



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۹۹۴

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

18994

1st.Edition

2015

پسماند- تعیین هیدروکربن های آروماتیک
چند حلقه ای (PAH) در پسماند با استفاده از
روش کروماتوگرافی گازی با آشکارساز
طیفسنجی جرمی - روش آزمون

waste -Determination of polycyclic
aromatic hydrocarbons (PAH) in waste
using gas chromatography mass
spectrometry (GC/MS) - Test method

ICS:13.030.01; 71.040.50

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود 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 می شود.

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

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

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

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«پسماند – تعیین هیدروکربن‌های آروماتیک چند حلقه‌ای (PAH) در پسماند با استفاده از روش کروماتوگرافی گازی با آشکارساز طیف‌سنجی جرمی – روش آزمون»

رئیس:

امیر ذهنی، ملیحه
(دکترای شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

دانشگاه آزاد اسلامی واحد تبریز

دبیر:

پیرا، رویا
(کارشناس ارشد شیمی)

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسکندری، حبیبه
(کارشناس ارشد شیمی)

دانشگاه آزاد اسلامی تبریز

بابازاده، فرشته
(کارشناس ارشد شیمی)

کارشناس استاندارد

جوادی، افسانه
(کارشناس ارشد شیمی)

اداره کل محیط زیست استان آذربایجان-
شرقی

حضرتی، راحله
(کارشناس ارشد شیمی)

کارشناس استاندارد

رحیم‌اوغلی، شاهین
(کارشناس مهندسی شیمی)

اداره کل محیط زیست استان آذربایجان-
شرقی

شعار غفاری، سایه
(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت سپهر شیمی سبلان

طالعی مهربانی، علیرضا
(کارشناس شیمی)

سازمان صنعت، معدن و تجارت استان
آذربایجان شرقی

شرکت کلرپارس

ممقانیان، ملیحه
(کارشناس ارشد شیمی)

سازمان مدیریت پسماند استان آذربایجان-
شرقی

هراتی، حبیبه
(کارشناس شیمی)

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|--|
| ب | آشنایی با سازمان ملی استاندارد |
| ج | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| ه | پیش گفتار |
| و | مقدمه |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ مراجع الزامی |
| ۲ | ۳ اصطلاحات و تعاریف |
| ۲ | ۴ اصول آزمون |
| ۳ | ۵ واکنشگرها |
| ۶ | ۶ دستگاهها |
| ۱۰ | ۷ مواد خطرناک |
| ۱۰ | ۸ مزاحمت |
| ۱۱ | ۹ نگهداری نمونه |
| ۱۱ | ۱۰ پیش - عمل آوری |
| ۱۲ | ۱۱ روش آزمون |
| ۱۹ | ۱۲ ویژگی‌های عملکرد |
| ۲۵ | ۱۳ گزارش آزمون |
| ۲۶ | پیوست الف (اطلاعاتی)، کروماتوگرام‌های نمایانگر |
| ۳۵ | پیوست ب (اطلاعاتی)، داده‌های بیشتر برای اعتبارسنجی |
| ۴۱ | پیوست پ (اطلاعاتی)، خلاصه‌ای از الزامات عمومی و توصیه‌ها |
| ۴۲ | پیوست ت (اطلاعاتی)، کتابنامه |

پیش گفتار

استاندارد " پسماند - تعیین هیدروکربن‌های آروماتیک چند حلقه‌ای (PHA) در پسماند با استفاده از روش کروماتوگرافی گازی با آشکارساز طیف‌سنجی جرمی - روش آزمون" که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در چهل و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۳/۱۲/۴ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

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

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

DIN EN 15527: 2008, Characterization of waste – Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in waste using gas chromatography mass spectrometry (GC/MS)

پسماند – تعیین هیدروکربن‌های آروماتیک چند حلقه‌ای (PHA)^۱ در پسماند با استفاده از روش کروماتوگرافی گازی با آشکارساز طیف‌سنجی جرمی – روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین کمی ۱۶ نوع هیدروکربن آروماتیک چند هسته‌ای بر اساس فهرست اولویت سازمان حفاظت محیط زیست^۲ به روش کروماتوگرافی گازی با آشکارساز طیف‌سنجی جرمی است. این استاندارد، برای پسماندهایی که به صورت خاک آلوده، لجن، ماسه، قیر یا پسماند حاوی قیر است کاربرد دارد.

این استاندارد، غلظت هر PAH که در حد معمولی کمتر از 0.1 mg/kg باشد کاربرد دارد.

یادآوری ۱- این روش ممکن است برای تجزیه سایر ترکیبات PAH که در دامنه مشخص نشده و کاربرد آن به وسیله آزمون‌های مناسب اعتبارسنجی به اثبات رسیده است، استفاده شود.

یادآوری ۲- برای بعضی مواد، مانند قیر به علت مزاحمت حدود کمتر از 0.1 mg/kg را نمی‌توان به دست آورد.

یادآوری ۳- تحت شرایط خاص این روش ممکن است برای غلظت‌های PAH کمتر از 0.1 mg/kg به کار برده شود اما ارائه داده‌های اعتبارسنجی برای غلظت‌های پایین به عهده آزمایشگاه است.

۲ مراجع الزامی

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

۱-۲ استاندارد دمل ایران شماره ۹۵۱۲، کیفیت خاک – پیش آماده‌سازی نمونه‌ها برای اندازه‌گیری آلاینده‌های آلی

2-2 EN 14346, Characterization of waste — Calculation of dry matter by determination of dry residue or watercontent

1-polycyclic aromatic hydrocarbons
2- Environmental Protection Agency (EPA, 1982)

2-3 EN 15002, Characterization of waste — Preparation of test portions from the laboratory sample

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳

نمونه مورد تجزیه

هیدروکربن‌های آروماتیک چند هسته‌ای انتخابی با ۲ تا ۶ حلقه آروماتیک فشرده (به جدول ۱ مراجعه شود).

۲-۳

استاندارد کالیبراسیون

محلول PAH تهیه شده از استاندارد ثانویه و/یا محلول‌های ذخیره مادر PAH‌هایی که جهت کالیبراسیون پاسخ دستگاه استفاده می‌شود.

۳-۳

استاندارد استخراج

PAH دوتریم‌دار شده یا PAH مادر (نشاندار نشده) با فراریت متوسط که در نمونه‌های پسماند اضافه شده به نمونه قبل از استخراج وجود ندارد و برای کنترل کارآمدی استخراج استفاده می‌شود.

۴-۳

استاندارد داخلی

PAH دوتریم‌دار شده اضافه شده به نمونه بعد از استخراج و برای تعیین مقدار غلظت PAH در نمونه استفاده می‌شود.

۵-۳

استاندارد تزریق

PAH دوتریم‌دار یا PAH مادر دیگری که در نمونه‌های پسماند وجود ندارد و قبل از تزریق به دستگاه GC، به نمونه استخراج شده (عصاره) اضافه می‌شود تا به تغییرات پاسخ دستگاه بتوان نظارت کرد و بازیابی استانداردهای داخلی را مورد ارزیابی قرار داد.

۴ اصول

PAH با استفاده از استن و حلال شبیه هگزان از نمونه استخراج می‌شود. در صورت لزوم عصاره به دست آمده به وسیله ستون کروماتوگرافی جذب سطحی، خالص‌سازی می‌شود. عصاره به دست آمده به وسیله کروماتوگرافی گازی با آشکارساز طیف‌سنجی جرمی با استفاده از ستون‌های موئین با قطبیت کم تجزیه می‌شود. غلظت‌های PAH با استفاده از روش استاندارد داخلی کمی‌سازی می‌شود.

۵ واکنشگرها

۱-۵ کلیات

تمام واکنشگرها باید دارای درجه خلوص تجزیه‌ای مشخص بوده و باید یک تعیین مقدار نمونه شاهد به صورت شرح داده شده در بند ۱۱ برای بررسی خلوص واکنشگرهای مورد استفاده به کار رود.

۲-۵ واکنشگرهای مورد مصرف در استخراج

۱-۲-۵ واکنشگرهای مورد مصرف در استخراج به وسیله تکان دادن/افراصوت

۱-۱-۲-۵ استن

۲-۱-۲-۵ پترولیوم اتر^۱ (محدوده نقطه جوش °C ۴۰ تا °C ۶۰) یا n-هگزان^۲ یا ایزوهگزان^۳ یا سیکلوهگزان^۴ (حلال‌های شبیه هگزان با نقطه جوش در محدوده بین °C ۳۰ و °C ۶۸)

۳-۱-۲-۵ سدیم کلرید بدون آب

۴-۱-۲-۵ آب مقطر یا آب با کیفیت معادل

۵-۱-۲-۵ سدیم سولفات بدون آب، را به مدت حداقل ۶ ساعت تا دمای °C ۲۰ ± °C ۵۵۰ حرارت داده و تا دمای حدود °C ۲۰۰ در کوره سرد کرده و سپس در یک خشکانه حاوی منیزیم پر کلرات یا سایر معرف‌های خشک کننده مناسب به دمای محیط برسانید. سدیم سولفات بدون آب باید در ظروف در بسته نگهداری شود. سدیم سولفات بدون آب تجاری در دسترس نیز مناسب است.

۲-۲-۵ واکنشگرهایی برای استخراج سوکسله^۵

با نسبت مساوی حجمی - حجمی از استن/پترولیوم اتر(محدوده نقطه جوش °C ۴۰ تا °C ۶۰) یا استن/n-هگزان یا استن/ایزو هگزان یا استن سیکلوهگزان مخلوط کنید.

