی ناشی از آب به تله افتاده قرار نگرفته و در نتیجه نیاز به استفاده از خشک‌کن غشایی نفوذپذیر در این سامانه‌ها وجود نخواهد داشت.

۷-۳-۱-۹ فشار/خلأ سنج از جنس فولاد ضد زنگ (اختیاری)

این وسیله باید قابلیت اندازه‌گیری خلأ (۱۰۰ kPa - الی ۰ kPa) و فشار (۰ kPa الی ۲۰۰ kPa) را در سامانه نمونه‌برداری داشته باشد. سنج‌ها باید تحت آزمون قرار گرفته و تمیز و بدون هر گونه نشستی باشند.

۷-۳-۱-۱۰ تنظیم کننده^۱ فشار مخزن^۲ از جنس فولاد ضد زنگ

این تنظیم‌کننده‌ها به صورت استاندارد و با سازوکار دو مرحله‌ای، فشار گازهای هیدروژن، نیتروژن، هلیوم و هوای محیط دارای هیدروکربن کم (کمتر از ۰٫۱ ppm) موجود در مخزن را تنظیم می‌کنند.

1- Regulators
2- Cylinder

جدول ۳- شرایط کارکرد متداول طیف‌سنجی جرمی و کروماتوگرافی گازی

ستون کروماتوگرافی	قطر داخلی ۰.۳۲mm × ۵۰m - دی متیل پولی سیلوکسان (ضخامت فیلم ۱۷ μm) با اتصالات عرضی ^۱ ۱۰۰٪
گاز حامل	هلیوم (۲۱۰ cm ³ /min در ۲۵۰ °C)
حجم تزریق	ثابت (۱ μL الی ۳ μL)
مد تزریق	بدون انقطاع ^۲
برنامه دمایی	
دمای اولیه ستون	-۵۰ °C
زمان توقف اولیه ^۳	۲ min
برنامه	۱۵۰ °C الی ۸ °C/min
زمان توقف نهایی	۱۵ min
محدوده جرم	۱۸ amu الی ۲۵۰ amu
زمان روبش	۱ s/scan
شرایط یونش الکتریکی ^۴	۷۰ eV
روبش جرمی ^۵	از دستورالعمل‌های منتشر شده توسط تولیدکننده باید جهت انتخاب آشکارساز انتخابی جرم و مد پایش یون انتخاب تبعیت گردد.
مد آشکارساز	آشکارساز یون مضاعف ^۶
سامانه آشکارساز یونش شعله‌ای ^۷	
دبی هیدروژن	۳۰ cm ³ /min
دبی گاز حامل	۳۰ cm ³ /min
دبی هوای مشعل	۴۰۰ cm ³ /min

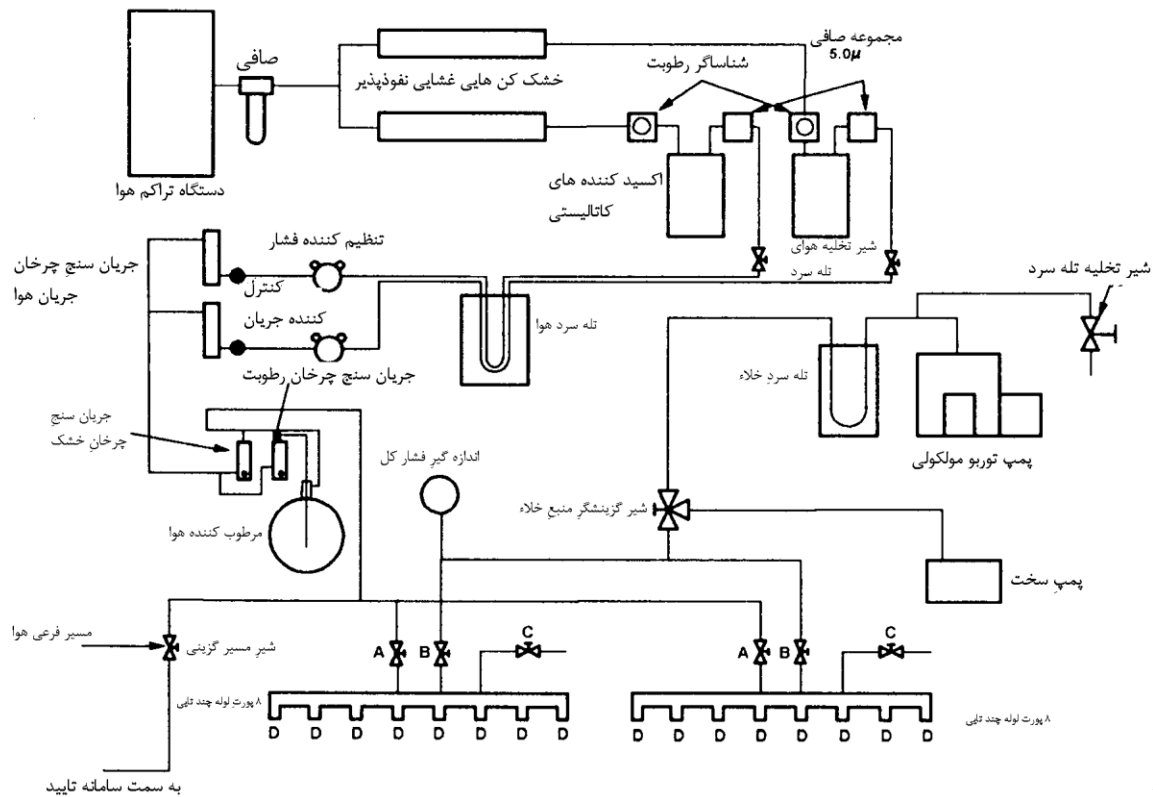
- 1- Crosslinked
- 2- Splitless
- 3- Initial hold time
- 4- Electrical ionization (EI)
- 5- Mass scan
- 6- Multiple detector
- 7- Flame ionization detector (FID)

۷-۳-۱۱ تصفیه‌کننده‌های گاز

کربن یا الک مولکولی، برای حذف رطوبت و ناخالصی‌های آلی از بخارات گاز به کار می‌رود.

۷-۳-۱۲ شکاف‌دهنده تی شکل یا پرسی (اختیاری) با حداقل حجم مرده برای جدا کردن جریان خروجی از ستون GC به کار می‌رود.

۷-۳-۱۳ خشک‌کن‌ها (اختیاری) - شامل لوله‌های هم محور با غشای نفوذپذیر می‌باشد که در داخل لوله‌های بزرگ تر قرار گرفته و به صورت تجاری موجود می‌باشند. برای توضیحات بیشتر به بند ۱۰-۱-۱-۳ مراجعه شود.



راهنما:

- A - شیر فشار هوای چند شاخه‌ای
- B - شیر خلأ چند شاخه‌ای
- C - شیر تخلیه فشار چند شاخه‌ای
- D - قسمت چند شاخه‌ای جهت اتصال کانیستر برای پاک‌سازی آن

شکل ۳- دستگاه تمیزکننده کانیستر

۷-۳-۱۴ شیر کروماتوگرافی شش دریچه‌ای

۴-۷ سامانه پاک‌سازی کانیستر (به شکل ۳ مراجعه شود).

- ۷-۴-۱ پمپ خلأ- دارای قابلیت ایجاد خلأ در کانیسترهای نمونه تا فشار مطلق کمتر ۰,۰۰۶۴ kPa
- ۷-۴-۲ لوله چند شاخه‌ای- ساخته شده از فولاد ضد زنگ با اتصالاتی برای تمیز کردن همزمان چند کانیستر
- ۷-۴-۳ شیرهای قطع‌کننده- شیرهای دو حالتی روشن- خاموش^۱
- ۷-۴-۴ سنجه خلأ از جنس فولاد ضد زنگ- دارای قابلیت اندازه‌گیری خلأ در لوله چند شاخه‌ای تا فشار مطلق ۰,۰۰۶۴ kPa
- ۷-۴-۵ تله برودتی (دو عدد مورد نیاز است)- ساخته شده از تله لوله‌ای باز از جنس فولاد ضد زنگ و به شکل u که با نیتروژن مایع سرد شده و برای اهداف خالص‌سازی هوا جهت جلوگیری از نفوذ برگشتی پمپ خلأ و برای آماده‌سازی کانیسترهای حاوی نمونه هوای بدون رطوبت و تمیز به کار می‌روند.
- ۷-۴-۶ سنجه‌های فشار از جنس فولاد ضد زنگ- صفر تا ۳۵۰ kPa جهت پایش فشار هوای بدون رطوبت
- ۷-۴-۷ شیر کنترل جریان از جنس فولاد ضد زنگ برای تنظیم جریان هوای بدون رطوبت به داخل کانیسترها
- ۷-۴-۸ مرطوب‌کننده، شامل یک حباب ساز آبی با قابلیت کاربرد در فشار بالا (یک کانیستر رویین شده با یک تیوب عمیق و شیرهای دوتایی اشغال شده است)- مرطوب‌کننده شامل آب غیر یونی با خلوص کروماتوگرافی مایع با عملکرد بالا^۲ می‌باشد.
- ۷-۴-۹ آون همدمما (انتخابی)- برای گرم کردن کانیسترها
- یادآوری-۴ دمای آون نباید طی عملیات پاک‌سازی، از دمای اعلام شده توسط تولیدکننده بالاتر رود تا از تخریب سطح کانیستر رویین شده هنگام پاک‌سازی جلوگیری گردد.
- ۷-۵ سامانه کالیبراسیون و لوله چند شاخه‌ای (به شکل ۴ مراجعه شود).
- ۷-۵-۱ لوله چند شاخه‌ای کالیبراسیون- لوله‌ی چند شاخه‌ای از جنس فولاد ضد زنگ یا شیشه (۱۲۵ mm I.D.) در ۶۶۰ mm با دریچه‌های نمونه‌برداری و مخلوط‌کننده داخلی برای توزیع دبی و حصول اطمینان از مخلوط شدن مناسب
- ۷-۵-۲ مرطوب‌کننده، فلاسک آلیاژ آلومینیم به حجم ۵۰۰ ml حاوی آب غیر یونی با درجه HPLC
- ۷-۵-۳ کنترل‌کننده‌های الکترونیکی دبی جرمی - یکی صفر تا ۵ L/min و دیگری صفر تا ۵۰ ml/min
- ۷-۵-۴ تری فلوتور اتیلن- صافی‌های فلوتور کربن، صافی فلوتور کربن ۴۷ mm برای کنترل ویژه

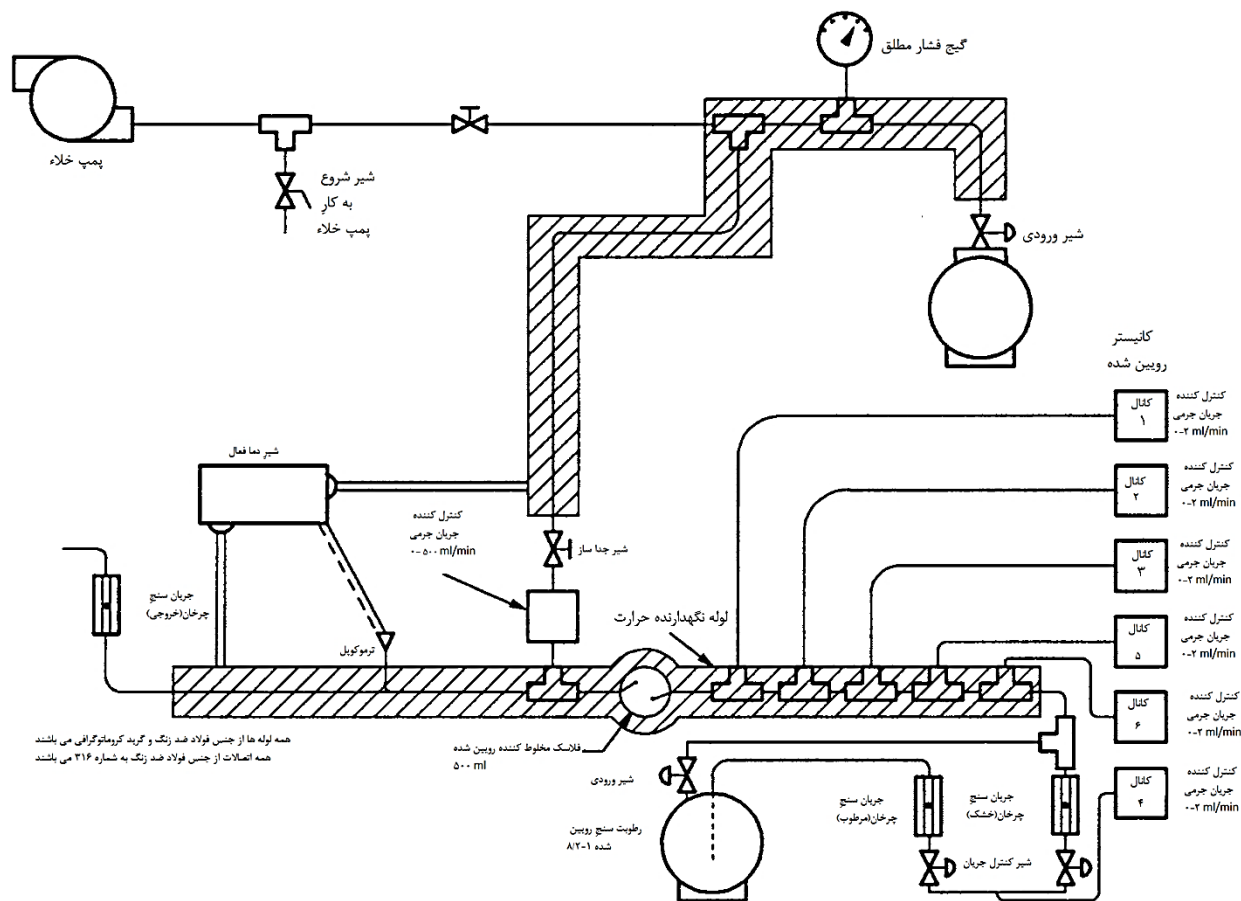
1- On-off
2- HPLC
3- Implinger flask

۸ واکنشگرها و مواد

۸-۱ مخازن گاز هلیوم، هیدروژن، نیتروژن و هوای بدون رطوبت با خلوص خیلی بالا

۸-۲ استانداردهای کالیبراسیون گاز - مخازن حاوی تقریباً ۱۰ ppmv از هر کدام از ترکیبات زیر به دلخواه:

۲۱- دی برومو اتان	وینیل کلرید
تترا کلرو اتیلن	وینیلیدن کلرید
کلرو بنزن	۱۱-تری کلرو- ۱۱-تری فلوئورو اتان
بنزیل کلرید	پارا- دی کلرو بنزن
هگزا کلرو- ۱۱- بوتادین	کلروفرم
متیل کلروفرم	۱۱-دی کلرو اتان
تترا کلرید کربن	بنزن
تری کلرو اتیلن	تولوئن
سیس- ۱۱-دی کلرو پروپن	دی کلرو دی فلوئورو متان
ترانس- ۱۱-دی کلرو پروپن	متیل کلرید
۱۱-دی کلرو- ۱۱-تترا فلوئورو اتان	اتیل بنزن
اورتو- دی کلرو بنزن	۱۱-تری کلرو بنزن
اورتو- گزیلن	متیل برومید
متا- گزیلن	اتیل کلرید
پارا- گزیلن	فلوئورو تری کلرو متان
استایرن	دی کلرو متان
۱۱-تترا کلرو اتان	۱۱-دی کلرو اتان
۱۱-تری متیل بنزن	سیس- ۱۱-دی کلرو اتان
۱۱-تری متیل بنزن	۱۱-دی کلرو پروپان
متا- دی کلرو بنزن	۱۱-تری کلرو اتان



شکل ۴- شماتیکی از سامانه کالیبراسیون و چند شاخه‌ای، (الف) کالیبراسیون سامانه تجزیه‌ای، (ب) سامانه نمونه- برداری کالیستر آزمون، (پ) تهیه استانداردهای انتقال کالیستر

۱-۲-۸ مخازن باید مطابق با مواد استاندارد مرجع موجود در موسسه بین‌المللی استاندارد و تکنولوژی، یا NIST-EPA باشند. ترکیبات ممکن است در یک مخزن یا به طور مجزا در چند مخزن مختلف خریداری شوند. برای راهنمای خرید و مخلوط کردن ترکیبات آلی فرار در مخازن گازی، به ویژگی‌های اعلام شده توسط تولیدکننده مراجعه شود.