۳-۵ واکنشگرهای مورد مصرف در فرایندهای تصفیه

۱-۳-۵ تصفیه با آلومینیم اکسید

۱-۱-۳-۵ آلومینای اولیه یا خنثی، سطح ویژه ۲۰۰ m²/g، فعال سوپر I^۶

-
- 1- Petroleum ether
 - 2- n-hexane
 - 3-Iso-hexane
 - 4- Cyclohexane
 - 5- Soxhlet
 - 1-ICN Alumina Super I

۲-۱-۳-۵ آماده‌سازی آلومینیم اکسید غیرفعال، به ۹۰ g آلومینیم اکسید (طبق بند ۵-۳-۱-۱) ۱۰ g آب اضافه کنید. تکان دهید تا تمام کلوخه‌ها ناپدید شوند. بگذارید آلومینیم اکسید قبل از استفاده به مدت ۱۶ ساعت در ظرف غیر قابل نفوذ در مقابل هوا به شرایط تجزیه‌ای برسد. آن به مدت حداکثر دو هفته قابل استفاده است.

۲-۳-۵ تصفیه با B-سیلیکاژل 60

۱-۲-۳-۵ سیلیکاژل 60، اندازه ذرات ۶۳ μm تا ۲۰۰ μm

۲-۲-۳-۵ سیلیکاژل 60 را با محتوی آب ۱۰٪ (جرمی-جرمی) تهیه کنید. سیلیکاژل 60 را در دمای ۴۵۰ °C به مدت سه ساعت حرارت داده، آن را سرد کرده و در خشکانه حاوی منیزیم پر کلرات یا عامل خشک کننده مناسب دیگر ذخیره کنید. قبل از استفاده آن را دوباره در دمای حداقل ۱۳۰ °C به مدت پنج ساعت در آن خشک حرارت دهید. سپس بگذارید در یک خشکانه به دمای محیط برسد. سیلیکاژل را به بالن منتقل کرده و ۱۰٪ آب (جرمی-جرمی) اضافه کنید. به وسیله دست به مدت ۵ min به شدت تکان دهید تا کلوخه‌ها ناپدید شوند و سپس با دستگاه لرزاننده به مدت ۲ h تکان دهید. سیلیکاژل فعال شده را در ظرف غیر قابل نفوذ به هوا ذخیره کنید و آن حداکثر به مدت یک هفته قابل مصرف است.

۴-۵ واکنشگرها برای تجزیه‌های کروماتوگرافی

گاز حامل برای کروماتوگرافی گازی مانند، هلیم با خلوص مناسب.

۱-۵-۵ استانداردهای کالیبراسیون، استانداردهای استخراج و استانداردهای داخلی

مواد استاندارد داخلی/استخراجی را انتخاب کنید که خواص فیزیکی و شیمیایی (رفتار استخراج، زمان بازداری) آن مشابه ترکیباتی که تجزیه می‌شوند باشد برای ارزیابی نتایج PAH دوتریم‌دار شده باید به عنوان استاندارد داخلی برای روش GC-MS استفاده شود. پایداری استانداردهای داخلی و خارجی را به طور منظم بررسی کنید. جدول ۱ شامل PAH مادر و شامل کمترین تعداد PAH دوتریم‌دار شده که در کالیبراسیون نمونه‌های مورد تجزیه خاص به کار می‌رود، است. استفاده از رقیق‌سازی ایزوتوپی (هر PAH مادر که نسبت به آنالوگ نشان دار شده خود تعیین کمی شده است) توصیه می‌شود.

یادآوری- محلول‌های تایید شده PAH و مواد جامد PAH تنها با خلوص تایید شده به طور تجاری در دسترس هستند.

جدول PAH-۱ مادر و PAH دو تریم دار شده

| مواد استاندارد داخلی/استخراج : (PAH دو تریم دار شده) | مواد مرجع PHA برای کالیبراسیون |
|--|---|
| نفثالن - D ₈ | نفثالن ^a (CAS NO. 91-20-3) |
| اسنافتن - D ₁₀ | اسنافتن ^b (CAS NO. 83-32-9) |
| | اسنافتیلن ^c (CAS NO. 208-96-8) |
| | فلوئورن ^d (CAS NO. 86-73-7) |
| | آنتراسن ^e (CAS NO. 120-12-7) |
| فنانتترین - D ₁₀ (استاندارد استخراج) | فنانتترین ^f (CAS NO. 85-01-8) |
| | فلوئوراننتین ^g (CAS NO. 206-44-0) |
| | پیرن ^h (CAS NO. 129-00-0) |
| بنزو (a) آنتراسن - D ₁₂ | بنزو (a) آنتراسن (CAS NO. 56-55-3) |
| | کریزین ⁱ (CAS NO. 218-01-9) |
| | بنزو (b) فلوئوراننتین (CAS NO. 205-99-2) |
| | بنزو (k) فلوئوراننتین (CAS NO. 207-08-9) |
| بنزو (a) پیرن - D ₁₂ | بنزو (a) پیرن (CAS NO. 50-32-8) |
| | ایندو (1,2,3-cd) پیرن ^j (CAS NO. 193-39-5) |
| | بنزو (ah) آنتراسن (CAS NO. 53-70-3) |
| | بنزو (ghi) پیریلن ^k (CAS NO. 191-24-2) |
| پیریلن - D ₁₂ | |

^aNaphthalene
^bAcenaphthene
^cAcenaphthylene
^dFluorene
^eAnthracene
^fPhenanthrene
^gFluoranthene
^hPyrene
ⁱChrysene
^jIndeno(1,2,3-cd)pyrene
^kBenzo(ghi)perylene

۵-۵-۲ استانداردهای تزریق

PAH دوتریم دار شده به عصاره نهایی قبل از تزریق به GC-MS برای بررسی بازیابی استانداردهای داخلی دوتریم دار شده / استخراج اضافه می‌شود. استانداردهای تزریق مناسب ۱-متیل نفتالن-D₁₀، بنزو (e) پیرن-D₁₀ و تری فنیلن-D₁₂ است.

۶ دستگاه‌ها

۱-۶ روش‌های استخراج و تصفیه

ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی معمول.

تمامی ظروف شیشه‌ای و مواد که در تماس با نمونه یا عصاره باشد باید عاری از PAH و هر گونه ترکیبات مزاحم باشد.

۱-۱-۶ روش اجرای استخراج

۱-۱-۱-۶ بطری‌های نمونه شیشه‌ای در اندازه مناسب با درپوش شیشه‌ای یا درپوش پیچی با درزگیر پلی-تترا فلورو اتان^۱.

۲-۱-۱-۶ دستگاه تکان دهنده با حرکت افقی (۲۰۰ تا ۳۰۰) تکان دور در دقیقه .

۳-۱-۱-۶ حمام فراصوت

۴-۱-۱-۶ حمام آب قابل تنظیم تا ۱۰۰°C

۵-۱-۱-۶ قیف‌های جدا کننده با ظرفیت ۱۱

۶-۱-۱-۶ ارلن مایر با ظرفیت ۵۰۰ ml

۷-۱-۱-۶ دستگاه استخراج سوکسله

شامل بالن ته گرد با حجم ۱۰۰ ml، استخراج‌کننده سوکسله و انگشتانه‌های سوکسله به طور مثال ۱۰۰ mm × ۲۷ mm، میرد عمودی به طور مثال ۳۰۰ mm، با حمام آب^۲ یا منتل (یا شوف بالن)^۳ گرم کننده به عنوان دستگاه گرمایش

۸-۱-۱-۶ تبخیر کننده، تبخیر کننده کودراندیش^۴ یا سایر تبخیر کننده‌ها به طور مثال یک تبخیر کننده کننده دوار، در صورت یافت به همان اندازه مناسب است.

1- Polytetrafluorethene (PTFE)

2-Water-bath

3-Heating mantle

4- Kuderna Danish

۹-۱-۱-۶ بالن‌های حجمی ۵ml

۲-۱-۶ روش اجرای تصفیه

۱-۲-۱-۶ پشم شیشه یا پشم شیشه اصلاح شده

یادآوری - کار با پشم شیشه به علت رهاسازی ذرات کوارتز برای سلامتی خطرناک است. باید با استفاده از هود مناسب و ماسک گرد و غبار از استنشاق این مواد ممانعت کرد.

۲-۲-۱-۶ سنگ جوش، دانه‌های شیشه یا چینی

۳-۲-۱-۶ لوله‌های آزمون کالیبره شده با ظرفیت ۱۰ ml تا ۱۵ ml و درپوش شیشه‌ای سرسنباده‌ای

۴-۲-۱-۶ ستون‌های شیشه‌ای کروماتوگرافی به طور مثال ۶۰۰ mm طول و ۵ mm تا ۱۰ mm قطر داخلی

۲-۶ کروماتوگراف گازی

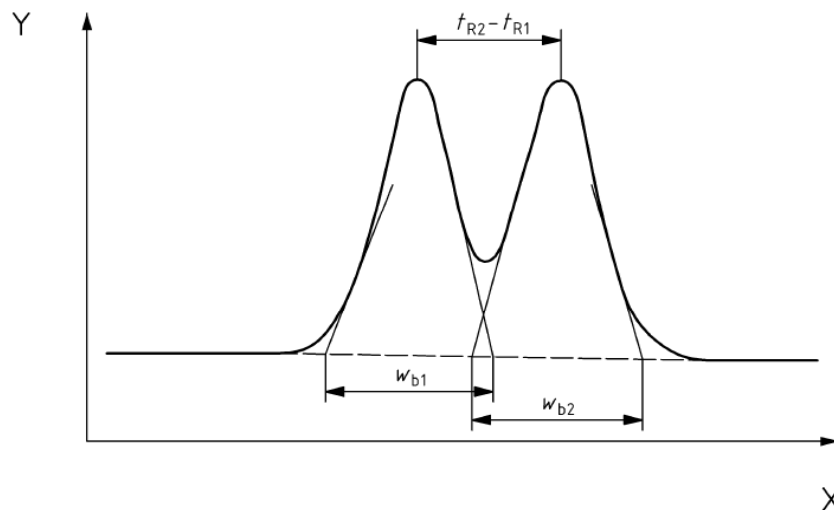
کروماتوگراف گازی مجهز به یک ستون، سامانه تزریق کننده شکافنده/بدون شکافنده^۱ یا تزریق کننده بخارساز^۲ با دمای قابل برنامه‌ریزی، ستون موئین (طبق بند ۶-۳) و آشکارساز طیف‌سنج جرمی (GC-MS).

۳-۶ ستون‌های موئین

ستون‌های موئین با قطبیت کم تا متوسط مانند فاز ساکن فنیل - متیل سیلیکون % ۵ پوشش داده شده بر روی یک ستون موئین سیلیس گداخته^۳ یا ستون معادل آن به صورت شیمیایی^۴ است. یک ستون موئین که اجازه تفکیک مناسب جفت بحرانی ذکر شده در زیر را می‌دهد، انتخاب کنید.

قدرت تفکیک بین پیک‌های کروماتوگرام بنزو (b) فلئوئورانتین/بنزو (k) فلئوئورانتین و همچنین بنزو (a) پیرن/بنزو (e) پیرن باید بهتر از ۰/۵ باشد. قدرت تفکیک مطابق با شکل ۱ و معادله ۱ تعریف می‌شود.

-
- 1- Split/splitless
 - 2- Vaporiser injector
 - 3- Fused silica capillary column
 - 4- Chemically bonded phase column



راهنما:

X زمان

Y شدت

t_{R1}, t_{R2} زمان‌های بازداری هر ترکیب شسته شده ۱ و ۲ بر حسب ثانیه

w_{b1}, w_{b2} پهنای پیک هر پیک در پایه خودش بر حسب ثانیه

شکل ۱- قدرت تفکیک پیک‌های کروماتوگرافی

$$R = 2 \frac{(t_{R2} - t_{R1})}{w_{b1} + w_{b2}} \quad (1)$$

که در آن:

R قدرت تفکیک

t_{R1}, t_{R2} زمان‌های بازداری هر ترکیب شسته شده ۱ و ۲ بر حسب ثانیه؛

w_{b1}, w_{b2} پهنای پیک هر پیک در پایه خودش بر حسب ثانیه.

۴-۶ آماده‌سازی محلول‌های استاندارد

۱-۴-۶ محلول ذخیره تک تک مواد

محلول‌های تک تک مواد PAH مادر و دوتریم‌دار (طبق جدول ۱) در حلال مناسب با غلظت جرمی مانند $10 \mu\text{g/ml}$ آماده کنید.

محلول‌های ذخیره تک تک مواد را می‌توان از PAH جامد خالص خریداری شده آماده کرد. این محلول‌ها فقط در کروماتوگرام برای تایید و شناسایی PAH استفاده شده‌اند. محلول‌های ذخیره تک تک مواد و محلول‌های

استاندارد رقیق شده را در مکان تاریک در دمای حدود 4°C یا کمتر نگهداری کنید. آنها تا یک سال پایدار هستند.

۲-۴-۶ محلول ذخیره PAH مادر چندگانه

محلول ذخیره PAH مادر چند گانه را در یک حلال مناسب با غلظت جرمی مانند $10\ \mu\text{g/ml}$ برای هر PAH رقیق کنید.

۳-۴-۶ محلول ذخیره PAH دوتریم دار چندگانه

محلول ذخیره PAH دوتریم دار چند گانه برای استفاده به عنوان استاندارد داخلی به صورت مخلوط در یک حلال مناسب به طور تجاری در دسترس است یا می تواند از PAH جامد خالص تهیه شود. محلول ها را باید در غلظت - های جرمی مانند $10\ \mu\text{g/ml}$ برای هر PAH رقیق کنید.

یادآوری - محلول های استاندارد باید در حلال یکسان به صورت عصاره نهایی آماده شوند.

۴-۴-۶ محلول های استاندارد کالیبراسیون

یک سری از محلول های استاندارد کالیبره (حداقل ۵) با گستره مناسبی از غلظت ها به وسیله انتقال حجم های مختلفی از محلول ذخیره چندگانه استانداردهای PAH مادر (بند ۲-۴-۶) و حجم ثابتی محلول استاندارد داخلی (۳-۴-۶) و محلول استاندارد تزریق را به داخل بالن حجمی آماده کنید و تا خط نشانه با حلال شبیه هگزان پر کنید.

مثال: $500\ \mu\text{l}$ از هر دو محلول ذخیره PAH مادر و دوتریم دار چندگانه را به داخل یک بالن $5\ \text{ml}$ منتقل کرده و تا خط نشانه با حلال شبیه هگزان پر کنید. برای مثال $1\ \mu\text{l}$ از این محلول کالیبراسیون شامل $1\ \text{ng}$ از مواد دوتریم دار و تک تک مواد مربوطه است.

یادآوری - غلظت های استانداردهای داخلی در عصاره نمونه ایده آل باید در همان گستره نمونه مورد تجزیه باشد (به طور مثال $1\ \mu\text{g/ml}$).

۵-۴-۶ آماده سازی محلول استخراج استاندارد

محلول ذخیره ای از یک PAH مادر یا دوتریم دار شده (به طور مثال فنانتین - D_{10}) را در حلال مناسب طبق بند ۱-۴-۶ تهیه کنید.

غلظت استاندارد استخراجی در عصاره نهایی باید در همان گستره محلول های کالیبراسیون باشد.

۶-۴-۶ آماده سازی محلول استاندارد داخلی

محلول ذخیره مادر چندگانه از PAH دوتریم دار طبق بند ۳-۴-۶ که بعد از استخراج به نمونه اضافه شده است آماده کنید. مثال هایی از ترکیبات استاندارد داخلی در جدول ۱ داده شده است. مقدار استانداردهای داخلی باید به گونه ای تنظیم شود که غلظت آنها در عصاره نهایی طبق آنچه در محلول های کالیبره است باشد.

۷-۴-۶ آماده سازی استاندارد تزریق

محلول ذخیره تک تک مواد را طبق بند ۶-۴-۱ آماده کنید.

یادآوری- استاندارد تزریق مناسب مانند بنزو (e) پیرن دوتریم دار یا سایر PAH که با ماده مورد تجزیه هدف مزاحمت ایجاد نکند.

۷ مواد خطرناک

هر شخص در تماس با پسماند و تجزیه لجن باید از خطرات این نوع مواد صرف نظر از پارامتری که تعیین می-شود آگاه باشد. پسماند و نمونه‌های لجن ممکن است حاوی مواد خطرناک باشد (مثل سم، رادیواکتیو، مواد قابل اشتعال، مواد عفونی) که می‌تواند منجر به واکنش‌های شیمیایی و بیولوژیکی شود. در نتیجه توصیه می‌شود این نمونه‌ها با مراقبت خاصی بررسی شوند. گازهایی که ممکن است با فعالیت‌های میکروبیولوژی یا شیمیایی تولید شوند، به صورت بالقوه قابل اشتعال بوده و در بطری‌های در بسته ایجاد فشار می‌کنند. ترکیدن بطری‌ها به احتمال زیاد منجر به ترکش‌های خطرناک، گرد و غبار و/یا ذرات معلق می‌شود. بنابراین باید از قوانین ملی با توجه به تمام خطرات مرتبط با این روش پیروی کرد.

برخی PAHها سرطانزا بوده و باید تحت مراقبت شدید قرار گیرد. از تماس مواد جامد، محلول استاندارد PAH و عصاره‌های نمونه با پوست باید جلوگیری کرد. PAH ممکن است همراه با حلال‌ها تبخیر شده و بر روی دیواره بیرونی بطری‌های شیشه‌ای و درپوش آنها جمع^۱ شود. از اینرو تمامی ظروف که شامل محلول‌های PAH در حلال‌های آلی هستند یا عصاره نمونه باید با پوشیدن دستکش یکبار مصرف به کار گرفته شود. آلاینده‌گی ظروف PAH ممکن است با تابش نور با طول موج ۳۶۶ nm آشکار شود.

ظروف حاوی محلول‌های PAH باید در بشرهایی برای جذب هرگونه نشستی در صورت شکستن ظروف نگهداری شود. خطر ویژه‌ای در اثر استنشاق گرد و غبار PAH در هنگام کار کردن با استانداردهای بلوری PAH وجود دارد. بنابراین، این مواد باید فقط زمانی به کار گرفته شود که در آن امکانات مناسبی (به عنوان مثال هود مناسب، لباس‌های محافظ و ماسک گرد و غبار و غیره) در دسترس باشد. محلول‌های حاوی PAH باید به شیوه مورد تایید دفع زباله‌های سمی دور انداخته شود.

یادآوری- ترجیحا، در آماده‌سازی محلول‌های استاندارد باید از محلول‌های استاندارد مرجع تایید شده توسط تامین‌کننده‌های تخصصی استفاده شود.

۸ مزاحمت

۱-۸ مزاحمت در طول نمونه‌برداری، استخراج و ذخیره

از ظروف نمونه‌برداری ساخته شده از موادی (ترجیحا شیشه یا فولاد ضد زنگ) که نمونه در طول زمان در اثر تماس با آنها تغییر نکند، استفاده کنید. از وسایل پلاستیکی برای نمونه‌برداری، ذخیره و استخراج نباید استفاده

کنید. نمونه‌ها را در معرض نور مستقیم خورشید قرار ندهید و از قرار دادن نمونه‌ها به مدت طولانی در معرض نور خودداری کنید.

در مدت ذخیره‌سازی نمونه‌ها، ممکن است به علت جذب به دیواره ظرف کاهشی در میزان PAH رخ دهد. این میزان به مدت ذخیره‌سازی بستگی دارد.