۳-۸ نیتروژن مایع (با نقطه جوش 195.8°C) تنها برای تله‌های هوای تمیز و خنک‌کاری آون کروماتوگرافی گازی و تله‌های تغلیظ نمونه که نیاز به کنترل فعال تا 185.7°C دارند، به کار می‌رود.

۴-۸ آرگون مایع بی‌اثر (با نقطه جوش 185.7°C)، برای تله‌های نمونه که تا دمای 185.7°C کنترل می‌شوند، به کار می‌رود.

1- National institute of standards and technology (NIST)

۸-۵ خالص‌سازهای گاز- کربن یا الک مولکولی، متصل بین مخازن هیدروژن، نیتروژن و هوای بدون رطوبت و خط داخلی سامانه، جهت زدایش رطوبت و ناخالصی‌های آلی از بخارات گاز

۸-۶ آب غیر یونی- با درجه HPLC، با درجه خلوص خیلی بالا (برای مرطوب کننده)

۸-۷ ۴- برومو فلئورو بنزن برای تنظیم سامانه GC/MS

۸-۸ متانول- برای پاک‌سازی اجزاء سامانه نمونه‌برداری، با درجه خلوص واکنشگر

۹ سامانه نمونه‌برداری

۱-۹ شرح سامانه

۹-۱-۱ نمونه‌برداری در فشار زیر فشار اتمسفر (به شکل‌های ۱ و ۲ مراجعه شود).

۹-۱-۱-۱ برای آماده‌سازی کانیستر جهت جمع‌آوری نمونه زیر فشار اتمسفر، کانیستر تا فشار 0.064 kPa یا کمتر خلاء می‌شود. هنگامی که کانیستر به اتمسفری که حاوی ترکیبات آلی فرار است باز شود اختلاف فشار سبب می‌گردد که نمونه به داخل کانیستر جریان پیدا کند. این روش ممکن است برای جمع‌آوری نمونه‌ها (در زمان 10 s الی 30 s) یا نمونه‌های با زمان‌های یکپارچه (زمان 12 h الی 24 h) به کار رود. این عمل از طریق یک محدود کننده داخلی (به عنوان مثال کنترل کننده دبی جرمی، تنظیم کننده خلاء یا روزنه بحرانی) انجام می‌گیرد.

۹-۱-۱-۲ با استفاده از محدود کننده دبی در روزنه بحرانی، اگر فشار به فشار اتمسفر نزدیک شود، در این صورت میزان دبی کاهش خواهد یافت. با این حال با استفاده از یک کنترل کننده دبی جرمی، سامانه نمونه‌برداری به دلیل تنظیم اندازه محدود کننده می‌تواند افزایش یابد. به عنوان مثال یک کنترل کننده الکترونیکی دبی با محدوده دبی صفر تا 50 cc/min می‌تواند دبی را در یک مقدار ثابت (با تغییرات کمتر از 5%) در حدود cc/min 50 از خلاء کامل تا فشار 7 kPa زیر فشار اتمسفری نگه دارد.

۹-۱-۲ نمونه‌برداری در فشار بالاتر از فشار اتمسفر- به شکل ۱ مراجعه شود.

۹-۱-۲-۱ نمونه‌برداری در فشار بالا، برای نمونه‌هایی که در مدت زمان بالا جمع می‌گردند یا حجم بالایی دارند، به کار می‌رود. با استفاده از یک پمپ و آرایه کنترل دبی، نمونه تا رسیدن کانیستر به فشار نهایی خود (100 kPa - 200 kPa) جمع‌آوری می‌گردد. به عنوان مثال یک کانیستر خلاء شده با حجم 6 L ، می‌تواند با نرخ 71 ml/min و در مدت 24 h تا فشار نهایی حدود 67 kPa برسد.

یادآوری ۵- جمع‌آوری نمونه در محیط مرطوب و در شرایط فشار بالا ممکن است باعث میعان آب در کانیسترهای نمونه‌برداری شود. وجود آب میعان شده ممکن است بازیافت ترکیبات قطبی را از کانیستر کاهش داده و زمان نگه‌داری ترکیبات هدف روی ستون کروماتوگرافی گازی را تغییر دهد.

۹-۱-۲-۲ در نمونه برداری کانیستر فشار بالا، یک پمپ فلزی دم دستی هوا را از لوله چند شاخه‌ای کشیده و کانیستر را پر کرده و دارای فشار می‌کند.

۹-۱-۳ نمونه بردارهای کلی

۹-۱-۳-۱ برای حفظ دبی در مقدار ثابت در کانیستر در بازه زمانی نمونه برداری، از یک وسیله کنترل کننده دبی استفاده می‌شود. پس از مشخص شدن دبی، کانیستر در بازه زمانی نمونه برداری پر می‌شود (تا حدود ۸۸/۱ kPa) برای نمونه برداری در فشار زیر فشار اتمسفر یا تا حدود یک اتمسفر بالاتر از فشار متعارف برای نمونه برداری در فشارهای بالا). دبی می‌توان به روش زیر محاسبه می‌شود:

$$F = (P \times V) / (t \times 60) \quad (1)$$

که در آن:

F برابر است با دبی بر حسب میلی‌لیتر بر دقیقه

P برابر است با فشار نهایی کانیستر، مطلق اتمسفری - P تقریباً برابر با $1 + [100 / (\text{مقدار بر حسب کیلو پاسکال})]$ می‌باشد.

V برابر است با حجم کانیستر بر حسب میلی‌لیتر

t برابر با زمان نمونه برداری بر حسب ساعت می‌باشد.

۹-۱-۳-۲ برای مثال اگر یک کانیستر با ظرفیت ۶ L تا فشار مطلق ۲۰۰ kPa در مدت ۲۴ h پر شود، در این صورت دبی به روش زیر محاسبه می‌گردد:

$$F = (2 \times 6000) / (24 \times 60) = 8.3 \text{ ml/min} \quad (2)$$

۹-۱-۳-۳ در عملکرد خودکار، زمان سنج به نحوی تنظیم می‌شود که در زمان‌های مناسب، پمپ قطع یا وصل شود. همچنین زمان سنج باید شیر سلونوئیدی را کنترل کند تا وقتی که پمپ شروع به کار می‌کند باز شده و وقتی پمپ از کار بیفتد، بسته شود.

۹-۱-۳-۴ استفاده از سلونوئید چفت، یا شیر دما پایین از هر گونه افزایش دمای قابل توجه که به وسیله سلونوئیدهای مرسوم در طول زمان نمونه برداری رخ می‌دهد، جلوگیری می‌کند. افزایش دما در شیر می‌تواند سبب خروج گاز ترکیبات آلی از مرکز شیر شود که باید جلوگیری گردد تا اثرات زمینه کاهش یابد. شیر سلونوئید چفت نیاز به یک زمان سنج الکترونیکی دارد که برای مدت زمان‌های کوتاه برنامه‌ریزی می‌شود (۵ s الی ۶۰ s).

در شکل ۵ مدارات پالس الکتریکی ساده برای شیرهای چفت با زمان سنج مکانیکی متداول نشان داده شده است.

۹-۱-۳-۵ خطوط متصل کننده بین ورودی نمونه و کانیستر باید تا حد امکان کوتاه باشد تا حجم آن‌ها به حداقل برسد. دبی وارد شده به داخل کانیستر باید در تمام مدت نمونه‌برداری ثابت بماند (به بند ۹-۱-۱-۲ مراجعه شود).

۹-۱-۳-۶ به عنوان یک انتخاب، یک زمان سنج الکترونیک ثانویه (به بند ۷-۲-۱-۶ مراجعه شود) ممکن است برای شروع به کار پمپ کمکی به مدت چند ساعت قبل از زمان نمونه‌برداری به کار رود تا خط ورودی نمونه را شستشو داده و آماده نماید.

۹-۱-۳-۷ تمامی سامانه‌های نمونه‌برداری باید قبل از استفاده، به وسیله هوای بدون رطوبت صحت‌گذاری شوند (به بند ۱۱-۲ مراجعه شود). تمامی بست‌ها باید به دقت به لحاظ نشتی بررسی شوند. تمامی کانیسترها باید به وسیله هوای بدون رطوبت صحت‌گذاری شوند (به بند ۱۱-۱ مراجعه شود).

۹-۲ فرایند نمونه‌برداری

۹-۲-۱ کانیستر نمونه باید تمیز شده و مطابق با بند ۱۱-۱ تحت آزمون قرار گیرد.

۹-۲-۲ یک سامانه جمع‌آوری کننده نمونه همان‌طور که در شکل‌های ۱ و ۲ نشان داده شده است، مونتاژ شده و باید الزامات صحت‌گذاری، مطابق با بند ۱۱-۲-۳ را بگذراند.

۶- یادآوری - سامانه نمونه‌برداری هنگامی که نمونه‌های محیط جمع‌آوری می‌شوند باید در یک محفظه قرار گیرند.

۹-۲-۳ قبل از قرار دادن سامانه نمونه‌برداری، کاربر ممکن است بخواهد یکسری آنالیزهای گزینشی را با استفاده از نمونه‌هایی که در بازه‌های زمانی کوتاه جمع‌آوری شده‌اند انجام دهد. اطلاعات به دست آمده از آنالیز گزینشی، جهت تعیین محدوده غلظتی بالقوه به منظور آنالیز و شناسایی تداخل‌های بالقوه‌ای که در آنالیز با سامانه GC/MS اتفاق می‌افتد، به کار می‌روند. نمونه‌های آزمون باید با استفاده از فرایندهای تصریح شده در این استاندارد آنالیز شوند. نمونه‌برداری با استفاده از یک نمونه‌بردار ساده مطابق با بند ۷-۲-۱۱۶، انجام می‌شود.

۹-۲-۴ بلافاصله قبل از جمع‌آوری نمونه، دمای متعارف، رطوبت و فشار محلی که نمونه بردار در آن قرار دارد را ثبت کنید.

۷- یادآوری - توضیح مندرج در بند بعدی مربوط به شکل ۱ است.

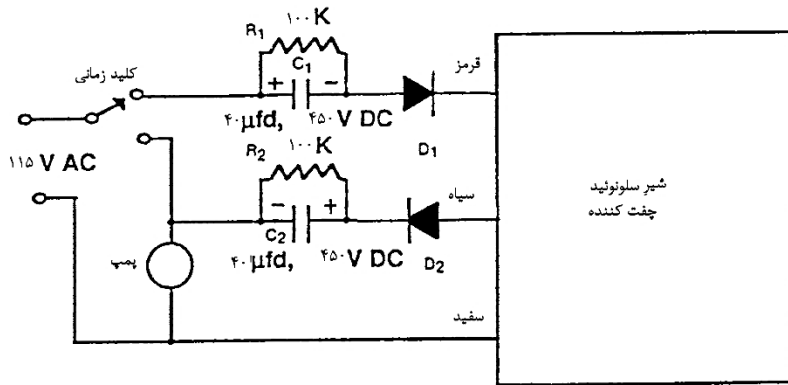
۹-۲-۵ برای تأیید دبی صحیح نمونه‌برداری، از یک کانیستر تخلیه شده در سامانه نمونه‌برداری استفاده می‌گردد. یک دبی سنج جرمی را به خط دهانه لوله چند شاخه‌ای، دقیقاً در قسمت جلوی صافی متصل کنید. کانیستر را باز کنید. نمونه‌بردار را روشن کرده و داده‌های دبی سنج جرمی صحت‌گذاری شده را با کنترل کننده دبی جرمی نمونه‌بردار مقایسه کنید. مقادیر باید در محدوده $\pm 10\%$ باشد. در غیر این صورت، دبی سنج جرمی نمونه‌بردار باید مجدداً کالیبره شده یا نمونه‌بردار باید در صورت پیدا شدن نشتی در سامانه، مجدداً تعمیر گردد.

یادآوری ۸- برای یک نمونه بردار فشار پایین، دبی سنج و کانیستر معمولی مورد نیاز است. برای سامانه‌ای که با پمپ کار می‌کند، کانیستر معمولی در صورتی که جریانی که وارد کانیستر می‌شود قابل اندازه‌گیری باشد، مورد نیاز نمی‌باشد.