۸-۲ مزاحمت ناشی از شویش همزمان

خطر خاصی در شویش همزمان PAH هدف و PAH دیگری که در بند ۱ ذکر نشده وجود دارد. این مزاحمت ممکن است بسته به غلظت آنها نسبت به نمونه مورد تجزیه موجب کاهش یا افزایش پیک‌های مورد نظر شده و درستی نتایج تجزیه‌ای را تحت تاثیر قرار دهد.

قدرت تفکیک کافی کروماتوگرافی پیک‌های GC برای بنزو (a) پیرن و بنزو (e) پیرن و همچنین بنزو (b) فلئورانتین و بنزو (k) فلئورانتین اجازه تعیین مقدار دقیق این ترکیبات را می‌دهد که می‌تواند با انتخاب ستون کروماتوگرافی مناسب مطابق با معیارهای عملکرد برای تفکیک این جفت بحرانی به دست آید. در بیشتر ستون‌های مویین بنزو (j) فلئورانتین با بنزو (b) فلئورانتین دیگر یا بنزو (k) فلئورانتین به طور همزمان در یک پیک شسته شود. از اینرو غلظت‌های اندازه‌گیری شده ترکیبات هدف بنزو (b) فلئورانتین و بنزو (k) فلئورانتین معمولاً نشان دهنده به ترتیب مجموع بنزو (b) فلئورانتین و بنزو (j) فلئورانتین یا بنزو (k) فلئورانتین و بنزو (j) فلئورانتین است. این شستشوی همزمان باید برای مخلوط‌های تجزیه بنزو (j) فلئورانتین/ بنزو (b) فلئورانتین و بنزو (j) فلئورانتین/ بنزو (k) فلئورانتین بررسی شده و در هنگام گزارش نتایج نشان داده شود. سهم بنزو (j) فلئورانتین در سیگنال داده شده نسبت به بنزو (b) فلئورانتین و بنزو (k) فلئورانتین به ترتیب نمی‌تواند نادیده گرفته شده و با ضریب قابل اطمینانی تخمین زده شود.

۹ نگهداری نمونه

در اصل، نمونه‌ها بلافاصله بعد از نمونه‌برداری باید تجزیه شوند. این امر به ویژه برای آزمون‌های مواد جامدی که از لحاظ میکروبیولوژی فعال هستند، اعمال می‌شود. نمونه‌های طبقه بندی شده مرطوب را می‌توان در ظرف نمونه در دمای 4°C به مدت حداکثر یک هفته در یک مکان تاریک نگهداری کرد. اگر نمونه را نتوان ظرف مدت یک هفته فراوری کرد باید آن را در دمای زیر 18°C - نگهداری کرد. نمونه‌های خشک باید در یک محل تاریک ترجیحاً در دمای 4°C نگهداری شوند.

۱۰ پیش - عمل آوری

۱-۱۰ کلیات

هدف از پیش عمل‌آوری، آماده‌سازی آزمایش‌ای است که در آن محتوی PAH تفاوت قابل توجهی با نمونه‌های آزمایشگاهی ندارد. پیش عمل‌آوری نمونه در استاندارد EN 15002 شرح داده شده است. قطعاتی که نمایانگر و

نوعی از ماده نباشد را حذف کنید، به طور مثال تمامی اجزا فلزی قابل مشاهده. از اتلاف ترکیبات فرار (به طور مثال نفتالن) در طول مدت پیش عمل‌آوری جلوگیری کنید.

۲-۱۰ خشک کردن

بسته به ماهیت ماده نمونه و حلال استخراجی مورد استفاده ممکن است یک مرحله برای خشک کردن مورد نیاز باشد. در صورت لزوم، نمونه را به طور کامل در هوا یا در آون خشک کننده تهویه‌دار در 40°C یا در یک خشک کن انجمادی خشک کنید. زمان خشک کردن و دما بستگی به روش انتخابی و ماهیت نمونه دارد. خشک‌کن‌های شیمیایی مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۹۵۱۲ استفاده شوند.

۳-۱۰ کاهش اندازه ذرات

به منظور دستیابی به نمونه همگن و نمایانگر، یک یا چند مرحله کاهش اندازه ذرات ممکن است لازم باشد. انتخاب روش به ماهیت نمونه و اندازه ذرات مورد نیاز بستگی دارد. به طور معمول کاهش اندازه ذرات یک عملیات چند مرحله‌ای است که به معنی استفاده متوالی از روش‌های مختلف مانند خرد کردن، برش یا آسیاب است.

آسیاب نمونه‌هایی که قوام پلاستیکی یا شبه خمیری دارند نیاز به ترد و شکننده کردن نمونه با نیتروژن مایع دارد. برای مواد پلاستیکی آسیاب فوق‌گریز از مرکز^۱ توصیه می‌شود.

۱۱ روش آزمون

۱-۱۱ شاهد^۲

با دنبال کردن روش کار ذکر شده برای نمونه‌ها (استخراج و تصفیه) در پاراگراف بعدی یک تعیین شاهد انجام دهید. همان مقادیر واکنشگر که برای پیش‌عمل‌آوری، استخراج، تصفیه و تجزیه نمونه‌ها استفاده می‌شود استفاده کنید.

مقادیر شاهد همچنین می‌تواند در زیر محدوده گزارش آزمون باشد.

۲-۱۱ استخراج

۱-۲-۱۱ استخراج با تکان دادن یا امواج صوت^۳

مقدار 10 g تا 25 g نمونه را با تقریب 0.1 g در یک ارلن دردار وزن کنید. حجم مشخصی از محلول استاندارد استخراج (بند ۴-۶-۶) را اضافه کنید. به طور معمول غلظت استاندارد استخراج در عصاره نهایی $1\text{ }\mu\text{g/ml}$ باشد. 50 ml استن به آزمایش اضافه کنید. به وسیله تکان دادن کامل به مدت 30 دقیقه بر روی دستگاه تکان دهنده یا به وسیله فراصوت استخراج کنید. سپس 50 ml پترولیوم اتر (به طور جایگزین n-هگزان، ایزو هگزان، سیکلو هگزان) اضافه کنید و دوباره به مدت 30 دقیقه به طور کامل استخراج کنید. بعد از این که جامدات ته

1- Ultra-centrifugal mill

2-Blank

3- Sonification

نشین شدند آهسته مایع رویی را سرریز کنید. جامدات باقی مانده را با ۵۰ ml پترولیوم اتر (به طور جایگزین n-هگزان، ایزو هگزان، سیکلو هگزان) بشویید و دوباره آهسته سرریز کنید. محلول های حاصل از استخراج را در یک قیف جدا کننده با ظرفیت ۱l جمع کنید و با دوبار تکان دادن محلول هر بار با ۴۰۰ ml آب، استن را حذف کنید. عصاره را روی سدیم سولفات بدون آب مازاد خشک کنید. سدیم سولفات را سه مرتبه هر بار با ۱۰ ml پترولیوم اتر (به طور جایگزین n-هگزان، ایزو هگزان، سیکلو هگزان) شسته و محلول شستشو را به عصاره اضافه کنید.

یادآوری - در مورد ماده پسماند با نسبت بالایی از پلاستیک مثل پلاستیک خرد شده یا اجزا خرد شده سبک، استخراج با استن حاوی حلال منجر به مقدار بالای مواد استخراجی دیگری شود. در این صورت استخراج باید دو بار با ۵۰ ml پترولیوم اتر (به طور جایگزین n-هگزان، ایزو هگزان، سیکلو هگزان) انجام شود.

۲-۲-۱۱ استخراج با سوکسله

مقدار ۱۰ تا ۲۵ g با تقریب ۰/۱ از نمونه را در انگشتانه سوکسله وزن کنید. حجم مشخصی از محلول استاندارد داخلی (بند ۴-۴-۵) را اضافه کنید. به طور معمول غلظت تک تک استانداردهای داخلی در عصاره نهایی ۰/۱ $\mu\text{g/ml}$ است. در حدود ۷۰ ml از مخلوط استخراجی استن/پترولیوم اتر (به طور جایگزین n-هگزان، ایزو هگزان، سیکلو هگزان) به نسبت ۱ به ۱ را به نمونه اضافه کنید. نمونه را حداقل ۱۰۰ چرخه استخراج، استخراج کنید. عصاره را به قیف جدا کننده با ظرفیت ۱l منتقل کرده و استن را به وسیله دو مرتبه تکان دادن با ۴۰۰ ml آب حذف کنید. عصاره را با سدیم سولفات بی آب مازاد خشک کنید. محلول را صاف یا سرریز کرده و سدیم سولفات را سه مرتبه با ۱۰ ml پترولیوم اتر (به طور جایگزین n-هگزان، ایزو هگزان، سیکلو هگزان) شستشو دهید و محلول شستشو را به عصاره اضافه کنید.

یادآوری ۱ - در مورد ماده پسماند با نسبت بالایی از پلاستیک یا قیر با استن حاوی حلال منجر به مقدار بالای مواد استخراجی دیگر می شود. در این صورت استخراج باید دو بار با ۵۰ ml پترولیوم اتر (به طور جایگزین n-هگزان، ایزو هگزان، سیکلو هگزان) انجام شود.

یادآوری ۲ - روش های دیگر استخراج مثل استخراج تسریع شده (ASE)^۱ با حلال نیز در صورتی که که مناسب بودن آنها ثابت شده باشد قابل اجرا هستند.

۳-۱۱ افزودن محلول استاندارد داخلی

مقدار مشخصی از محلول استاندارد داخلی (بند ۴-۴-۶) را به عصاره اضافه کنید. مقدار استانداردهای داخلی باید طوری تنظیم شوند که غلظت آنها در عصاره نهایی برای GC-MS با محلول های کالیبراسیون یکسان باشد.

یادآوری - به منظور کاهش مقدار کل استاندارد داخلی، آن را به بخشی از عصاره اضافه کنید این نشان می دهد که شما فقط بخش خاصی از استاندارد استخراجی را در عصاره نهایی می خواهید باید در نظر گرفته شود.

۴-۱۱ تغلیظ یا رقیق سازی

اگر هیچ تصفیه ای اعمال نشود، عصاره ممکن است طبق میزان PAH مورد انتظار غلیظ یا رقیق شود.

1- Accelerated solvent extraction (ASE)

اگر تغلیظ مورد نیاز باشد، عصاره خشک را به تغلیظکن منتقل کرده و تا حداقل ۵ ml غلیظ کنید. استاندارد تزریق را اضافه کنید.

اگر رقیق کردن مورد نیاز باشد عصاره را باید تا حجم مشخص رسانده و استاندارد تزریق را اضافه کنید.

۱۱-۵ تصفیه عصاره

۱۱-۵-۱ کلیات

در صورت وجود ترکیباتی که می‌تواند برای PAH در اندازه‌گیری GC مزاحمت ایجاد کند یا اگر این ترکیبات می‌توانند روش GC را تحت تاثیر قرار دهند (مثل آلاینده‌گی سامانه تزریق، ستون و آشکارساز) باید تصفیه عصاره انجام شود. اگر مواد مزاحم به مقدار هیچ یا ناچیز وجود داشته باشد تصفیه لازم نیست. به طور معمول عصاره کل تحت تصفیه قرار می‌گیرد. اگر مناسب باشد، بخشی از عصاره ممکن است استفاده شود. این باید در هنگام محاسبه در نظر گرفته شود (طبق بند ۱۱-۷-۵).

یادآوری - روش‌های تصفیه دیگری در این استاندارد شرح داده نشده است ممکن است در بعضی موارد استفاده شود. به طور مثال تفکیک مایع - مایع با DMSO/هگزان مناسب برای تصفیه عصاره قیر نشان داده شده است.

۱۱-۵-۲ تصفیه با آلومینیم اکسید

گلوله کوچکی از پشم شیشه (طبق بند ۱-۲-۱-۶) را در ستون کروماتوگرافی (طبق بند ۱-۲-۱-۶) قرار داده و ۲ g آلومینیم اکسید آماده شده طبق ۱-۳-۵-۲ اضافه کنید.

یادآوری ۱- قبل از استفاده‌های شستشو، هر مجموعه ستون‌های آلومینیم اکسید و حجم شستشوی لازم باید با استفاده از محلول استاندارد PAH تایید شود.

عصاره را به ستون پر شده منتقل کنید، ظرف نمونه را دو بار با ۱ ml پترولیوم اتر یا حلال شبیه هگزان بشوید. به محض این که سطح مایع به سطح ستون رسید محلول حاصل از شستشو را به ستون پر شده اضافه کنید. با حدود ۱۰ ml پترولیوم اتر یا حلال شبیه هگزان ستون را شستشو دهید.

تمام محلول خارج شده از ستون را جمع‌آوری کرده و تا حجم مورد نظر غلیظ کنید (به بند ۱۱-۳ و ۱۱-۴ مراجعه شود).

یادآوری ۲- ستون یکبار مصرف تجاری در دسترس ممکن است به عنوان جایگزین استفاده شود که در صورت یافتن به همان اندازه مناسب است.

۱۱-۵-۳ تصفیه با سیلیکاژل

گلوله کوچکی از پشم شیشه و ۲ g سیلیکاژل را داخل ستون GC (۱-۲-۱-۶) قرار دهید. سپس یک لایه به ارتفاع ۱ cm سولفات سدیم اضافه کنید و ستون را با ۱۰ ml حلال شبیه هگزان (پترولیوم اتر، n-هگزان، ایزو

هگزان، سیکلوهگزان) مشروط کنید. عصاره نمونه را وقتی سطح مخلوط حلال حدود ۰/۵ cm بالاتر از سطح ستون پر شده است داخل ستون قرار دهید. عصاره را به طور کمی به ستون منتقل کنید. در روش دیگر بخشی از عصاره ممکن است استفاده شود.

ستون را با حدود ۲ ml حلال شبیه هگزان بشویید و تمام محلول شستشو را جمع‌آوری کنید. یک قطره ماده نگهدارنده (به طور مثال تولوئن) را به محلول شستشو اضافه کنید و سپس تا حجم مورد نظر تغلیظ کنید.

۶-۱۱ افزودن استاندارد داخلی

مقدار مناسبی (به طور معمول ۱ µg) از استاندارد تزریق (بند ۶-۴-۷) را به عصاره به دست آمده پس از تصفیه اضافه کنید.

۷-۱۱ تجزیه کروماتوگرام گازی با آشکارساز طیف‌سنج جرمی

۱-۷-۱۱ تنظیمات دستگاه

به طور معمول شرایط GC-MS به صورت زیر است:

ستون موئین: فاز ساکن غیر قطبی تا نیمه قطبی ، $30m \times 0.25mm \times 0.25\mu m$

برنامه دمایی آون: $75^{\circ}C$ ، ۱ min

$25^{\circ}C/min$ تا $250^{\circ}C$

$3^{\circ}C/min$ تا $310^{\circ}C$

$7min$ ، $310^{\circ}C$

کل زمان اجرا: $35min$

دمای تزریق کننده: $300^{\circ}C$

تزریق بدون شکافنده: $1\ \mu l$ ، نگهداری دریچه اسپیلیت به صورت بسته به مدت ۱ min

گاز حامل: هلیوم با جریان $0.8\ ml/min$ تا $1\ ml/min$

دمای رابط MS: $280^{\circ}C$

دمای منبع: $230^{\circ}C$

اعداد جرمی زیر (به جدول ۲ مراجعه شود) می‌تواند برای تجزیه‌های کمی در پایش یون انتخابی^۱ استفاده شود.

جدول ۲- یون‌های تشخیصی هیدروکربن‌های آروماتیک چند هسته‌ای

| مواد PHA | m/z | استانداردهای داخلی/ استخراج/ تزریق | m/z |
|----------|-----|------------------------------------|-----|
| نفتالن | ۱۲۸ | نفتالن - D ₈ | ۱۳۶ |

1-Selected ion monitoring mode (SIM)

| | | | |
|-----|--|-----|------------------------|
| | | ۱۵۲ | اسنافتیلن |
| ۱۶۴ | اسنافتن - D ₁₀ | ۱۵۴ | اسنافتن |
| | | ۱۶۶ | فلوئورن |
| ۱۸۸ | فنانتین - D ₁₀ (استاندارد استخراج) | ۱۷۸ | فنانتین |
| | | ۱۷۸ | آنتراسن |
| | | ۲۰۲ | فلوئورانتین |
| | | ۲۰۲ | پیرن |
| ۲۴۰ | بنزو (a) آنتراسن - D ₁₂ | ۲۲۸ | بنزو (a) آنتراسن |
| | | ۲۲۸ | کریزین |
| | | ۲۵۲ | بنزو (b) فلوئورانتین |
| | | ۲۵۲ | بنزو (k) فلوئورانتین |
| ۲۶۴ | بنزو (a) پیرن - D ₁₂ | ۲۵۲ | بنزو (a) پیرن |
| | | ۲۷۶ | ایندو (1,2,3,c,d) پیرن |
| | | ۲۷۸ | بنزو (a,h) آنتراسن |
| | | ۲۷۶ | بنزو (g,h,i) پیرن |
| ۲۶۴ | پیرن - D ₁₂ | | |
| ۱۵۲ | ۱- متیل نفتالن - D ₁₀ (استاندارد تزریق) | | |
| ۲۴۰ | تری فنیلن - D ₁₂ (استاندارد تزریق) | | |

یادآوری - بسته به حد تشخیص مورد نظر، طیف سنجی جرمی ممکن است با سنجش کمی مبتنی بر یون‌های استخراج شده، به جای استفاده از حالت پایش یون انتخابی در حالت اسکن اجرا شود. باید توجه داشت که در مورد استانداردهای داخلی باید در غلظت بالا به نمونه‌ها اضافه شود.

۱۱-۷-۲ کالیبراسیون روش با استفاده از روش استاندارد داخلی

تجزیه‌های GC-MS را با محلول‌های کالیبراسیون آماده شده به صورت شرح داده شده در بند ۴-۴-۶ اجرا کنید. ضریب پاسخ نسبی را برای PAH مادر و استانداردهای داخلی را بعد از به دست آوردن منحنی کالیبراسیون به وسیله رسم نسبت غلظت‌های جرمی در برابر نسبت سطح زیر پیک (یا ارتفاع پیک) با استفاده از معادله (۲) محاسبه کنید:

$$\frac{A_n}{A_d} = s \times \frac{c_n}{c_d} + b \quad (2)$$

که در آن:

a_n پاسخ اندازه‌گیری شده PAH مادر به طور مثال سطح زیر پیک؛

a_d پاسخ اندازه‌گیری شده استاندارد داخلی، به طور مثال سطح زیر پیک؛

S شیب تابع کالیبراسیون؛

c_n غلظت جرمی PAH مادر در محلول کالیبراسیون بر حسب $\mu\text{g/ml}$ ؛

c_d غلظت جرمی استاندارد داخلی در محلول کالیبراسیون بر حسب $\mu\text{g/ml}$ ؛

b محل برخورد منحنی کالیبراسیون با محور قائم.

دو نوع کالیبراسیون عبارتند از: کالیبراسیون اولیه (طبق بند ۱۱-۷-۲-۱) و کالیبراسیون روزانه (بررسی صحت کالیبراسیون اولیه)، که مورد آخر کالیبراسیون مجدد (طبق بند ۱۱-۷-۲-۲) نامیده می‌شود.