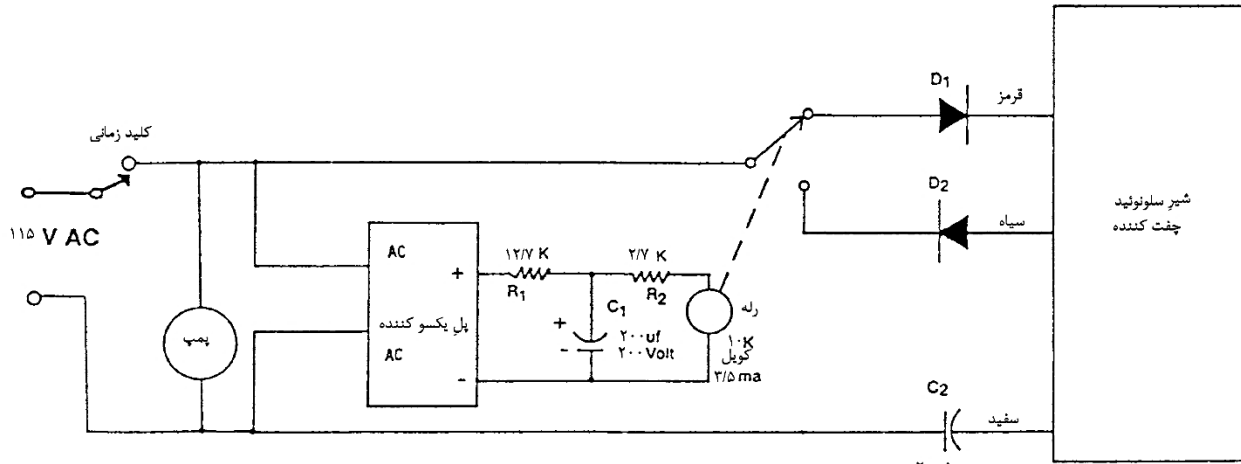
یادآوری ۹- اعدادی که از روی دبی سنج جرمی خوانده می‌شوند، ممکن است انحراف داشته باشند. دستگاه را روی صفر تنظیم کرده و موقع خواندن یا تنظیم دبی، هر گونه انحراف از تنظیم یاد شده را جمع یا تفریق کنید. دبی ورودی به کانیستر را پس از سپری شدن دو دقیقه از زمان گرم شدن، با استفاده از واحد کنترل کننده دبی نمونه بردار (به عنوان مثال ۳/۵ ml/min به مدت ۲۴ h، ۷ ml/min به مدت ۱۲ h) تنظیم کنید. جریان نهایی واقعی را اندازه‌گیری و ثبت نمایید.

۹-۲-۶ نمونه بردار را خاموش کرده و زمان سنج را مجدداً روی صفر تنظیم کنید.

یادآوری ۱۰- هر زمانی که نمونه بردار خاموش می‌شود، حداقل ۳۰s برای روشن کردن مجدد نمونه بردار صبر کنید.



الف
مولفه ها
خازن C₁ and C₂ - ۴۰µf, ۴۵۰VDC
رواداری R₁ and R₂ - ۰/۵ watt, ٪۵
دیود D₁ and D₂ - ۱۰۰۰PRV, ۲/۵A



ب
مولفه ها
پل یکسو کننده - ۲۰۰PRV, ۱/۵ A
دیود D₁ و D₂ - ۱۰۰۰PRV, ۲/۵A
خازن C₁ - ۲۰۰µf, ۲۵۰VDC
خازن غیر قطبی C₂ - ۲۰µf, ۴۰۰VDC
رله - ۱۰۰۰۰ohm, ۲/۵ ma
رواداری R₁ and R₂ - ۰/۵ watt, ٪۵

۲۰ µf
۴۰۰ Volt
غیر قطبی

شکل ۵- مدارات پالس الکتریکی جهت راه‌اندازی شیر سلنوییدی چفت، به همراه زمان سنج مکانیکی

۹-۲-۷ اتصال کانیستر و دبی‌سنج را قطع کنید. یک کانیستر (به شکل ۱۱-۱ مراجعه شود) تمیز را به سامانه متصل کنید.

۹-۲-۸ شیر کانیستر و شیر سنجه خلأ/ فشار را باز کنید.

۹-۲-۹ مقدار خلأ/ فشار را در کانیستر، همان‌طور که با نمونه‌برداری سنجه خلأ/ فشار نشان داده می‌شود، ثبت کنید.

۹-۲-۱۰ شیر سنجه خلأ/ فشار را ببندید و دماسنج دارای بیشینه و کمینه دما را مجدداً تنظیم کنید. زمان و مقادیر زمانی طی شده را ثبت کنید.

۹-۲-۱۱ زمان سنج الکترونیکی را به نحوی تنظیم کنید که بازه زمانی نمونه‌برداری را در زمان‌های مناسب، شروع و متوقف نماید. نمونه‌برداری با زمان سنج الکترونیکی برنامه‌ریزی شده، شروع شده و در زمان مشخص، متوقف می‌شود.

۹-۲-۱۲ پس از سپری شدن بازه‌های زمانی نمونه‌برداری، مقدار بیشینه، کمینه، دمای داخلی فعلی و دمای متعارف و داخل اتاق را ثبت نمایید. مقادیر کنترل‌کننده دبی، رطوبت، فشار متعارف و داخل اتاق را ثبت کنید.

۹-۲-۱۳ در پایان بازه زمانی نمونه‌برداری، مختصراً شیر سنجه خلأ/ فشار موجود روی نمونه‌بردار را باز و بسته کرده و مقدار فشار/ خلأ در کانیستر را ثبت کنید.

یادآوری ۱۱- برای سامانه نمونه‌بردار زیر فشار اتمسفر، اگر کانیستر وقتی که بررسی فشار نهایی انجام گرفت، در فشار اتمسفر باشد در این صورت زمان نمونه‌برداری مشکوک خواهد بود. این اطلاعات باید روی برگه داده‌های نمونه‌برداری ثبت شود. مقادیر زمانی طی شده را ثبت کنید.

۹-۲-۱۴ شیر کانیستر را ببندید. اتصال خط نمونه‌برداری را از کانیستر قطع کرده و کانیستر را از سامانه نمونه‌برداری جدا کنید. برای یک سامانه با فشار زیر اتمسفری، یک دبی‌سنج صحنه‌گذاری شده را به مدخل چند شاخه در جلوی صافی، داخل خط متصل کرده و دبی نهایی را ثبت نمایید.

یادآوری ۱۲- در صورتی که مقدار خلأ اولیه و نهایی کانیستر ثبت شود، اتصال دبی‌سنج جرمی و ثبت دبی الزامی نمی‌باشد.

یادآوری ۱۳- برای یک سامانه تحت فشار، جریان نهایی مستقیماً قبل از خاموش شدن نمونه‌بردار می‌تواند اندازه‌گیری شود.

۹-۲-۱۵ یک برچسب شناسایی به کانیستر متصل نمایید. شماره سریال کانیستر، شماره نمونه، محل و تاریخ را روی برچسب یادداشت نمایید.

۱۰ سامانه تجزیه‌ای

۱-۱-۱۰ سامانه GC/MS (رویش کامل و SIM)

۱-۱-۱-۱۰ سامانه تجزیه‌ای عبارت است از یک GC دارای آشکارساز جرمی که برای همه نسبت‌های جریان/شارژ، در محدوده تجزیه‌ای (مدِ رویش کامل) یا برای تعداد محدودی از یون‌ها در هر بخش از آنالیز که به عنوان پایش یون انتخاب شده است، تنظیم شده باشد. انواع مختلفی از سامانه‌های طیف‌سنجی جرمی با طراحی‌های مختلف برای پایش یون انتخاب شده‌اند. سامانه GC/MS از یک GC به همراه یک ستون مویینه دی متیل سیلیکون (۰/۳۲ mm در ۵۰ m) یا معادل آن تشکیل شده است. سامانه همچنین شاملی یک رایانه و نرم‌افزار مناسب برای داده‌برداری، پردازش و گزارش می‌باشد. هوای موجود در نمونه از طریق عبور از یک خشک‌کن با غشای تراوا زدوده می‌شود. هر چند بسیاری از این ترکیبات قطبی با استفاده از این فرایند خشک کردن، مورد شناسایی قرار نمی‌گیرند. نمونه از یک شیر کروماتوگرافی و سپس تله برودتی عبور داده می‌شود. غلظت ترکیبات با استفاده از یک جدول کالیبراسیون که قبلاً نصب شده است با یک برنامه پردازش داده‌های خودکار گزارش می‌شود. در مدِ رویش کامل، سامانه GC/MS داده‌های طیف‌سنج جرمی را با رویش پیوسته محدوده جرمی بین ۱۸ amu الی ۲۵۰ amu به دست می‌دهد. یک سامانه SIM تنها برای ترکیبات هدف و بدون در نظر گرفتن بقیه ترکیبات، عمل می‌کند. در نتیجه حساسیت آن در حدود ۱ ppbv یا بالاتر برای نمونه هوای ۵۰۰ ml می‌باشد.

۱-۱-۱-۱۰ آنالیز SIM، بر پایه ترکیب زمان‌های بازداری و فراوانی نسبی یون‌های انتخاب شده (به جدول ۲ مراجعه شود) می‌باشد. این توصیف‌کننده‌ها روی هارددیسک رایانه GC/MS نگه داشته شده و با داده‌های نمونه برای شناسایی هر پیک کروماتوگرافی به کار می‌روند. توصیف‌کننده‌ی زمان بازداری به عنوان مثال $\pm 10 \text{ min}$ نسبت به زمان بازداری مرجع یک ترکیب، تعیین می‌شود.

مقدار پردازش برای وفور نسبی به عنوان مثال $\pm 15\%$ (به جز وینیل کلرید و متیلن کلرید که به عنوان مثال $\pm 25\%$ است) از فراوانی مورد انتظار به دست می‌آید. سه یون برای بیش از چهل بار اندازه‌گیری می‌شوند. هنگامی که شناسایی ترکیب با رایانه انجام می‌گیرد، هر پیک که در هر یک از آزمون‌ها مردود شود، علامت‌دار (به عنوان مثال با علامت ستاره) می‌شود. همه داده باید به صورت دستی توسط آزمایش‌گر برای تعیین دلیل علامت‌دار شدن و اعلام وجود آن ترکیب بررسی شود. در صورتی که این امر سبب اضافه شدن قضاوت‌های شخصی به آنالیز شود، مشکلات شناسایی توسط رایانه باید به وسیله یک تکنسین باتجربه مشخص گردد.

برای تأیید غلظت‌های خارج از محدوده، باید بازرسی دستی نتایج کمی انجام شود. برای تشخیص بیشینه حساسیت SIM، پنجره‌های زمانی بازداری باید برای هر ترکیب یا گروهی از ترکیبات به نحوی انتخاب شوند که تعداد یون‌های شناسایی شده در یک رویش، سه یا چهار تا نگه داشته شود.

۱-۱-۱-۱۰ یک خشک‌کن غشای تراوا می‌تواند برای زدودن انتخابی بخار آب از بخار نمونه به کار رود. غشای تراوا شامل یک لوله ساخته شده از کوپلیمر تترا فلئوئورو اتیلن و مونومر های فلئوئورو سولفونیک است که به صورت هم

محور در داخل یک لوله بزرگ‌تر قرار داده شده است. بخار نمونه از لوله داخلی غشای تراوا عبور می‌کند و به آب (و سایر ترکیبات سبک و قطبی) این امکان را می‌دهد که با عبور از فضای حلقوی بین غشای نیمه تراوا و لوله بیرونی از دیواره‌ها به بخار هوای خشک نفوذ کند.

برای جلوگیری از تجمع رطوبت اضافی و هر نوع اثر حافظه در خشک کننده، یک فرایند تمیز کاری شامل گرم کردن متناوب خشک کننده (100°C به مدت 20 min) حین خالی کردن با هوای بدون رطوبت و خشک کردن (500 ml/min) باید به عنوان بخشی از روش کار استاندارد انجام گیرد. فرایند تمیز کردن در هر مرحله از آنالیز تکرار می‌گردد. با این حال، موقع گرم کردن خشک کننده باید دقت لازم به کار برده شود. یک روش دیگر برای خشک کردن نمونه هوا شامل منجمد کردن آب در یک تله و به دنبال آن افزایش دما و خالی کردن ترکیبات هدف است که به داخل فاز گاز از یک تله بخار وارد می‌شود. این در حالی است که بیشتر آب آن باقیمانده است. زدودن آب با یک خشک کننده غشای تراوا نباید برای غیر از ترکیباتی که در جدول ۱ آورده شده است انجام شود. مگر این که مطالعات کاملی برای ارزش گذاری آنالیز این ترکیبات انجام شود. ترکیبات قطبی ممکن است از فصل مشترک غشای تراوا از خارج شوند.

یادآوری ۱۴- فرایند تمیز کردن به ویژه هنگامی که پیش تغلیظ برودتی ترکیبات آلی فرار و به دنبال آن آنالیز GC انجام شود، مهم و مفید است؛ زیرا آب اضافی جمع شده در تله و ستون سبب بسته شده آن و تأثیر معکوس بر دقت آنالیز می‌شود. این مشکل هنگام استفاده از سامانه‌های GC/MSD بسیار مشخص می‌باشد. به علاوه بهبود زدایش آب از بخار نمونه باعث آنالیز مقادیر بیشتری از هوای نمونه در عمل شده و حساسیت بالاتر سامانه‌ها برای ترکیبات هدف را نیاز خواهد داشت.

یادآوری ۱۵- هنگامی که سامانه تجزیه‌ای GC/MS که به صورت دیفرانسیلی پمپ می‌کند برای خشک کردن بخار گاز نمونه که نیازی به خشک کننده‌ی غشای تراوا ندارد، چنین خشک کننده‌ای باید با نوع GC/MSD با آشکارساز انتخابی (GC/MSD) به کار رود. دلیل این کار این است که واحدهای GC/MSD به مقادیر اضافی رطوبت، حساسیت بیشتری نسبت به سامانه‌های تجزیه‌ای GC/MS دارند. رطوبت، به طور برعکس دقت آشکارساز را تحت تأثیر قرار می‌دهد.

۱-۱-۴ تله برودتی نمونه حداقل تا 120°C و نه بیشتر از 200°C در مدت 60 s گرم شده و نمونه آزمایشی به ستون موئینه تزریق می‌شود. گرم کردن سریع تله موجب انتقال موثر ترکیبات نمونه به ستونی کروماتوگرافی گازی می‌شود. به محض تزریق نمونه به ستون، از رایانه GC به رایانه MS علامت داده می‌شود که آشکارسازی مربوط به ترکیباتی را که از داخل ستون شسته می‌شوند را آغاز کند. بخار گاز GC، در محدوده از پیش انتخاب شده واحد جرم اتمی روبش می‌شود. برای شناسایی ترکیبات در جدول ۱، محدوده باید بین 18 amu الی 250 amu باشد که سرعت تکرار 1/5 HZ را به دست می‌دهد. شش بار روبش برای هر پیک کروماتوگرافی در این سرعت به دست می‌آید. انتخاب پیک رایانه خودکار یا انتخاب دستی هر کدام از ترکیبات هدف بر اساس مشخصات اعلام شده توسط تولیدکننده دستگاه انجام می‌شود. پس از این مرحله، جستجوی ذخیره شده‌ها انجام شده و تا ده عدد از بهترین انتخاب‌ها برای هر پیک فهرست می‌گردد. خواص کیفی نمونه توسط این فرایند مشخص می‌شود.