کالیبراسیون اولیه محدوده کاری خطی منحنی کالیبراسیون را مشخص می‌کند. این کالیبراسیون وقتی روش برای اولین بار استفاده می‌شود و بعد از نگهداری و/یا تعمیر تجهیزات انجام می‌شود.

کالیبراسیون مجدد اعتبار محدوده کاری خطی منحنی کالیبراسیون اولیه را بررسی کرده و قبل از هر مجموعه نمونه انجام می‌شود.

۱۱-۷-۲-۱ کالیبراسیون اولیه

کروماتوگرام‌های GC-MS یک مجموعه متشکل از حداقل ۵ محلول استاندارد را با غلظت‌هایی که محدوده غلظت‌های کالیبراسیون از جمله محلول شاهد (به پیوست الف مراجعه شود) را پوشش می‌دهد، ثبت کنید. پیک-ها را شناسایی کنید. برای هر ترکیب یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید.

۱۱-۷-۲-۲ کالیبراسیون مجدد

برای هر دسته نمونه، یک محلول استاندارد کالیبراسیون قبل و بعد از نمونه به ترتیب تزریق کنید. به طور معمول غلظت $\% (10 \pm 20)$ و $\% (10 \pm 80)$ از محدوده خطی ایجاد شده را استفاده کنید. وقتی بازیابی در محدوده $\% 80$ تا $\% 120$ است، از منحنی کالیبراسیون اولیه استفاده کنید. در غیر این صورت، خط کالیبراسیون جدید مطابق بند ۱۱-۷-۲-۱ رسم کنید.

۱۱-۷-۳ اندازه‌گیری

کروماتوگرام‌های عصاره نمونه را ثبت کنید. بر اساس زمان‌های بازداری مطلق پیک‌هایی را که می‌توانند به PAH مادر و دوتریم‌دار اختصاص یابند (برای معیار شناسایی به بند ۱۱-۷-۴ مراجعه شود) مشخص کنید. یکپارچگی پیک‌ها را مشخص کنید.

۴-۷-۱۱ شناسایی

یک PAH نشاندار شده یا مادر چنانچه تمام معیارهای ذکر شده در زیر را برآورده کند، می‌تواند به عنوان گونه‌ای که در استاندارد، شاهد، یا نمونه حضور دارد شناسایی شود. اگر معیارها برآورده نشود، هم‌نوع PAH شناسایی نشده و نتایج نباید برای مقاصد تطابق نظارتی گزارش شوند.

الف- سیگنال‌ها برای دو یون تشخیصی مشخص شده طبق جدول ۲ باید در کروماتوگرام جرمی موجود باشد و زمان‌های بازداری آنها باید حدود ± 0.2 بر پایه زمان بازداری PAH متناظر باشد.

ب- نسبت سیگنال به نویز (S/N) برای پیک GC در هر جرم باید بزرگ‌تر یا برابر ۳ برای هر PAH آشکار شده در نمونه عصاره بوده و بزرگ‌تر یا برابر ۱۰ برای تمام PAHها در استاندارد کالیبراسیون باشد.

یادآوری- استاندارد ISO 22892 همچنین می‌تواند برای کمک به شناسایی PAH مورد استفاده قرار گیرد.

۵-۷-۱۱ محاسبه

مقدار جرم هر PAH را از معادله کالیبراسیون چند نقطه‌ای روش کل با استفاده از معادله (۳) محاسبه کنید:

$$\omega_n = \frac{\left(\frac{A_n}{A_d} - b\right) \times q_d \times 100}{s \times m \times d_m} \quad (3)$$

که در آن:

ω_n مقدار هر PAH یافت شده در نمونه، بر حسب mg/kg بر اساس ماده خشک؛

A_d پاسخ اندازه‌گیری شده استاندارد داخلی متناظر در عصاره نمونه؛

A_n پاسخ اندازه‌گیری شده PAH مادر در عصاره نمونه؛

s شیب تابع کالیبراسیون؛

b محل برخورد منحنی کالیبراسیون با محور قائم؛

q_d جرم استاندارد داخلی اضافه شده به نمونه بر حسب mg؛

m جرم نمونه استفاده شده برای استخراج بر kg؛

d_m مقدار ماده خشک نمونه، تعیین شده طبق استاندارد EN 14346.

نتیجه باید بر حسب mg/kg ماده خشک بیان شده و تا یک رقم بعد از اعشار گرد شود.

۶-۷-۱۱ بررسی عملکرد روش

بازیابی (R%) استانداردهای داخلی و استخراج، به وسیله مقایسه پاسخ استانداردهای داخلی/استخراج با پاسخ استاندارد تزیقی که به عصاره نهایی اضافه شده است، می‌تواند طبق معادله (۴) محاسبه شود:

$$R\% = \frac{A_d \cdot m_{inj}}{A_{inj} \cdot m_d \cdot S_d} \times 100 \quad (4)$$

A_d و A_{inj} پاسخ‌های استاندارد داخلی و استاندارد تزریقی مربوطه در کروماتوگرام‌های یونی عصاره نمونه؛

m_{inj} جرم استاندارد تزریقی بر حسب μg ، که به عصاره نهایی افزوده شده است؛

m_d جرم استاندارد داخلی بر حسب μg ، که به نمونه قبل از استخراج افزوده شده است؛

S_d ضریب پاسخ نسبی استاندارد داخلی نشاندار شده به استاندارد تزریقی به صورت ثبت شده برای محلول کالیبراسیون؛

f کسری از عصاره نمونه که تحت تصفیه قرار گرفته است. (به طور مثال $f=1$ برای کل عصاره، $f=0.5$ یعنی نیمی از عصاره استفاده شده است).

R بازیابی بر حسب درصد.

مقادیر محاسبه شده برای غلظت‌های هم‌نوع مادری در نمونه فقط وقتی قابل قبول در نظر گرفته می‌شود که بازیابی استانداردهای داخلی بیشتر از ۵۰٪ باشد و از ۱۲۰٪ تجاوز نکند.

۱۲ ویژگی‌های عملکرد

ویژگی‌های عملکرد روش داده شده در جدول ۳ با یک مطالعه مقایسه‌ای بین اروپایی بر روی هفت پسماند که به صورت نوعی با PAH آلوده شده (نخاله ساختمانی^۱، قیر پشت بام^۲، خاک آلوده^۳، لجن^۴، پسماند زیستی^۵، بخش خرد شده سبک^۶ و پسماند چوب^۷) تصدیق شده است. نتایج این مطالعه تجدیدپذیر برای مجموع ۱۶ PAH در محدوده ۱۴٪ تا ۲۶٪ را نشان می‌دهد. تجدیدپذیری برای هر PAH به طور نوعی بین ۱۴٪ و ۵۰٪ برای نفتالین، اسنافتیلن، آنتراسن و دی بنزو (a,h) آنتراسن بود، تجدیدپذیری در چند مورد به ویژه در سطوح پایین بیشتر از ۵۰٪ بود. با این وجود مطالعه اعتبار سنجی عملکرد خوبی را برای طیف گسترده‌ای از مواد و غلظت‌ها نشان می‌دهد. این مطالعه در سال ۲۰۰۷ انجام شد. تنها داده‌هایی که غلظت کافی نمونه مورد تجزیه (بیشتر از ۰.۱ mg/kg) را نشان می‌دهد گزارش شده است.

-
- 1- Building debris
 - 2- Roofing tar
 - 3- Contaminated soil
 - 4- Sludge
 - 5- Biowaste
 - 6-Shredder light fraction
 - 7-Waste wood

جدول ۳- خلاصه ویژگی‌های انطباق برای تعیین PHA در پسماند

| نمونه | نمونه تجزیه‌ای | O % | P | N | برون‌یابی | m mg/kg | S _R mg/kg | S _R mg/kg | S _r mg/kg | S _r mg/kg |
|--------------|------------------------|---------|------|----|-----------|---------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| پسماند زیستی | آنتراسن | ۶٫۷ | ۱۵ | ۳۰ | ۱ | ۰٫۳۸۵ | ۰٫۱۰۷ | ۲۷٫۸ | ۰٫۰۲ | ۵٫۲ |
| | بنزو (a) پیرن | ۲۰٫۰ | ۱۵ | ۳۰ | ۳ | ۲٫۰۹۲ | ۰٫۵۱۱ | ۲۴٫۴ | ۰٫۰۸۳ | ۴٫۰ |
| | بنزو (g,h,i) پرلین | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۰ | ۱ | ۱٫۲۷۷ | ۰٫۲۲۱ | ۱۷٫۳ | ۰٫۱۲۱ | ۹٫۵ |
| | بنزو (a) آنتراسن | ۶٫۷ | ۱۵ | ۳۰ | ۱ | ۲٫۵۵۵ | ۰٫۴۷۳ | ۱۸٫۵ | ۰٫۲۶ | ۱۰٫۲ |
| | بنزو (b) فلئورانتین | ۶٫۷ | ۱۵ | ۳۲ | ۱ | ۲٫۵۲۹ | ۰٫۹۵ | ۳۷٫۶ | ۰٫۲۲۳۹ | ۹٫۵ |
| | بنزو (k) فلئورانتین | ۰٫۰ | ۱۶ | ۳۲ | ۰ | ۱٫۵۲۳ | ۰٫۶۷۵ | ۴۴٫۳ | ۰٫۲۰۹ | ۱۳٫۷ |
| | کریزین | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۲٫۵۲۹ | ۰٫۷۴۳ | ۲۹٫۴ | ۰٫۱۳۸ | ۵٫۵ |
| | بنزو (a,h) آنتراسن | ۱۲٫۵ | ۱۶ | ۳۲ | ۲ | ۰٫۴۲۹ | ۰٫۰۹۵ | ۲۲٫۱ | ۰٫۰۴۷ | ۱۱٫۰ |
| | فلئورانتین | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۴٫۰۵۱ | ۰٫۹۰۴ | ۲۲٫۳ | ۰٫۲۲۸ | ۵٫۶ |
| | ایندو (1,2,3,c,d) پیرن | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۱٫۴۲۳ | ۰٫۳۸۲ | ۲۶٫۸ | ۰٫۱۱۷ | ۸٫۲ |
| | فنانتین | ۱۸٫۸ | ۱۶ | ۳۲ | ۳ | ۱٫۴۱۶ | ۰٫۲۳۵ | ۱۶٫۶ | ۰٫۰۳۶ | ۲٫۵ |
| | پیرن | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۳٫۱۰۹ | ۰٫۵۹۴ | ۱۹٫۱ | ۰٫۲۰۸ | ۶٫۷ |
| | مجموع ۱۶ PHA | ۱۱۳٫۳ | ۱۵ | ۳۰ | ۲ | ۲۳٫۱۲۲ | ۴٫۶۵ | ۲۰٫۱ | ۱٫۲۷ | ۵٫۵ |
| | نخاله ساختمانی | اسنافتن | ۱۲٫۵ | ۱۶ | ۳۲ | ۲ | ۱۰٫۸۲ | ۱٫۸۰۸ | ۱۶٫۷ | ۰٫۳۹۳ |
| اسنافتیلین | | ۱۸٫۸ | ۱۶ | ۳۲ | ۳ | ۰٫۱۶۸ | ۰٫۱۷۷ | ۱۰۵٫۴ | ۰٫۰۱۲ | ۷٫۱ |
| آنتراسن | | ۲۵٫۰ | ۱۶ | ۳۲ | ۴ | ۱٫۸۷۱ | ۰٫۹۸۷ | ۵۲٫۸ | ۰٫۰۳۱ | ۱٫۷ |
| فلئورانتین | | ۰٫۰ | ۱۶ | ۳۲ | ۰ | ۶۰٫۴۲ | ۱۹٫۶۴ | ۳۲٫۵ | ۱۱٫۱۳۲ | ۱۸٫۴ |
| فلئورون | | ۰٫۰ | ۱۶ | ۳۲ | ۰ | ۹٫۴۰۲ | ۱٫۳۵۲ | ۱۴٫۴ | ۰٫۴۲۱ | ۴٫۵ |
| نفتالن | | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۰٫۱۱۵ | ۰٫۰۳۱ | ۲۷٫۰ | ۰٫۰۱۱ | ۹٫۶ |
| فنانتین | | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۷۵٫۳۹ | ۲۲٫۰۰ | ۲۹٫۲ | ۵٫۵۹ | ۷٫۴ |
| پیرن | | ۰٫۰ | ۱۶ | ۳۲ | ۰ | ۲۸٫۹۳ | ۸٫۰۹۱ | ۲۸٫۰ | ۴٫۵۰۴ | ۱۵٫۶ |
| مجموع ۱۶ PHA | | ۰٫۰ | ۱۶ | ۳۲ | ۰ | ۱۹۳٫۳ | ۴۹٫۹۸ | ۲۵٫۹ | ۱۴٫۵۷۴ | ۷٫۵ |

جدول ۳-ادامه

| S _F mg/kg | s _F mg/kg | S _R mg/kg | s _R mg/kg | m mg/kg | برون یابی | N | P | O % | نمونه تجزیه‌ای | نمونه |
|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|------------|-----------|----|----|--------|-------------------------|-----------|
| ۶۵ | ۰٫۰۱۵ | ۳۱٫۳ | ۰٫۰۷۲ | ۰٫۲۳ | ۰ | ۳۰ | ۱۵ | ۰٫۰ | اسنافتن | خاک آلوده |
| ۱۳٫۷ | ۰٫۰۴۲ | ۶۱٫۶ | ۰٫۱۸۹ | ۰٫۳۰۷ | ۳ | ۳۰ | ۱۵ | ۲۰٫۰ | اسنافتیلن | |
| ۱۴٫۴ | ۰٫۱۶۵ | ۵۱٫۵ | ۰٫۵۹۱ | ۱٫۱۴۷ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | آنتراسن | |
| ۳٫۹ | ۰٫۱۶ | ۱۸٫۶ | ۰٫۷۶ | ۴٫۰۷۷ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | بنزو (a) پیرن | |
| ۲٫۷ | ۰٫۰۸۲ | ۱۸٫۲ | ۰٫۵۵۷ | ۳٫۰۵۷ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | بنزو (g,h,i) پرین | |
| ۳٫۷ | ۰٫۱۶۸ | ۱۵٫۲ | ۰٫۶۹۲ | ۴٫۵۴۹ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | بنزو (a) آنتراسن | |
| ۵٫۷ | ۰٫۲۹۱ | ۲۴٫۱ | ۱٫۲۳۴ | ۵٫۱۲۶ | ۲ | ۳۲ | ۱۶ | ۱۲٫۵ | بنزو (b) فلوئورانتین | |
| ۴٫۲ | ۰٫۱۱۵ | ۳۵٫۲ | ۰٫۹۷۱ | ۲٫۷۵۵ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | بنزو (k) فلوئورانتین | |
| ۸٫۸ | ۰٫۴۳۷ | ۲۳٫۸ | ۱٫۱۸ | ۴٫۹۵۲ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | کریزین | |
| ۵٫۵ | ۰٫۰۴۹ | ۳۸٫۲ | ۰٫۳۴ | ۰٫۸۹۱ | ۳ | ۳۲ | ۱۶ | ۱۸٫۸ | دی بنزو (a,h) آنتراسن | |
| ۱۱٫۱ | ۱٫۱۴۴ | ۲۴٫۶ | ۲٫۵۳۶ | ۱۰٫۳۱ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | فلوئورانتین | |
| ۶٫۶ | ۰٫۰۳ | ۲۳٫۱ | ۰٫۱۰۶ | ۰٫۴۵۸ | ۰ | ۳۱ | ۱۶ | ۰٫۰ | فلوئورن | |
| ۱۶٫۶ | ۰٫۵۹۱ | ۲۸٫۹ | ۱٫۰۲۶ | ۳٫۵۵۴ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | ایندهو (1,2,3,c,d) پیرن | |
| ۲٫۲ | ۰٫۰۱۷ | ۲۶٫۳ | ۰٫۱۹۹ | ۰٫۷۵۷ | ۳ | ۳۲ | ۱۶ | ۱۸٫۸ | نفتالن | |
| ۴٫۱ | ۰٫۲۸۱ | ۲۰٫۹ | ۱٫۴۳۴ | ۶٫۸۶۸ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | فنانترین | |
| ۱۱٫۱ | ۰٫۸۶۶ | ۱۹٫۴ | ۱٫۵۱۵ | ۷٫۷۵۹ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | پیرن | |
| ۲٫۵ | ۱٫۴۱۷ | ۱۴٫۳ | ۸٫۲۰ | ۵۷٫۵۰ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | مجموع ۱۶ PHA | |
| ۶٫۳ | ۲٫۲۲۵ | ۴۲٫۰ | ۱۴٫۹۱ | ۳۵٫۴۸ | ۲ | ۳۱ | ۱۶ | ۱۲٫۵ | اسنافتیلن | |
| ۷٫۴ | ۱۲٫۲۰ | ۳۳٫۷ | ۵۵٫۵۸ | ۱۶۴٫۹ | ۳ | ۳۲ | ۱۶ | ۱۸٫۸ | آنتراسن | |
| ۸٫۲ | ۲۷٫۵۶ | ۲۰٫۴ | ۶۸٫۳۰ | ۳۳۵٫۳ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | بنزو (a) پیرن | |
| ۵٫۷ | ۱۱٫۸۵ | ۱۷٫۷ | ۳۶٫۶۳ | ۲۰۷٫۲ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | بنزو (g,h,i) پرین | |
| ۵٫۵ | ۳۱٫۹۲ | ۱۴٫۰ | ۸۰٫۸۵ | ۵۷۷٫۹ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | بنزو (a) آنتراسن | |