۱۰-۱-۱-۵ یک لوله فلزی برای دمای کاهش یافته و ترکیبات آلی فرار به کار می‌رود. واحد خنک کننده، از یک حلقه لوله نیکل با قطر خارجی ۳۲ mm و با دانه‌های شیشه‌ای بورو سیلیکات با مش ۶۰ الی ۸۰ تشکیل شده است.

یادآوری ۱۶- حلقه لوله نیکل می‌تواند در یک بلوک آلومینیومی یا برنجی که دارای یک هیتر لوله‌ای (۵۰۰ W الی ۱۰۰۰ W) است قرار گیرد یا توسط یک هیتر لوله‌ای به شکل استوانه‌ای (۲۷ W، ۵۰) پیچانده شود. گرم کننده فشنگی (۲۵ W) برای تله استوانه-ای پیچانده شده، مورد نیاز می‌باشد. این هیتر با وات پایین بین دو صفحه فلزی در داخل و بیرون تله ساندویچ می‌شود تا گرمای اضافی را برای حذف نقاط سرد در لوله‌ی انتقال ایجاد کند. گرم کردن سریع (۱۷۸ °C الی ۱۲۰ °C+ در مدت ۵۵ s) با تماس گرمایی مستقیم بین هیتر و لوله تله انجام می‌شود. خنک کاری تله‌های قرار داده شده در آلومینیم یا برنج با قرار دادن در یک مایع سرد کننده انجام می‌شود. خنک کاری تله‌های پیچانده شده استوانه‌ای با بخار دور آن‌ها یا غوطه‌وری در مخلوط سرمازا انجام می‌شود. در پوسته، خنک کاری موثر (۱۲۰ °C الی ۱۷۸ °C- در مدت ۲۲۵ s) با محدود کردن مخلوط سرمازای بخار شده به حجم باز و کوچک اطراف مجموعه تله انجام می‌شود. مجموعه تله و شیر کروماتوگرافی وقتی که با دستگاه GC مدل Hewlett-Packard 5880 کار می‌شود، روی یک صفحه پایه در داخل نواحی تزریق و کمک GC روی یک صفحه عایق، مستقیماً بالای آن قرار دارد.

۱۰-۱-۱-۶ به عنوان یک انتخاب، آزمایش‌گر ممکن است بخواهد بخار گازی که از ستون خارج می‌شود را با استفاده از یک لوله T شکل، به حجم کم تقسیم کند که یک سوم از گاز نمونه (۱/۰ ml/min) به آشکارساز انتخابی جرمی و دو سوم بقیه (۲/۰ ml/min) به یک آشکارساز یون شعله‌ای برود. استفاده از آشکارساز ویژه (MS-SCAN) همراه با آشکارساز غیر ویژه (FID)، امکان افزایش داده‌های به دست آمده را نسبت به آنالیز تکی فراهم می‌کند.

به طور ویژه FID امکانات زیر را برای کاربر فراهم می‌کند:

- ۱- تصویر زمان شبه واقعی از پیشرفت طرح تجزیه‌ای
- ۲- صحنه‌گذاری با آنالیز MS همزمان با سایر آزمایشگاه‌ها که تنها نتایج FID را به دست می‌دهد.
- ۳- قابلیت مقایسه GC-FID با سایر آزمایشگاه‌های تجزیه‌ای با قابلیت فقط GC-FID

۲-۱۰ معیارهای عملکرد سامانه GC/MS-SCAN-SIM

۱-۲-۱۰ عملکرد سامانه GC/MS

- ۱-۱-۲-۱۰ قبل از آنالیز، سامانه GC/MS را مطابق با دستورالعمل تولیدکننده، سرهم کرده و بررسی کنید.
- ۱-۲-۱-۲-۱۰ جدول ۳ شرایط عملکرد عمومی سامانه GC/MS-SCAN-SIM با FID انتخابی را نشان می‌دهد.
- ۱-۲-۱-۳-۱۰ چالش سامانه GC/MS با هوای بدون رطوبت (به بند ۱۱-۲-۲ مراجعه شود) و نتایج این چالش باید کمتر از ۰/۲ ppbv برای ترکیبات آلی فرار هدف گذاری شده قبل از آنالیز نمونه باشد.

۲-۲-۱۰ تنظیم روزانه GC/MS

۱۰-۲-۲-۱ در شروع هر روز یا قبل از کالیبراسیون، سامانه GC/MS را تنظیم کنید تا معیارهای عملکرد قابل قبول به دست آید.

۱۰-۲-۲-۲ برای تنظیم GC/MS، گاز را از یک مخزن حاوی ۴- بروموفلوئورو بنزن به وسیله یک سامانه تزریق نمونه شیر حلقوی وارد کنید. یک طیف جرمی با پیش زمینه تصحیح شده از ۴- بروموفلوئورو بنزن تهیه کرده و بررسی کنید که همه معیارهای فراوانی یون کلیدی برآورده شده باشد. الزامات کالیبراسیون بروموفلوئورو بنزن در جدول ۴ آورده شده است. اگر معیارها به دست نیامده باشد آزمایشگر باید طیفسنج جرمی را تکرار کرده و آزمون را ادامه دهد تا همه معیارها به دست آید. برخی سامانه‌ها به نحوی طراحی شده‌اند که به صورت خودکار تنظیم شوند. در نتیجه این عمل، فرایند را تسهیل می‌کند.

۱۰-۲-۲-۳ اگر مشاهده گردد که فراوانی یون کلیدی هنگام بررسی و تنظیم جرمی ۴- بروموفلوئورو بنزن بیش از ۱۰٪ از فراوانی مطلق که طی تنظیم قبلی مشاهده شده متفاوت باشد، دستگاه را مجدداً تنظیم نمایید یا نمونه و گازهای کالیبراسیون را مجدداً آنالیز نمایید تا شرایط بالا به دست آید.

جدول ۴- یون های کلیدی ۴- بروموفلوئورو بنزن و معیار فراوانی یونی

جرم	معیار فراوانی یون
۵۰	٪ ۱۵ الی ٪ ۴۰ از جرم ۹۵
۷۵	٪ ۳۰ الی ٪ ۶۰ از جرم ۹۵
۹۵	بیک اصلی، فراوانی نسبی ٪ ۱۰
۹۶	٪ ۵ الی ٪ ۹ از جرم ۹۵
۱۷۳	کمتر از ٪ ۲ از جرم ۱۷۴
۱۷۴	بیشتر از ٪ ۵۰ از جرم ۹۵
۱۷۵	٪ ۵ الی ٪ ۹ از جرم ۹۵
۱۷۶	بیشتر از ٪ ۹۵ و کمتر از ٪ ۱۰۱ از جرم ۱۷۴
۱۷۷	٪ ۵ الی ٪ ۹ از جرم ۱۷۶

۱۰-۲-۲-۴ استاندارد تنظیم GC/MS ممکن است برای تشخیص عملکرد GC و یک استاندارد داخلی به کار رود.

۱۰-۲-۳ کالیبراسیون GC/MS

۱۰-۳-۲-۱ کالیبراسیون اولیه- ابتدا یک کالیبراسیون دینامیکی چند نقطه‌ای (سه یا پنج سطح به اضافه هوای بدون رطوبت) روی سامانه GC-MS قبل از آنالیز نمونه به کمک یک سامانه کالیبراسیون انجام می‌شود (به شکل ۴ مراجعه شود). سامانه کالیبراسیون، استانداردهای قابل ردیابی موسسه بین‌المللی استاندارد و تکنولوژی، یا

استانداردهای سازمان حفاظت از محیط زیست، برای مخازن دارای فشار (شامل مخلوطی از ترکیبات آلی فرار هدف در غلظت‌های اسمی ۱۰ ppm حجمی در نیتروژن (به بند ۸-۲ مراجعه شود)) را به عنوان استانداردهای اجرایی که با هوای بدون رطوبت رقیق می‌شوند، به کار می‌برد. محتوی مخازن استاندارد در حال کار با دبی ۲ ml/min در داخل محفظه مخلوط کننده‌ی گرم، اندازه‌گیری شده و در آن جا با بخار گاز هوای بدون رطوبت مخلوط می‌شوند تا به مخلوط کالیبراسیون ۱۰ ppbv برای هر ترکیب برسند (به شکل ۴ مراجعه شود). به این مخلوط استاندارد اجازه داده می‌شود که جریان پیدا کرده و به مدت حداقل ۲۴ h به تعادل برسد. پس از زمان تعادل، مخلوط استاندارد گاز به وسیله سامانه GC/MS در زمان واقعی، نمونه‌برداری می‌شود (به بند ۷-۳-۱ مراجعه شود).

نتایج آنالیزها میانگین‌گیری شده و ارزیابی دبی با استفاده از مقادیر دبی جرمی انجام شده و غلظت در مقایسه با مقادیر به دست آمده محاسبه می‌گردد. پس از این که GC/MS در سه یا پنج غلظت، کالیبره شد، نمونه هوای بدون رطوبت از داخل سامانه عبور داده شده و آنالیز می‌شود. آزمون هوای بدون رطوبت جهت صحت‌گذاری این که سامانه GC/MS تمیز بوده است (کمتر از ۰٫۲ ppbv از ترکیبات هدف) انجام می‌شود.

یادآوری ۱۷- رویه‌های جایگزین برای تولید استانداردهای کالیبراسیون تا زمانی که محدوده کالیبراسیون (صفر الی ۱۰۰۰ ppbv) بوده و رطوبت به دقت حفظ شود، قابل قبول می‌باشد.

۱۰-۲-۳-۲- به عنوان جایگزین، کالیبراسیون استاتیک رطوبت چند نقطه‌ای (سه تا پنج سطح به اضافه هوای بدون رطوبت) می‌تواند در سامانه GC/MS به کار رود. طی آنالیزهای کالیبراسیون استاتیک رطوبت، سه کانیستر رویین شده هر کدام در غلظت‌های مختلف بین ۱ ppbv الی ۲۰ ppbv از یک لوله چند شاخه‌ای کالیبراسیون با استفاده از آرایه پمپ و کنترل دبی جرمی پر می‌شوند (به شکل ۴ (پ) مراجعه شود). سپس کانیسترها به GC/MS منتقل می‌شوند تا به عنوان استانداردهای کالیبراسیون به کار روند. کانیسترها با MS در روش SIM آنالیز می‌شوند. هر آنالیز دو بار انجام می‌شود. زمان نگه‌داری مورد انتظار و فراوانی یونی (به جداول ۴ و ۵ مراجعه شود) برای صحت‌گذاری عملکرد صحیح سامانه GC/MS به کار می‌رود. پارامتر پاسخ کالیبراسیون برای هر نمونه تعیین شده و در جدول ۵ نشان داده شده است.

۱۰-۲-۳-۳- کالیبراسیون عادی- سامانه GC/MS به صورت روزانه و با کالیبراسیون یک نقطه‌ای (و قبل از هر آنالیز نمونه) کالیبره می‌شود. سامانه GC/MS یا با فرایند کالیبراسیون دینامیک (به شکل ۴ مراجعه شود) یا با یک کانیستر رویین شده‌ی ۶ L که با استانداردهای کالیبراسیون رطوبت از لوله چند شاخه‌ای کالیبراسیون پر شده است کالیبره می‌گردد (به بند ۱۰-۲-۳-۲ مراجعه شود). پس از کالیبراسیون تک نقطه‌ای، سامانه تجزیه‌ای GC/MS با یک بخار گاز بدون رطوبت مقایسه می‌شود تا اطمینان حاصل شود که سامانه تجزیه‌ای به مقدار مشخص برسد (کمتر از ۰٫۲ ppbv از مواد آلی انتخاب شده).

۱۰-۳ فرایند تجزیه‌ای

۱-۳-۱۰ دریافت کانیستر

۱-۳-۱۰-۱ شرایط کلی هر کانیستر نمونه مشاهده می‌شود. هر کانیستر باید با یک برچسب شناسایی نمونه دریافت شود.

۱-۳-۱۰-۲ هر کانیستر در یک گزارش روزانه آزمایشگاهی ثبت می‌شود. همچنین روی برچسب شناسایی، تاریخ و دریافت کننده یادداشت می‌شود.

یادآوری ۱۸- یک گزارش شامل کاربرد و تاریخچه هر کانیستر بوده و باید نگهداری شود. این ثبت با تاریخ مربوطه این کمک را می‌کند که کانیسترهای به کار رفته برای نمونه‌برداری اصلی با کانیسترهای به کار رفته برای هوای داخلی اتاق یا دمای متعارف مخلوط نمی‌شوند.

نمونه‌های به کار رفته برای استانداردهای سطح بالا یا ترکیبات آلی فرار سطح بالا، باید علامت‌دار شوند تا بررسی‌های مربوط به شاهد پس از آنالیز نمونه انجام گیرد.

۱-۳-۱۰-۳ فشار کانیستر با اتصال یک سنج فشار به دهانه کانیستر بررسی می‌شود. شیر کانیستر مختصراً باز شده و فشار (بر حسب psig و kPa) ثبت می‌گردد.

جدول ۵- پارامترهای پاسخ (شمارش (سطح / ppbv)) و زمان بازداری مورد انتظار برای ترکیب تجزیه ای
GC-MS-SIM

ترکیبات	پارامترهای پاسخ (شمارش (سطح / ppbv))	زمان بازداری مورد انتظار (بر حسب دقیقه)
فرئون ۱۲	۰,۶۷۰۵	۵,۰۱
متیل کلرید	۴,۰۹۳	۵,۶۴
فرئون ۱۱۴	۰,۴۹۲۸	۶,۵۵
وینیل کلرید	۲,۳۴۳	۶,۷۱
متیل برومید	۲,۶۴۷	۷,۸۳
اتیل کلرید	۲,۹۵۴	۸,۴۳
فرئون ۱۱	۰,۵۱۴۵	۹,۸۷
وینیلیدن کلرید	۱,۰۳۷	۱۰,۹۳
دی کلرو متان	۲,۳۵۵	۱۱,۲۱
تری کلرو تری فلوئورو اتان	۰,۹۰۳۱	۱۱,۵۰
۱و۱- دی کلرو اتان	۱,۲۷۳	۱۲,۵۰
سیس-۱و۲- دی کلرو اتیلن	۱,۳۶۳	۱۳,۴۰
کلروفرم	۰,۷۹۱۱	۱۳,۷۵
۲و۱- دی کلرو اتان	۱,۰۱۷	۱۴,۳۹
متیل کلروفرم	۰,۷۰۷۸	۱۴,۶۲
بنزن	۱,۲۳۶	۱۵,۰۴
تترا کلرید کربن	۰,۵۸۵۰	۱۵,۱۸
۱و۲- دی کلرو پروپان	۲,۴۰۰	۱۵,۸۳
تری کلرو اتیلن	۱,۳۸۳	۱۶,۱۰
سیس- ۱و۳- دی کلرو پروپن	۱,۸۷۷	۱۶,۹۶
ترانس- ۱و۳- دی کلرو پروپن	۱,۳۳۸	۱۷,۴۹
۱و۱و۲- تری کلرو اتان	۱,۸۹۱	۱۷,۶۱
تولوئن	۰,۹۴۰۶	۱۷,۸۶
۲و۱- دی برومو اتان	۰,۸۶۲	۱۸,۴۸
تترا کلرو اتیلن	۰,۷۳۵۷	۱۹,۰۱
کلرو بنزن	۰,۸۵۵۸	۱۹,۷۳
اتیل بنزن	۰,۶۲۴۳	۲۰,۲۰
متا و پارا- گزین	۰,۷۳۶۷	۲۰,۴۱
استایرن	۱,۸۸۸	۲۰,۸۰
۱و۱و۲و۲- تترا کلرو اتان	۱,۰۳۵	۲۰,۹۲
اورتو- گزین	۰,۷۴۹۸	۲۰,۹۲
۴- اتیل تولوئن	۰,۶۱۸۱	۲۲,۵۳
۱و۳و۵- تری متیل بنزن	۰,۷۰۸۸	۲۲,۶۵
۱و۲و۴- تری متیل بنزن	۰,۷۵۲۶	۲۳,۱۸
متا- دی کلرو بنزن	۰,۹۶۴۳	۲۳,۳۱
بنزین کلرید	۱,۴۲۰	۲۳,۳۲
پارا- دی کلرو بنزن	۰,۸۹۱۲	۲۳,۴۱
اورتو- دی کلرو بنزن	۱,۰۰۴	۲۳,۸۸
۱و۲و۴- تری کلرو بنزن	۲,۱۵۰	۲۶,۷۱
هگزا کلرو بوتادین	۰,۴۱۱۷	۲۷,۶۸

یادآوری ۱۹- اگر فشار، کمتر از ۸۳ kPa باشد، کاربر ممکن است بخواهد فشار کانیستر را با استفاده از نیتروژن با خصوص بالا تا ۱۳۷ kPa بالا ببرد تا اطمینان حاصل کند که نمونه کافی برای آنالیز خواهد داشت. با این حال بالا بردن فشار کانیستر می‌تواند موجب خطای اضافی شده و محدوده شناسایی کمینه را افزایش دهد. کاربر باید توجه داشته باشد که این محدودیت‌ها بخشی از اهداف برنامه او قبل از بالا بردن فشار است. فشار نهایی مخزن ثبت می‌شود.

۱۰-۳-۱-۴ اگر فشار کانیستر افزایش یابد، یک عامل رقیق‌سازی، محاسبه گردیده و در برگه داده‌های نمونه- برداری ثبت می‌شود:

$$DF = Y_a/X_a \quad (۳)$$

که در آن:

X_a برابر است با فشار مطلق کانیستر قبل از رقیق‌سازی، بر حسب kPa, psig
 Y_a برابر با فشار مطلق کانیستر بعد از رقیق‌سازی بر حسب kPa, psig می‌باشد.
پس از آنالیز نمونه، غلظت‌های ترکیبات آلی فرار شناسایی شده، در عامل رقیق‌سازی ضرب می‌شود تا غلظت در هوای نمونه به دست آید.

۱۰-۳-۲ GC/MS-SCAN - آنالیز SIM

۱۰-۳-۲-۱ هنگامی که MS در مدِ روبش کامل قرار گیرد، تمامی یون‌ها به منظور پایش، بین پنجره‌های پایش تنظیم، روبش می‌شوند. طیف جرمی مشخصه هر ترکیب یا گروهی از ترکیبات که به آشکارساز MS می‌رسد، ثبت شده و می‌تواند برای شناسایی کیفی و کمی مورد استفاده قرار گیرد. در مدِ عملکردی SIM، طیف‌سنج جرمی، تنها یون‌های از پایش انتخاب شده را به جای روبش همه جرم‌ها و به طور پیوسته بین دو محدوده جرمی پایش می‌کند. در نتیجه حساسیت بیشتر و آنالیز کمی بهتر، می‌تواند با مصرف ترکیبات ناشناخته‌ی مشخص کننده کیفی به دست آید.

۱۰-۳-۲-۲ سامانه تجزیه‌ای باید به طور مناسب مونتاژ شود. هوای بدون رطوبت باید مورد استفاده قرار گرفته و سامانه باید برای اندازه گیری دقیق ترکیبات آلی فرار کالیبره گردد.

۱۰-۳-۲-۳ کنترل کننده جریان جرمی، بازرسی شده و به نحوی تنظیم می‌گردد که سرعت‌های جریان صحیح را برای سامانه نشان دهد.

۱۰-۳-۲-۴ کانیستر نمونه به دهانه سامانه تجزیه‌ای GC/MS-SCAN یا GC/MS-SIM متصل می‌شود. برای نمونه‌های دارای فشار، یک کنترل کننده دبی روی کانیستر قرار، و گرفته شیر کانیستر باز شده و جریان کانیستر به داخل دهانه T شکل و سامانه تجزیه‌ای (۷۵ ml/min) خلاء می‌شود. این عمل به گونه‌ای رخ می‌دهد که سامانه دهانه تا شیر تزریق نمونه به همراه شش دهانه خروجی، به وسیله گاز نمونه (نوعاً ۴۰ ml) و با جریان

سریع شسته شود. تله برودتی، متصل شده و به گونه‌ای تنظیم می‌شود که تا زمانی که توسط مخلوط سرمازا خنک می‌شود، درست عمل کند.

یادآوری ۲۰- دبی به اندازه به دست آوردن حجم کافی از نمونه مهم نمی‌باشد.

۱۰-۳-۲-۵ نمونه‌هایی که دارای فشار زیر فشار متعارف هستند، به طور مستقیم به دهانه متصل می‌شوند. دبی نمونه در کانیستر کنترل می‌شود تا به نمونه هوا اجازه دهد که از بخش غلیظ به بخش خالی (با فشار پایین) در پایین مخزن عبور کند. افزایش فشار در پایین مخزن، اغلب برای پایش حجم نمونه که از داخل حلقه عبور می‌کند، به کار می‌رود.

۱۰-۳-۲-۶ آن GC تله برودتی (محل تزریق) به ترتیب در 50°C و 178°C - خنک می‌شوند.

۱۰-۳-۲-۷ به محض این که تله برودتی به پایین‌ترین نقطه تنظیم در 178°C - برسد، شیرهای کروماتوگرافی با ورودی شش نقطه‌ای جهت جمع‌آوری نمونه شروع به کار می‌کند.

۱۰-۳-۲-۸ زمان جمع‌آوری ده دقیقه‌ای برای کانیستر نمونه به کار می‌رود.

یادآوری ۲۱- بسته به حساسیت واحد آشکارساز جرمی و غلظت و آنالیت‌ها در نمونه هدف، کانیسترهای کوچک‌تر یا بزرگ‌تر برای آنالیز به کار می‌رود.

۱۰-۳-۲-۹ پس از این که نمونه در یک تله برودتی پیش تغلیظ شد، شیر نمونه بردار GC به موقعیت دهانه چرخانده می‌شود و تله برودتی گرم می‌گردد. آنالیت‌های به تله افتاده، در اثر گرما روی سر ستون مویینه واجذب می‌شود. آن GC برنامه‌ریزی می‌شود تا در 50°C - و پس از گذشت ۲ min، شروع به گرم شدن تا 150°C با سرعت $8^{\circ}\text{C} / \text{min}$ نماید.

۱۰-۳-۲-۱۰ به محض تزریق نمونه به ستون، به سامانه MS توسط رایانه علامت داده می‌شود تا جمع‌آوری داده را شروع کند. در مد روبش، گاز حامل عبوری از منبع طیف‌سنج جرمی از 38 amu الی 250 amu با سرعت تکرار شونده $1/5 \text{ HZ}$ روبش می‌شود. این، معادل شش روبش در پیک کروماتوگرافی شویش^۱ می‌باشد.

۱۰-۳-۲-۱۱ آنالیز تکی در سه فاز انجام می‌شود: جمع‌آوری داده‌ها، پردازش و گزارش داده‌ها.

۱۰-۳-۲-۱۲ شناسایی اولیه بر اساس زمان بازداری و وفور نسبی یون‌های شویشی در مقایسه با طیف‌های ذخیره شده روی هارددیسک رایانه مربوط به داده‌های GC/MS اتفاق می‌افتد.

در سامانه SIM، نرم‌افزار جمع‌آوری داده تنظیم می‌شود تا اجزاء ترکیب ویژه را در زمان‌های ویژه مربوط به آنالیز پایش کند. پردازش داده‌ها هم‌زمان با برنامه بعدی که به طور خودکار پس از جمع‌آوری داده انجام می‌شود، در پایان آزمون GC کامل می‌شود. پروفیل‌های یون به دست آمده استخراج می‌شود. پیک‌ها شناسایی شده و

1- Elute

جمع‌آوری می‌شود و یک گزارشِ تجمیعی با نرم‌افزار رایانه ای ایجاد می‌شود. یک کروماتوگرام یونی با استفاده از برنامه به دست آمده و پارامتر مورد نیاز مثل زمان، تاریخ و مقادیر ثابت چاپ می‌گردد. با تکمیل برنامه، نرم‌افزار گزارش‌دهی داده‌ها، حاصل می‌شود. یک جدولِ کالیبراسیون مناسب، از برنامه گزارش داده‌های موجود در هارددیسک رایانه، مجدداً ایجاد شده و زمان نگه‌داری و پارامترهای پاسخ به فایل جمع‌آوری برنامه ماکرو اعمال می‌شود. با مراجعه به معیارهای پذیرشی که از قبل تعیین شده‌اند، پیک‌ها به طور خودکار شناسایی شده و مقادیر کمی و خلاصه گزارش نهایی آماده می‌شوند.

۱۰-۳-۲-۱۳ غلظت (بر حسب ppbv) با استفاده از پارامترهای منتشر شده قبلی (به بند ۱۰-۲-۳-۲ مراجعه شود) که در جدول ۵ نشان داده شده است، محاسبه می‌گردد.

یادآوری ۲۲- اگر کانیستر قبل از آنالیز رقیق شود، در این صورت با به کار گیری ضریب مناسب، این رقیق‌سازی اصلاح می‌گردد (به بند ۱۰-۳-۱-۴ مراجعه شود).

۱۰-۳-۲-۱۴ در یک آنالیز نوعی، به طور تقریب مدت ۶۴ min برای هر آنالیز نمونه، ۱۵ min برای شروع سامانه، ۱۴ min برای جمع‌آوری نمونه، ۳۰ min برای آنالیز و ۵ min برای متعادل‌سازی بعدی که طی آن گزارش چاپ می‌شود، زمان نیاز دارد.

۱۱ تمیز کردن و برنامه صحه‌گذاری

۱-۱۱ تمیز کردن کانیستر و صحه‌گذاری

۱-۱-۱۱ تمامی کانیستر باید تمیز شده و قبل از جمع‌آوری نمونه از هر نوع آلودگی عاری شود.

۱-۱-۱۱ کانیستر با افزایش فشار آن تا حدود ۲۰۰ kPa به وسیله هوای بدون رطوبت، تحت آزمون نشتی قرار می‌گیرند.

یادآوری ۲۳- سامانه تمیز کردن کانیستر در شکل ۳ می‌تواند به این منظور به کار رود. فشار اولیه اندازه‌گیری شده و شیر کانیستر بسته می‌شود. فشار نهایی پس از گذشت ۲۴ h بررسی می‌شود. اگر نشتی وجود نداشته باشد، فشار نباید بیش از $\pm 13/8 \text{ kPa}$ در بازه زمانی ۲۴ h تغییر کند.

۱-۱-۱۱ سامانه تمیز کننده کانیستر می‌تواند مطابق با شکل ۳ ساخته شود. مخلوط سرمازا به هر دو پمپ خلأ و تله های تولید هوای بدون رطوبت اضافه می‌شود. کانیسترها به لوله چند شاخه ای متصل شده و شیر قطع کننده خروجی و شیرهای کانیستر باز می‌شوند تا هر نوع فشار باقیمانده در کانیسترها خارج شود. پمپ خلأ شروع به کار کرده و سپس شیر قطع کننده خروجی بسته شده و شیر قطع کننده خلأ باز می‌شود. کانیسترها در کمتر از یک ساعت تا میزان کمتر از $0/0064 \text{ kPa}$ خلأ می‌شوند.

یادآوری ۲۴- روزانه یا در صورت نیاز، تله های برودتی باید با هوای بدون رطوبت خلاء شوند تا آب به تله افتاده طی فرایند چرخه تمیز کردن کانیستر قبلی زدوده شود.

۱۱-۱-۴ شیرهای قطع کننده سنجه خلأ/ فشار، بسته شده و شیر قطع کننده هوای بدون رطوبت باز می شود تا کانیسترها با هوای بدون رطوبت به فشاری تا حدود ۲۰۰ kPa برسند. اگر یک سامانه مولد گاز بدون رطوبت به کار رود، ممکن است نیاز به این باشد که برای حفظ کیفیت هوای بدون رطوبت، دبی محدود نگه داشته شود.

۱۱-۱-۵ شیر قطع کننده، بسته شده و اجازه داده می شود که کانیستر تا فشار اتمسفر برسد. شیر قطع کننده خروجی بسته شده و مراحل ۱۱-۱-۳ الی ۱۱-۱-۵، به تعداد بالاتر از دو مرتبه به صورت سه مرتبه چرخه‌ی تخلیه‌ای، برای هر سری از کانیسترها تکرار می شود.

۱۱-۱-۶ در پایان هر چرخه‌ی خلاء و افزایش فشار، فشار کانیستر تا فشار ۲۰۰ kPa به وسیله هوای بدون رطوبت بالا می رود. کانیستر را با سامانه آنالیز GC/MS یا GC-FID-ECD آنالیز کنید. کانیستری که عملیات پاک‌سازی روی آن انجام نشده باشد (در مقایسه با آنالیز مستقیم هوای بدون رطوبت با استفاده از ترکیبات آلی فرار هدف گذاری شده با غلظت کمتر از ۰/۲ ppbv) نباید مورد استفاده قرار گیرد. بررسی کنید که هوای بدون رطوبت به مقدار ۱۰۰٪ در کانیستر پر شده، و کانیستر قابل اطمینان باشد (کمتر از ۰/۲ ppbv مربوط به ترکیبات آلی فرار هدف). بررسی شاهد ممکن است نشان دهنده کاهش درصد یک مجموعه مربوط به کانیستر بوده و معیار شاهد، تمامی مشخصات مجموعه را نشان دهد.

۱۱-۱-۷ کانیستر را مجدداً به یک لوله‌ی چند شاخه‌ای متصل کرده و تا فشار کمتر از ۰/۱۰۰۶۴ kPa آن را خالی کنید. شیر کانیستر را بسته و کانیستر را از سامانه تمیز کننده جدا نمایید. درب کانیستر را با یک درپوش از جنس فولاد ضد زنگ ببندید. در این مرحله کانیستر برای جمع‌آوری هر نوع نمونه آماده می باشد. یک برچسب شناسایی را به قسمت گردن کانیستر بچسبانید تا یادداشت‌های میدانی و مسائل مربوط به کنترل و حفاظت را روی آن یادداشت کنید. کانیستر را تا زمان استفاده در این شرایط نگاه دارید.

۱۱-۱-۸ به عنوان یک انتخاب در روش اجرایی تمیز کردن هوای بدون رطوبت، کانیستر را در یک آون هم دمای کمتر از ۱۰۰ °C با استفاده از دستگاهی که در بند ۱۱-۱-۳ شرح داده شد، گرم کنید.

یادآوری ۲۵- برای نمونه‌برداری مخلوط‌های مربوط به ترکیبات آلی فرار سنگین‌تر و پیچیده‌تر، کانیستر مطابق با مراحل ۱۱-۱-۳ الی ۱۱-۱-۷ تا دمای ۲۵۰ °C گرم می شود. شیرهای کانیستر نباید طی این فرایند پاک‌سازی، گرم شوند. به محض گرم شدن، کانیسترها تا فشار ۰/۱۰۰۶۴ kPa خلاء می شوند. در پایان چرخه گرم کردن/ خلاء کردن، فشار کانیسترها را با هوای بدون رطوبت، بالا برده و با فرایندهای تصریح شده در این استاندارد آنالیز کنید. کانیسترهایی که تحت عملیات پاک‌سازی قرار نگرفته باشند (کمتر از ۰/۲ bbpv از ترکیبات هدف گذاری شده) نباید مورد استفاده قرار گیرند. پس از عملیات پاک‌سازی، کانیسترها را تا ۰/۱۰۰۶۴ kPa یا کمتر، خلاء کرده و تا زمان استفاده در حالت خلاء نگاه دارید. گرم کردن مجدد کانیسترها ممکن است سطح عملیاتی شده کانیسترها را تخریب کرده و در نتیجه تخریب زودرس نمونه‌ها ممکن است اتفاق بیفتد. بررسی متناوب (سالانه) پایداری استانداردهای کالیبراسیون باید در کانیسترهایی که مکرراً عملیات گرمایشی روی آن‌ها انجام شده است، صورت پذیرد.

۲-۱۱ صحنه‌گذاری و پاک‌سازی سامانه نمونه‌برداری

۱-۲-۱۱ پاک‌سازی اجزای سامانه نمونه‌برداری

۱-۱-۲-۱۱ اجزاء نمونه‌برداری از هم جدا شده و قبل از نمونه‌برداری پاک‌سازی می‌شوند. قسمت‌های غیرفلزی با آب غیر یونی با درجه خلوص HPLC شسته شده و در آونِ خلأ در دمای 50°C خشک می‌شوند. قسمت‌هایی که از جنس فولاد ضد زنگ باشند به همراه درپوش‌ها با قرار گرفتن در بشر حاوی هگزان در حمام فراصوتی به مدت ۱۵ min پاک‌سازی می‌شوند. این فرایند با متانول به عنوان حلال، مجدداً تکرار می‌شود.

۲-۱-۲-۱۱ اجزاء آب غیر یونی با درجه خلوص HPLC شسته شده و در آونِ خلأ در دمای 100°C به مدت ۱۲ h الی ۲۴ h خشک می‌شوند.

۳-۱-۲-۱۱ به محض این که نمونه‌بردار، مونتاژ شود، کل سامانه با هوای بدون رطوبت به مدت ۲۴ h پاک‌سازی می‌شود.

۲-۲-۱۱ صحنه‌گذاری هوای بدون رطوبت

۱-۲-۲-۱۱ در صورتی که برای هر ترکیب، عناصر هدف‌گذاری شده در آن ترکیب به مقدار کمتر از ۰٫۲ ppbv اندازه‌گیری شود در این شرایط، آزمون بخارِ هوای مرطوب با خلوص بالا به کار می‌رود. پاک‌سازی سامانه نمونه‌برداری به همراه آزمون نمونه‌بردار، با استفاده از هوای بدون رطوبت و یک کانیستر خالی شده به شکل زیر انجام می‌شود.

۲-۲-۲-۱۱ سامانه کالیبراسیون و لوله چند شاخه ای مطابق شکل ۴ مونتاژ می‌شود. نمونه‌بردار (با یک کانیستر نمونه‌برداری خلاء شده) به لوله چند شاخه ای متصل شده و مخزن هوای بدون رطوبت فعال می‌شود تا بخارِ گازِ مرطوب (2 L/min) را به لوله چند شاخه ای کالیبراسیون تولید کند.

۳-۲-۲-۱۱ بخارِ گازِ بدون رطوبت از لوله چند شاخه ای کالیبراسیون، در سامانه نمونه‌برداری عبور کرده و در یک کانیستر نمونه‌برداری خلاء شده ی تمیز جمع‌آوری می‌شود. اگر نمونه‌بردار، آزمونِ هوای بدون رطوبت را با موفقیت بگذراند، با استانداردهای گاز کالیبراسیون حاوی ترکیباتِ آلی فرار انتخاب شده، در سطوح غلظتی مورد انتظار در نمونه‌برداری میدانی (به عنوان مثال ۵ ppbv الی ۲۰ ppbv) و مطابق با بند ۳-۲-۱۱، تحت آزمون قرار می‌گیرد.

یادآوری ۲۶- برای صرفه‌جویی در زمان استفاده از GC/MS، به عنوان، یک جایگزین ممکن است سامانه GC-FID-ECD برای آنالیز کانیستر با استفاده از استانداردهای تأیید شده مورد استفاده قرار گیرد. چنین سامانه ای باید شامل فصل مشترک غلظتِ نمونه برابر با موردی که برای آنالیز GC/MS به کار می‌رود (به بند ۳-۱۰ مراجعه شود) باشد. همچنین آن باید با استفاده از استانداردهای تهیه شده به همان روشی که برای آنالیز GC/MS به کار می‌رود، کالیبره گردد. زمان نگهداری، با استفاده از ترکیباتِ استاندارد شناخته شده صحنه‌گذاری می‌گردد.

۱۱-۲-۳ صحه‌گذاری سامانه نمونه‌برداری با استانداردهای گاز کالیبراسیون مرطوب

۱۱-۲-۳-۱ سامانه کالیبراسیون پویا و لوله چند شاخه‌ای را مطابق شکل ۴ مونتاژ کنید.

یادآوری ۲۷- لوله چند شاخه‌ای صحه‌گذاری شده، در فرایند نمونه‌برداری برای صحه‌گذاری اغلب با ترکیبات خاصی، آلوده خواهد شد. لوله چند شاخه‌ای مجزا باید برای صحه‌گذاری و در معرض قرارگیری نسبت به گاز کالیبراسیون مرطوب، مورد استفاده قرار گیرد تا از بروز خطا در نتایج در نتیجه انتقال ترکیبات در لوله چند شاخه‌ای آزمون، جلوگیری شود. به طور جایگزین، یک لوله‌ی چند شاخه‌ای هم می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد لیکن، این لوله باید قبل از شروع آزمون صحه‌گذاری، کاملاً تمیز گردد.

یادآوری ۲۸- اجزاء لوله چند شاخه‌ای و تنظیم‌کننده‌های جریان باید طی مراحل صحه‌گذاری استانداردهای گاز کالیبراسیون مرطوب، گرم شوند تا از بخار شدن کامل گاز ترکیبات درگیر، اطمینان حاصل شود.

۱۱-۲-۳-۲ با استفاده از نمونه‌برداری بخار گاز مرطوب و بدون استانداردهای کالیبراسیون گاز، با به کارگیری یک کانیستر تمیز و صحه‌گذاری شده (به بند ۱۱-۱ مراجعه شود) تأیید کنید که سامانه کالیبراسیون تمیز می‌باشد (کمتر از ۰٫۲ ppbv از ترکیبات هدف گذاری شده).

۱۱-۲-۳-۳ سامانه کالیبراسیون پویا پس از مونتاژ، اگر کمتر از ۰٫۲ ppbv از ترکیبات هدف در داخل آن یافت شود، صحه‌گذاری می‌شود.

۱۱-۲-۳-۴ برای تولید استانداردهای کالیبراسیون مرطوب، مخازن گاز کالیبراسیون (به بند ۸-۲ مراجعه شود) حاوی غلظت‌های اسمی ۱۰ ppm درصد حجمی نیتروژن ترکیبات آلی فرار انتخابی، به سامانه کالیبراسیون متصل می‌شوند. مخازن گاز، باز شده و مخلوط‌های گازی با دبی صفر تا ۵۰ ml/min، از کنترل‌کننده‌های دبی عبور داده می‌شود تا مقادیر ppbv از استانداردهای کالیبراسیون تولید شود.

۱۱-۲-۳-۵ پس از رسیدن به زمان تعادل مناسب، سامانه نمونه‌برداری (شامل یک کانیستر خلاء شده و صحه‌گذاری شده) را مطابق با شکل ۴ به لوله چند شاخه‌ای متصل کنید.

۱۱-۲-۳-۶ از بخار گاز کالیبراسیون پویا و با استفاده از سامانه نمونه‌برداری، مطابق با بند ۹-۲ نمونه‌برداری کنید.

۱۱-۲-۳-۷ همزمان با عملیات سامانه نمونه‌برداری، پایش زمان واقعی مربوط به بخار گاز کالیبراسیون، با جمع‌آوری یک نمونه کانیستر که به طور مستقیم به یک کنترل‌کننده دبی و خط تغذیه گاز آزمون صحه‌گذاری، متصل شده است، انجام می‌شود. آنالیز این نمونه باید برای تأیید غلظت گاز استاندارد که به نمونه بردارها منتقل شده است، انجام شده و صحه‌گذاری گردد.

۱۱-۲-۳-۸ در پایان زمان نمونه‌برداری (به طور معمول، همان زمانی که برای نمونه‌برداری پیش‌بینی شده است)، کانیستر سامانه نمونه‌برداری، آنالیز شده و نتایج با کانیستر مرجع مقایسه می‌شود تا در صورتی که غلظت ترکیبات آلی فرار هدف گذاری شده با سامانه نمونه‌برداری افزایش یا کاهش یافته باشد، مشخص گردد.

۱۱-۲-۳-۹ به طور متوسط، بازیافتی بین ۸۵٪ الی ۱۱۵٪ برای تقریباً همه ترکیبات آلی فرار هدف گذاری شده، انتظار می رود. میزان بازیافت ترکیبات منفرد برای صحت‌گذاری، باید بین ۸۰٪ الی ۱۲۰٪ باشد.

۱۲ معیار عملکرد و تضمین کیفیت

۱۲-۱-۱ روش‌های اجرایی عملیات استاندارد^۱

روش‌های اجرایی عملیات استاندارد باید با شرح و مستندسازی لازم در هر آزمایشگاه، طبق فعالیت‌های زیر انجام گیرد:

- ۱- مونتاژ، کالیبراسیون، بررسی نشتی و عملیات سامانه نمونه‌برداری ویژه و تجهیزات مورد استفاده
 - ۲- تهیه، نگهداری، حمل و نقل و بررسی نمونه‌ها
 - ۳- مونتاژ، بررسی نشتی، کالیبراسیون و عملیات سامانه تجزیه‌ای، با مشخص کردن تجهیزات ویژه‌ی به کار رفته
 - ۴- نگهداری و پاک‌سازی کانیستر
 - ۵- همه جنبه‌های ثبت شده و عملیات، شامل فهرستی از سخت‌افزارها و نرم‌افزارهای رایانه‌ای به کار رفته
- ۱۲-۱-۲ دستورالعمل‌های مرحله به مرحله باید در فرایندهای عملیاتی استاندارد، تهیه شده و قابل فهم و استفاده برای پرسنل آزمایشگاه باشند.

۱۲-۲ روش خطی بودن و دقت نسبی

۱۲-۲-۱ دقت، با تزریق استانداردهای ترکیبات آلی فرار (به بند ۸-۲ مراجعه شود) می‌تواند از یک مخزن بازرسی به یک نمونه بردار تعیین شود. سپس، مقادیر برای ترکیباتی که در کانیستر بازرسی وجود دارد آنالیز شده و درصد دقت نسبی به صورت زیر محاسبه می‌گردد:

$$(۴) \quad \text{دقت نسبی بر حسب درصد} = (X-Y)/X \times 100$$

که در آن:

Y برابر است با غلظت ترکیب هدف که از نمونه بردار به دست آمده است.

X برابر است با غلظت ترکیب آلی فرار هدف گذاری شده در مخزن بازرسی EPA-CRM یا NIST-SRM

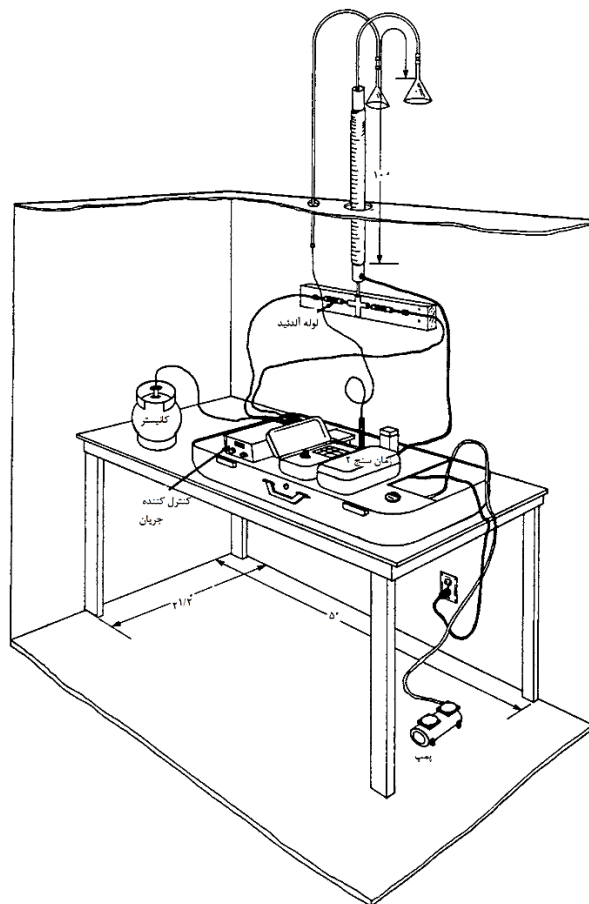
۱۲-۲-۲ اگر دقت نسبی در محدوده ۸۰٪ الی ۱۲۰٪ نباشد، نمونه بردار باید جدا شده و پس از پاک‌سازی، بر اساس فرایندهای صحت‌گذاری اولیه مطابق با بندهای ۱۱-۲-۲ و ۱۱-۲-۳، مجدداً صحت‌گذاری شود.

۱۲-۳ اصلاح روش

۱۲-۳-۱ نمونه‌برداری

1- Standard operating procedures

۱۲-۳-۱-۱ نمونه بردار آلاینده های سمی هوای شهری - سامانه نمونه برداری شرح داده شده در روش آزمون (به شکل ۱ مراجعه شود)، ممکن است مانند نمونه بردار مطرح شده در برنامه آلاینده های سمی هوای شهری EPA's FY-90 اصلاح شود (به شکل ۶ مراجعه شود).



شکل ۶- نمای سه بعدی از نمونه بردار برنامه آلاینده های سمی هوای شهری

۱۲-۳-۱-۲ آنالیز

۱- لوله داخلی مربوط به لوله چند شاخه ای کالیبراسیون را تا دمای 50°C گرم کنید (همان دمای چند شاخه ای کالیبراسیون) تا با این روش، از متراکم شدن روی دیواره داخلی سامانه جلوگیری شود.

۲- روش تجزیه ای برای این آزمون شامل شناسایی و اندازه گیری مقادیر کمی به روش GC/MS-SCAN یا مد SIM- می باشد. این روش شناسایی، حساس و خیلی ویژه می باشد. به دلیل این که سامانه ی آشکارساز ویژه (GC/MS-SCAN یا SIM-) خیلی پیچیده تر و گران قیمت تر از کاربرد آشکارسازهای غیر ویژه (GC-FID-ECD-PID) است، در نتیجه آزمایش گر ممکن است آنالیز تکمیلی و اندازه گیری مقدار کمی مربوط به ذرات ترکیبات آلی فرار را در نمونه ای که شامل ترکیبات قطبی است با استفاده از سامانه GC مجهز به چند آشکارساز (GC-FID-ECD-PID) را قبل از آنالیز GC/MS انجام دهد. سامانه ی مجهز به چند آشکارساز می-

تواند برای اندازه گیری مقدار کمی تخمینی به کار رود. سامانه (GC-FID-ECD-PID) یک تصویر لحظه ای از اجزاء متشکله نمونه را فراهم می آورد که به آزمایش گر امکان تعیین موارد زیر را می دهد.

الف- آیا اجزاء متشکله در محدوده کالیبراسیون آنالیز GC/MS-SCAN-SIM قرار می گیرد یا نیاز به رقیق سازی بیشتر دارد.

ب- آیا پیک های غیر منتظره ای وجود دارد که نیاز به شناسایی بیشتر از طریق GC/MS-SCAN داشته باشد یا آیا سامانه GC/MS-SIM برای آنالیز، مناسب می باشد.

۴-۱۲ تضمین کیفیت (به شکل ۷ مراجعه شود)

۱-۴-۱۲ سامانه نمونه برداری

۱-۴-۱۲-۱ برای تأیید سامانه نمونه برداری، انجام بند ۹-۲ نیاز به اندازه گیری های قبل و بعد از نمونه برداری با کنترل کننده دبی صحنه گذاری شده دارد.

۱-۴-۱۲-۲ بند ۱۱-۱ نیاز به آن دارد که همه کانیسترها، تحت آزمون فشار تا (14 ± 200) kPa در بازه زمانی ۲۴ h قرار گیرند.

۱-۴-۱۲-۳ بند ۱۱-۱ نیاز به این دارد که همه کانیسترها از طریق یک برنامه صحنه گذاری هوای مرطوب پاک سازی شوند (کمتر از ۰٫۲ ppbv از ترکیبات آلی فرار هدف گذاری شده).

۱-۴-۱۲-۴ بند ۱۱-۲-۲ نیاز به این دارد که همه سامانه های نمونه برداری، ابتدا از طریق برنامه صحنه گذاری هوای بدون رطوبت پاک سازی شده و صحنه گذاری گردند (کمتر از ۰٫۲ ppbv از ترکیبات آلی فرار هدف گذاری شده).

۱-۴-۱۲-۵ بند ۱۱-۲-۳ نیاز به این دارد که همه سامانه های نمونه برداری، صحنه گذاری گاز کالیبراسیون مرطوب [در سطح غلظت ترکیبات آلی فرار (به عنوان مثال ۰٫۵ ppbv الی ۲۰ ppbv)] را با درصد بازیافت بالاتر از ۹۰ را بگذرانند.

۱-۴-۱۲ معیار عملکرد سامانه GC/MS-SCAN-SIM

۱-۴-۱۲-۱ بند ۱۰-۲-۱ نیاز به این دارد که سامانه تجزیه ای GC/MS قبل از آنالیز نمونه از طریق صحنه گذاری هوای بدون رطوبت، پاک سازی شده و صحنه گذاری گردد.

۱-۴-۱۲-۲ بند ۱۰-۲-۲ نیاز به تنظیم GC/MS با ۴- برومو فلئوئورو بنزن و این که یون های کلیدی و معیار فراوانی یون مطابق با جدول ۴ را برآورده سازد، دارد.

۱-۴-۱۲-۳ بند ۱۰-۲-۳ نیاز به هر دو کالیبراسیون پایای رطوبت چند نقطه ای اولیه (سه سطح به انضمام هوای بدون رطوبت) و کالیبراسیون روزانه (تک نقطه ای) سامانه تجزیه ای GC/MS دارد.

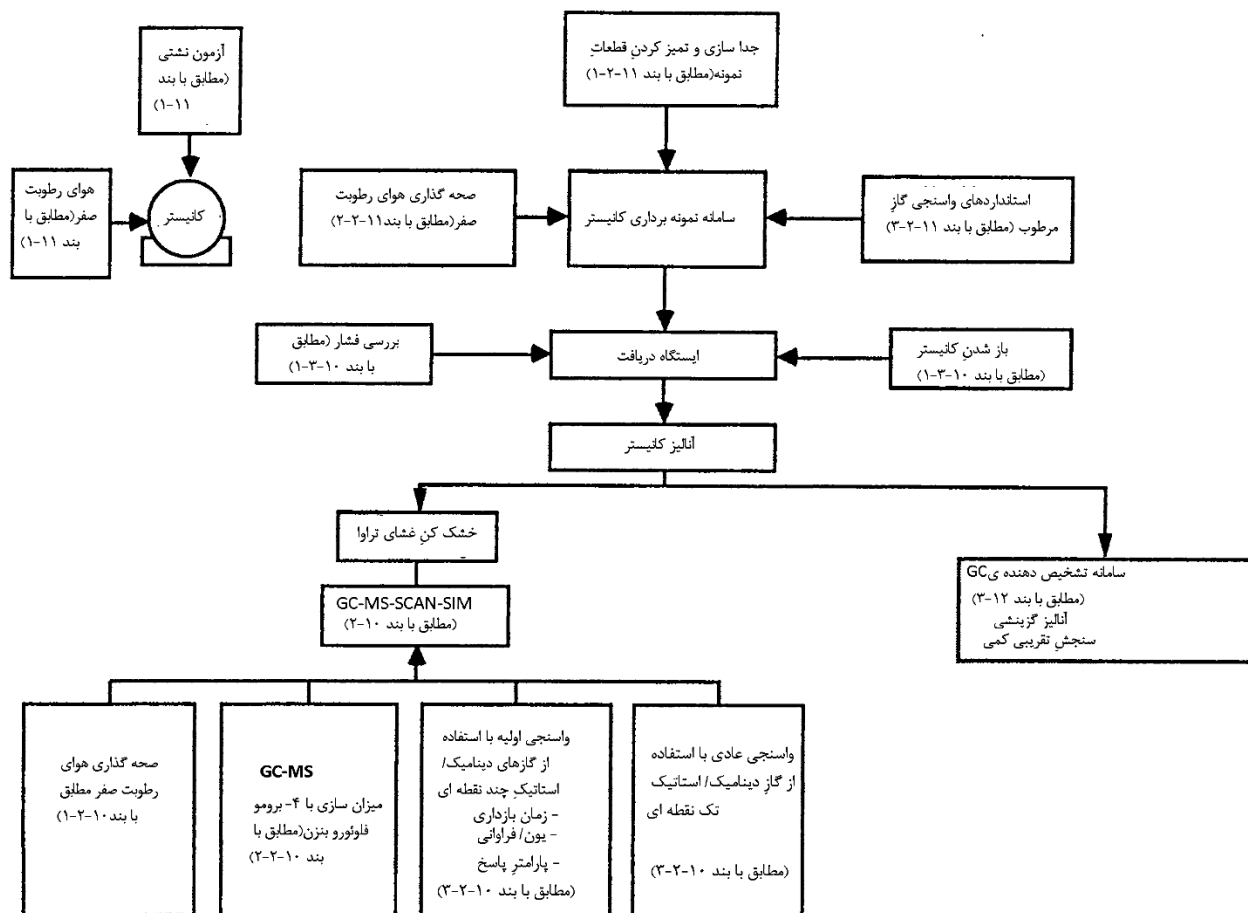
۱۲-۴-۲-۴ بند ۱۰-۲-۳-۳ نیاز به این دارد که یک بررسی کالیبراسیون در محدوده متوسط منحنی کالیبراسیون یک بار در هر روز و یا یک بار در هر هشت نمونه‌برداری انجام شود تا اطمینان حاصل شود که GC/MS هنوز معتبر بوده و تحت کنترل می باشد.

۱۳ دقت و انحراف

دقت تکرارپذیری آنالیز نمونه گازی، بسته به ترکیب آلی فرار اندازه گیری شده، تغییر خواهد کرد. دقت نوعی گزارش شده به صورت درصد ضریب تغییر^۱، باید برای اندازه گیری مقدار نمونه ثابت در یک بازه زمانی ۸ h، $\pm 30\%$ باشد. اگر آنالیز GC/MS به این مقدار نرسد یا بیشتر از آن باشد، دستگاه باید مجدداً تنظیم شده و دوباره کالیبره گردد. دقت اندازه‌گیری شده برای هفت بار آنالیز تکراری، در یک بازه زمانی ۱۰ h آنالیز شده و در جدول ۶ آورده شده است.

۱۳-۲ آزمون‌هایی برای اندازه‌گیری میزان انحراف مربوط به این فرایند، با نمونه‌ی بازرسی فرایند که توسط سازمان محیط زیست تهیه شده و با مراجعه به مخلوط گاز استاندارد اولیه که توسط موسسه استانداردهای بین‌المللی تهیه شده است، انجام گیرد. استانداردهای فرایند گاز مرطوب در سامانه GC/MS، مطابق با این استاندارد و با روش اجرایی زیر، بدون استفاده از خشک‌کن‌های غشای تراوا آنالیز شدند. چهار نمونه‌ی عملکرد در محدوده غلظتی ۲ ppbv الی ۱۰ ppbv در یک بازه ده ماهه تحت آنالیز قرار گرفتند. نتایج آزمون که در جداول ۷ و ۸ نشان داده شده است، با استفاده از این سامانه حاصل شده اند.

1- Coefficient of variation (CV)



شکل ۷- فعالیت‌های کنترل کیفیت / تضمین کیفیت سامانه به همراه سامانه های تجزیه ای مختلف

جدول ۶- نتایج دقت برای روش نمونه برداری کانیستر برای اندازه گیری مواد آلی فرار

محدوده‌ی تشخیصی دستگاهی	CV%	انحراف استاندارد	ترکیب
۰٫۲۰	۱۲٫۵	۰٫۱۵	۳و۱- بوتادین
۰٫۳۸	۱۲٫۳	۰٫۱۱	وینیل کلرید
۰٫۹۵	۱۶٫۸	۰٫۱۸	پروپیلن
۰٫۴۸	۱۲٫۴	۰٫۱۳	کلرو متان
۰٫۵۶	۷٫۸	۰٫۱۲	کلرو اتان
۰٫۲۲	۱۸٫۵	۰٫۰۷	برومو متان
۰٫۲۳	۴۹٫۷	۰٫۴۴	متیلن کلرید
۰٫۶۶	۱۶٫۴	۰٫۲۲	ترانس- ۱و۲- دی کلرو اتان
۰٫۲۶	۶٫۳	۰٫۰۸	۱و۱- دی کلرو اتان
۰٫۲۶	۸٫۲	۰٫۰۸	کلرو پرن
۰٫۲۳	۴٫۳	۰٫۰۶	برومو کلرو متان
۰٫۸۱	۶٫۱	۰٫۲۶	کلروفرم
۰٫۷۲	۱۵٫۹	۰٫۲۰	۱و۱و۱- تری کلرو اتان
۰٫۰۹	۹٫۲	۰٫۰۳	تترا کلرید کربن
۰٫۱۲	۹٫۰	۰٫۰۴	بنزن
۰٫۲۱	۵٫۲	۰٫۰۸	۲و۱- دی کلرو اتان
۰٫۱۵	۱۴٫۰	۰٫۰۴	تری کلرو اتان

۰٫۱۶	۶٫۱	۰٫۰۷	۲و۱- دی کلرو پروپان
۰٫۴۶	۹٫۷	۰٫۱۴	برومو دی کلرو متان
۰٫۲۳	۵٫۷	۰٫۰۷	ترانس-۱و۳- دی کلرو پروپین
۰٫۵۲	۲۴٫۵	۰٫۱۷	تولوئن
۱٫۰۱	۲۲٫۷	۰٫۳۲	۱-اکتان
۰٫۱۴	۸٫۴	۰٫۰۵	سیس-۱و۳- دی کلرو پروپین
۰٫۹۶	۱۲٫۰	۰٫۳۱	۱و۱و۲- تری کلرو اتان
۰٫۲۷	۱۹٫۰	۰٫۰۸	تترا کلرو اتن
۰٫۱۱	۲۶٫۳	۰٫۰۴	دی برومو کلرو متان
۰٫۲۲	۷٫۵	۰٫۰۷	کلرو بنزن
۰٫۷۳	۷٫۹	۰٫۲۳	اتیل بنزن
۱٫۰۳	۱۱٫۱	۰٫۴۱	متا- پارا- گزیلین
۰٫۴۶	۳۷٫۹	۰٫۱۵	استایرن
۰٫۷۱	۱۶٫۲	۰٫۲۳	اورتو- گزیلین
۰٫۱۰	۶٫۵	۰٫۰۳	بروموفرم
۰٫۲۲	۶٫۷	۰٫۰۹	۱و۱و۲و۲- تترا کلرو اتان
۰٫۲۷	۸٫۷	۰٫۰۹	متا- دی کلرو بنزن
۰٫۱۱	۱۲٫۹	۰٫۰۴	پارا- دی کلرو بنزن
۰٫۳۸	۸٫۹	۰٫۱۴	اورتو- دی کلرو بنزن
۰٫۱۷	۴٫۲	۰٫۰۵	۱و۱- دی کلرو اتن

۰٫۲۴	۶٫۷	۰٫۱۰۸	۲و۱- دی کلرو اتان
۰٫۱۹	۵٫۰	۰٫۱۰۶	سیس- (۲و۱- دی کلرو اتن)
۰٫۱۸	۴٫۸	۰٫۱۰۶	فرئون ۱۱ (تری کلرو فلوئورو متان)
۰٫۲۰	۵٫۳	۰٫۱۰۶	فرئون ۱۱۳ (۱و۱و۲- تری کلرو- ۱و۲و۲- تری فلوئورو اتان)
۰٫۲۷	۷٫۵	۰٫۱۰۹	فرئون ۱۱۴ (۲و۱- دی کلرو- ۱و۱و۲و۲- تترا فلوئورو اتان)
۰٫۲۶	۶٫۹	۰٫۱۰۸	فرئون ۱۲ (دی کلرو دی فلوئورو متان)
۰٫۶۳	۱۶٫۷	۰٫۲۰	استو نیتریل
۰٫۲۷	۷٫۲	۰٫۱۰۹	آکریلو نیتریل
۰٫۱۸	۴٫۸	۰٫۱۰۶	بنزیل کلرید
۰٫۴۱	۱۰٫۹	۰٫۱۱۳	۴- اتیل تولوئن
۱٫۰۱	۲۶٫۸	۰٫۳۲	۱و۲و۴- تری کلرو بنزن
۰٫۵۲	۱۳٫۸	۰٫۱۷	۱و۲و۴- تری متیل بنزن
۰٫۴۰	۱۰٫۶	۰٫۱۱۳	۱و۳و۵- تری متیل بنزن
۱٫۰۱	۱۶٫۸	۰٫۳۲	هگزا کلرو- ۱و۳- بوتادین

جدول ۷- نتایج ممیزی GC/MS قابل ردیابی، منتشر شده توسط موسسه بین المللی استاندارد

ممیزی	ممیزی ۱۳۶۶						ممیزی ۱۲۵۲						ممیزی ۱۱۶۴					
	میزان انحراف بر حسب درصد	گزارش	مرجع	میزان بر حسب درصد	گزارش	مرجع	میزان انحراف بر حسب درصد	گزارش	مرجع	میزان انحراف بر حسب درصد	گزارش	مرجع	میزان انحراف بر حسب درصد	گزارش	مرجع	ترکیب		
-۱۲,۲۰	۱,۲	۲,۴	-۱۱,۱۱	۳,۲	۳,۶	-۸,۱۶	۴,۵	۴,۹	-۲۲,۰	۲,۸	۳,۶	وینیل کلرید						
-۵۴,۱۷ ^A	۱,۱	۲,۴	-۱۱,۴۳	۳,۱	۳,۵	-۱۲,۵۰	۴,۲	۴,۸	-۲,۸	۳,۵	۳,۶	برومو متان						
۱۴,۲۹	۵,۶	۴,۹	-۶,۹۴	۶,۷	۷,۲	-۷,۱۴	۹,۱	۹,۸	۴,۲	۷,۹	۷,۲	متیلن کلرید						
۸,۵۱	۵,۱	۴,۹	-۲۰,۵۹	۵,۴	۷,۶	-۱۸,۲۸	۷,۶	۹,۳	۱,۴	۷,۰	۶,۹	ترانس-۱و۲- دی کلرو اتیلن						
۰,۰۰	۲,۶	۲,۶	-۲۷,۰۳	۲,۹	۳,۹	-۲۳,۵۳	۳,۹	۵,۱	-۱۳,۰	۳,۳	۳,۸	۱و۱- دی کلرو اتان						
۲۰,۸۳	۲,۹	۲,۴	۲۲,۸۶	۳,۴	۳,۵	۱۲,۵۰	۵,۴	۴,۸	۸,۶	۳,۸	۳,۵	کلروفرم						
۱۲,۵۰	۲,۷	۲,۴	۱۱,۱۱	۴,۰	۳,۶	۲,۰۸	۴,۹	۴,۸	۱۴,۰	¼	۳,۶	۱و۱و۱- تری کلرو اتان						
۱۳,۰۴	۲,۶	۲,۳	۱۲,۱۲	۳,۷	۳,۳	-۲۰,۰۰	۳,۶	۴,۵	۳,۰	۳,۴	۳,۳	تترا کلرید کربن						
-۸,۱۶	۴,۵	۴,۹	۱۲,۳۳	۸,۲	۷,۳	۶,۰۶	۱۰,۵	۹,۹	-۴,۱	۷,۰	۷,۳	بنزن						
-۱۲,۵۰	۲,۱	۲,۴	۶۶,۶۷	۶,۰	۳,۶	۱,۰۰	۱۰,۱	۱۰,۰	۰,۰	۳,۶	۳,۶	تری کلرو اتیلن						
-۱۸,۰۰	۴,۱	۵,۰	۲۰,۵۵	۸,۸	۷,۳	۲۰,۴۱	۵,۹	۴,۹	-۲,۷	۷,۲	۷,۴	۱و۲- دی کلرو پروپان						
-۳,۸۵	۲,۵	۲,۶	-۵,۲۶	۳,۶	۳,۸	-۹,۸۰	۴,۶	۵,۱	۷,۹	۴,۱	۳,۸	تولونن						
۷,۶۹	۲,۸	۲,۶	۲۱,۰۵	۴,۶	۳,۸	۷,۶۹	۵,۶	۵,۲	۳۹,۰ ^A	۵,۳	۳,۸	تترا کلرو اتیلن						
-۱۳,۷۲	۴,۴	۵,۱	-۲۶,۶۷	۵,۵	۷,۵	۳۵,۹۳ ^A	۶,۶	۱۰,۳	۲۵,۰	۹,۵	۷,۶	کلرو بنزن						
-۴,۰۰	۲,۴	۲,۵	-۴۹,۸۶	۰,۵	۳,۷	-۸,۰۰	۴,۶	۵,۰	-۴۶,۰ ^A	۲,۰	۳,۷	استایرن						
۱,۶۷	۶,۱	۶,۰	-۲۱,۵۹	۶,۹	۸,۸	-۲۵,۸۳	۸,۹	۱۲,۰	-۹,۱	۸,۰	۸,۸	اورتو- گزیلن						
-۳,۷۷	۵,۱	۵,۳	-۲۵,۹۷	۵,۷	۷,۷	-۳۱,۴۳	۷,۲	۱۰,۵	-۱۳,۰	۶,۸	۷,۸	اتیل بنزن						

^A بیشتر از % ۳۰ ± با هدف کیفیت داده

جدول ۸- عملکرد متوسط نسبت به تعداد ممیزی‌ها

ترکیب	انحراف متوسط	استاندارد	n
وینیل کلرید	-۳٫۹	۱۴٫۴	۸
برومو متان	۵٫۵	۱۹٫۷	۸
متیلن کلرید	۵٫۹	۹٫۹	۸
ترانس-۱و۱-۲ دی کلرو اتیلن	-۴٫۲	۱۰٫۹	۸
۱و۱- دی کلرو اتان	-۷٫۹	۱۲٫۵	۸
کلروفرم	-۱۵٫۹	۵٫۳	۵
۱و۱و۱- تری کلرو اتان	۸٫۹	۵٫۶	۸
تترا کلرید کربن	۶٫۰	۱۲٫۶	۸
بنزن	۵٫۶	۱۲٫۵	۸
تری کلرو اتیلن	۹٫۱	۲۴٫۲	۸
۱و۱و۱- دی کلرو پروپان	۷٫۰	۱۵٫۰	۸
تولوئن	۱٫۶	۱۲٫۳	۸
تترا کلرو اتیلن	۱۸٫۳	۱۵٫۱	۷
کلرو بنزن	۴٫۲	۲۲٫۴	۶
استایرن	۲۵٫۷	۳۰٫۹	۷
اورتو- گزیلن	-۱۳٫۷	۱۰٫۸	۴
اتیل بنزن	-۱۳٫۷	۷٫۹	۸

پیوست

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- 1- Oliver, K.D., Pleil, J.D., and McClenny, W.A., "Sample Integrity of Trace Level Volatile Organic Compounds in Ambient Air Stored in SUMMA^t Polished Canisters," *Atm. Environ.*, 20: 1403–1411, 1986.
- 2- Holdren, M.W., and Smith, D.L., "Stability of Volatile Organic Compounds While Stored In SUMMA^t Polished Stainless Steel Canisters," Final Report, EPA Contract No. 68–02–4127, Research Triangle Park, NC, Battelle Columbus Laboratories, January, 1986.
- 3- Kelly, T.J., and Holdren, M.W., "Applicability of Canisters for Sample Storage in the Determination of Hazardous Air Pollutants," *Atm. Environ.*, 29: 2595–2608, 1995.
- 4- Brymer, D.A., Ogle, L.D., Jones, C.J., and Lewis, D.L., "Viability of Using SUMMA^t Polished Canisters for the Collection and Storage of Parts per Billion by Volume Level Volatile Organics," *Environ. Sci. Technol.*, 30: 188–195, 1996.
- 5- Pate, B., Jayanty, R.K.M., Peterson, M., Evans, G.F., "Temporal Stability of Polar Organic Compounds in Stainless Steel Canisters," *J. Air Waste Manage. Assoc.*, 42: 460–462, 1992.
- 6- Kelly, T.J., Callahan, P.J., Pleil, and Evans, G.F., "Method Development and Field Measurements for Polar Volatile Organic Compounds in Ambient Air," *Environ. Sci. Technol.*, 27: 1146–1153, 1993.
- 7- Coutant, R.W., and McClenny, W.A., "Competitive Adsorption Effects and the Stability of VOC and PVOC in Canisters," Proceedings of the 1991 U.S. EPA/AW&MA International Symposium on Measurement of Toxic and Related Air Pollutants, May, 1991, A&WMA Publication VIP-21, EPA 600/9–91/018.
- 8- McClenny, W. A., Pleil, J. D., Lumpkin, T. A., and Oliver, K. D., "Update on Canister-Based Samplers for VOCs," Proceedings of the 1987 EPA/APCA Symposium on Measurement of Toxic and Related Air Pollutants, May, 1987, APCA Publication VIP-8, EPA 600/9-87-010.
- 9- Dayton, D-P., Brymer, D. A., and Jongleux, R. F., "Canister Based Sampling Systems-A Performance Evaluation," Proceedings of the 1990 EPA/APCA Symposium on Measurement of Toxic and Related Air Pollutants, May, 1990 APCA Publication VIP-17, EPA 600/9-90/026.
- 10- Crist, H. L., "Assessing the Performance of Ambient Air Samplers for Volatile Organic Compounds," in *Monitoring Methods for Toxics in the Atmosphere*, ASTM STP 1052, W. L. Zielinski, Jr., and W. D. Dorko, Eds., ASTM, Philadelphia, PA, 1990, pp. 46–52.
- 11- Rasmussen, R.A., and Lovelock, J.E., "Atmospheric Measurements Using Canister Technology," *J. Geophysical Research*, 83: 8369–8378, 1983.

- 12- Lonneman, W.A., Seila, R.L., and Meeks, S.A., "Non-Methane Organic Composition in the Lincoln Tunnel," *Environ. Sci. Technol.*, 20:790–796, 1986.
- 13- McClenny, W.A., Pleil, J.D., Evans, G.F., Oliver, K.D., Holdren, M.W., and Winberry, W.T., "Canister-Based Method for Monitoring Toxic VOCs in Ambient Air," *J. Air Waste Manage. Assoc.*, 41: 1308–1318, 1991.
- 14- Dayton, D.P., and Swift, J., "Support for NMOC/SNMOC, UATMP, and PAMS Networks-Quality Assurance Project Plan," Special Report by Environmental Research Group under EPA Contract Number 68–D-99–007, Research Triangle Park, NC, May 2001 available from Vickie Presnell, MD-14, USEPA, Research Triangle Park, NC 27711.
- 15- McClenny, W.A., Pleil, J.D., Holdren, J.W., and Smith, R.N., "Automated Cryogenic Preconcentration and Gas Chromatographic De-termination of Volatile Organic Compounds," *Analytical Chemistry*, 56:2947, 1984.
- 16- Helmig, D. and Greenberg, J.P., "Automated In-Situ Gas Chromatographic-Mass Spectrometric Analysis of PPT Level Volatile Organic Trace Gases using Multistage Solid-Adsorbent Trapping," *J. Chromatog. A.*, 677: 123–132, 1994.
- 17- Oliver, K.D., Adams, J.R., Daughtrey, Jr., E.H., McClenny, W.A., Yoong, M.J., Pardee, M.A., Almasi, E.B., and Kirshen, N.A., "Techniques for Monitoring Toxic VOCs in Air: Sorbent Preconcentration, Closed-Cell Cooler Cryofocusing, and GC/MS Analysis," *Environ. Sci. Technol.*, 30: 1939–1945, 1996.
- 18- Seila, R.L., Lonneman, W.A., and Meeks, S.A., "Determination of C2 to C12 Ambient Air Hydrocarbons in 39 U.S. Cities, from 1984 through 1986," EPA/600/S3–89/058, USEPA, Atmospheric Research and Exposure Assessment Laboratory, Research Triangle Park, NC, September 1989.
- 19- McElroy, F. F., Thompson, V. L., and Richter, H. G., A Cryogenic Preconcentration-Direct FID (PDFID) Method for Measurement of NMOC in the Ambient Air, EPA-600/4-85-063, U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, NC, August 1985.
- 20- Pleil, J.D., Oliver, K.D., and McClenny, W.A., "Enhanced Performance of Nafion Dryers in Removing Water from Air Samples Prior to Gas Chromatographic Analysis," *J. Air Pollut. Control Assoc.*, 37: 244–248, 1987.
- 21- Gong, Q., and Demerjian, K.L., "Hydrocarbon Losses on a Regenerated Nafion Dryer," *J. Air & Waste Manage. Assoc.*, 45: 490–493, 1995.
- 22- McClenny, W.A., Schmidt, S.M., and Kronmiller, K.G., "Variation of the Relative Humidity of Air Released from Canisters after Ambient Sampling," *J. Air & Waste Manage. Assoc.*, 49: 64–69, 1999.