جدول ۳-ادامه

| S _F mg/kg | s _F mg/kg | S _R mg/kg | s _R mg/kg | m mg/kg | برون یابی | N | P | O % | نمونه تجزیه‌ای | نمونه |
|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|------------|-----------|----|----|--------|------------------------|-----------------|
| ۴,۳ | ۲۱,۶۴ | ۳۵,۲ | ۱۷۷,۸ | ۵۰,۴۹ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶,۳ | بنزو (b) فلوئورانتین | فیبر پشت بام |
| ۴,۲ | ۹,۱۵۴ | ۴۰,۳ | ۸۸,۶۲ | ۲۱۹,۹ | ۱ | ۳۰ | ۱۵ | ۶,۷ | بنزو (k) فلوئورانتین | |
| ۴,۴ | ۲۸,۴۵ | ۲۱,۷ | ۱۳۹,۰ | ۶۴۰,۱ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶,۳ | کریزین | |
| ۶,۸ | ۴,۰۷۹ | ۳۴,۹ | ۲۰,۷۹ | ۵۹,۶۶ | ۱ | ۳۲ | ۱۵ | ۶,۷ | دی بنزو (a,h) آنتراسن | |
| 3/4 | ۱۶۸,۲ | ۲۴,۵ | ۹۵۲,۷ | ۳۸۸۶ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶,۳ | فلوئورانتین | |
| ۶,۵ | ۲۷,۲۹ | ۲۹,۱ | ۱۲۲,۳ | ۴۱۹,۸ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰,۰ | فلوئورن | |
| ۶,۹ | ۱۵,۱۲ | ۲۳,۵ | ۵۱,۵۵ | ۲۱۹,۵ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰,۰ | ایندو (1,2,3,c,d) پیرن | |
| ۴,۵ | ۰,۴۰۰ | ۲۱,۶ | ۱,۹۳۲ | ۸,۹۴۳ | ۱ | ۲۷ | ۱۴ | ۷,۱ | نفتالن | |
| ۲,۷ | ۸۲,۹۹ | ۲۵,۳ | ۷۸۳,۷ | ۳۰,۹۱ | ۰ | ۳۰ | ۱۵ | ۰,۰ | فنانتین | |
| 1/4 | ۸۷,۷۰ | ۳۴,۰ | ۷۲۸,۹ | ۲۱۴۶ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶,۳ | پیرن | |
| ۳,۳ | ۴۲۳,۰ | ۱۹,۶ | ۲۵۵۶ | ۱۳۰,۱۳ | ۰ | ۳۰ | ۱۵ | ۰,۰ | مجموع ۱۶ PHA | |
| ۱۲,۸ | ۰,۰۵۷ | ۳۷,۲ | ۰,۱۶۶ | ۰,۴۴۶ | ۰ | ۳۰ | ۱۵ | ۰,۰ | اسنافتن | بخش خرد شده سبک |
| ۱۹,۸ | ۰,۰۴۹ | ۷۴,۱ | ۰,۱۸۳ | ۰,۲۴۷ | ۲ | ۳۰ | ۱۵ | ۱۳,۳ | اسنافتیلن | |
| ۱۰,۳ | ۰,۲۰۷ | ۶۰,۰ | ۱,۲۰۵ | ۲,۰۱۰ | ۰ | ۳۰ | ۱۵ | ۰,۰ | آنتراسن | |
| ۱۴,۳ | ۰,۲۱۵ | ۲۳,۱ | ۰,۳۴۸ | ۱,۵۰۴ | ۱ | ۳۰ | ۱۵ | ۶,۷ | بنزو (a) پیرن | |
| ۸,۸ | ۰,۱۰۵ | ۲۰,۸ | ۰,۲۴۷ | ۱,۱۸۸ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶,۳ | بنزو (g,h,i) پرلین | |
| ۹,۴ | ۰,۱۹۱ | ۲۲,۴ | ۰,۴۵۴ | ۲,۰۲۴ | ۲ | ۳۲ | ۱۶ | ۱۲,۵ | بنزو (a) آنتراسن | |
| ۹,۴ | ۰,۲۳۶ | ۴۳,۱ | ۱,۰۸۲ | ۲,۵۱۲ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰,۰ | بنزو (b) فلوئورانتین | |
| ۸,۲ | ۰,۰۹۷ | ۳۰,۹ | ۰,۳۶۴ | ۱,۱۷۷ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶,۳ | بنزو (k) فلوئورانتین | |
| ۷,۷ | ۰,۲۰۵ | ۲۶,۹ | ۰,۷۱۴ | ۲,۶۵۸ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰,۰ | کریزین | |
| ۷,۷ | ۰,۰۲۶ | ۵۲,۲ | ۰,۱۷۷ | ۰,۳۳۹ | ۲ | ۳۰ | ۱۵ | ۱۳,۳ | دی بنزو (a,h) آنتراسن | |
| ۷,۹ | ۰,۴۱۹ | ۲۳,۹ | ۱,۲۷ | ۵,۳۰۴ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶,۳ | فلوئورانتین | |
| ۱۴,۷ | ۰,۰۷۱ | ۴۹,۹ | ۰,۲۴۱ | ۰,۴۸۳ | ۱ | ۳۰ | ۱۵ | ۶,۷ | فلوئورن | |

جدول ۳-ادامه

| S _F mg/kg | s _F mg/kg | S _R mg/kg | s _R mg/kg | m mg/kg | برون یابی | N | P | O % | نمونه |
|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|------------|-----------|----|----|--------|---------------------------|
| ۱۳٫۰ | ۰٫۱۵۹ | ۳۰٫۲ | ۰٫۳۶۹ | ۱٫۲۲۳ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | ایندو (1,2,3,c,d) پیرن |
| ۸٫۵ | ۰٫۰۶۶ | ۳۴٫۱ | ۰٫۲۶۵ | ۰٫۷۷۷ | ۲ | ۳۲ | ۱۶ | ۱۲٫۵ | نفتالن |
| ۳٫۶ | ۰٫۳۲۱ | ۳۴٫۱ | ۳٫۰۰۹ | ۸٫۸۳۵ | ۲ | ۳۲ | ۱۶ | ۱۲٫۵ | فنانترین |
| ۹٫۷ | ۰٫۳۸۷ | ۲۲٫۴ | ۰٫۸۹۹ | ۴٫۰۰۹ | ۱ | ۳۲ | ۱۵ | ۶٫۷ | پیرن |
| ۶٫۳ | ۲٫۲۸۴ | ۲۰٫۵ | ۷٫۴۷۴ | ۳۶٫۴۶ | ۰ | ۳۰ | ۱۵ | ۰٫۰ | مجموع ۱۶ PHA |
| ۶٫۲ | ۰٫۰۲۲ | ۲۸٫۲ | ۰٫۱۰۰ | ۰٫۳۵۴ | ۰ | ۳۰ | ۱۵ | ۰٫۰ | اسنافتن |
| ۱۰٫۳ | ۰٫۰۲۸ | ۴۲٫۱ | ۰٫۱۱۵ | ۰٫۲۷۳ | ۱ | ۳۰ | ۱۶ | ۶٫۳ | آنتراسن |
| ۶٫۶ | ۰٫۰۴۸ | ۲۶٫۸ | ۰٫۱۹۵ | ۰٫۷۲۷ | ۲ | ۳۲ | ۱۶ | ۱۲٫۵ | بنزو (a) پیرن |
| ۱۰٫۴ | ۰٫۰۶۵ | ۴۴٫۳ | ۰٫۲۷۷ | ۰٫۶۲۵ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | بنزو (g,h,i) پرلین |
| ۸٫۱ | ۰٫۰۶۴ | ۱۶٫۰ | ۰٫۱۲۷ | ۰٫۷۹۳ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | بنزو (a) آنتراسن |
| ۱۵٫۸ | ۰٫۱۸۱ | ۴۴٫۰ | ۰٫۵۰۳ | ۱٫۱۴۴ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | بنزو (b) فلئورانتین |
| ۸٫۶ | ۰٫۰۵۶ | ۴۸٫۲ | ۰٫۳۱۵ | ۰٫۶۵۳ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | بنزو (k) فلئورانتین |
| ۶٫۵ | ۰٫۰۵۸ | ۲۴٫۰ | ۰٫۲۱۴ | ۰٫۸۹۱ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | کرزین |
| ۸٫۳ | ۰٫۰۱۱ | ۵۶٫۴ | ۰٫۰۷۵ | ۰٫۱۳۳ | ۲ | ۳۰ | ۱۵ | ۱۳٫۳ | دی بنزو (a,h) آنتراسن |
| ۳٫۹ | ۰٫۰۷۷ | ۲۹٫۵ | ۰٫۵۷۸ | ۱٫۹۵۹ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | فلئورانتین |
| ۴٫۷ | ۰٫۰۲ | ۲۷٫۷ | ۰٫۱۱۹ | ۰٫۴۲۹ | ۰ | ۳۱ | ۱۶ | ۰٫۰ | فلئورن |
| ۱۴٫۵ | ۰٫۰۹۹ | ۳۷٫۰ | ۰٫۲۵۳ | ۰٫۶۸۴ | ۰ | ۳۰ | ۱۵ | ۰٫۰ | ایندو (1,2,3,c,d) پیرن |
| ۱۰٫۷ | ۰٫۰۲۶ | ۵۳٫۵ | ۰٫۱۳ | ۰٫۲۴۳ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | نفتالن |
| ۴٫۵ | ۰٫۰۵۷ | ۲۱٫۸ | ۰٫۲۷۵ | ۰٫۲۶۱ | ۲ | ۳۲ | ۱۶ | ۱۲٫۵ | فنانترین |
| ۴٫۸ | ۰٫۰۶۱ | ۱۹٫۲ | ۰٫۲۴۶ | ۱٫۲۸۳ | ۱ | ۳۲ | ۱۶ | ۶٫۳ | پیرن |
| ۴٫۸ | ۰٫۵۷۳ | ۲۱٫۳ | ۲٫۵۳۶ | ۱۱٫۹۰ | ۰ | ۳۲ | ۱۶ | ۰٫۰ | مجموع ۱۶ PHA |

جدول ۳- ادامه

| نمونه | نمونه تجزیه‌ای | O % | P | N | برون‌بابی | m mg/kg | S _R mg/kg | S _R mg/kg | S _r mg/kg | S _r mg/kg |
|---------------|------------------------|------|----|----|-----------|---------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| سیماند پون | اسنافتن | ۶٫۷ | ۱۵ | ۳۰ | ۱ | ۰٫۵۲۵ | ۰٫۱۷۵ | ۳۳٫۳ | ۰٫۰۳۳ | ۶٫۳ |
| | آنتراسن | ۰٫۰ | ۱۶ | ۳۲ | ۰ | ۲٫۷۱۹ | ۱٫۰۸۴ | ۳۹٫۹ | ۰٫۲۲۴ | ۸٫۲ |
| | بنزو (a) پیرن | ۰٫۰ | ۱۶ | ۳۲ | ۰ | ۱۷٫۱۶ | ۳٫۲۰۷ | ۱۸٫۷ | ۰٫۹۳۴ | ۵٫۴ |
| | بنزو (g,h,i) پرین | ۰٫۰ | ۱۶ | ۳۲ | ۰ | ۱۰٫۳۱ | ۱٫۵۳۴ | ۱۴٫۹ | ۰٫۵۷۴ | ۵٫۶ |
| | بنزو (a) آنتراسن | ۶٫۷ | ۱۵ | ۳۰ | ۱ | ۲۰٫۴۰ | ۳٫۵۱۶ | ۱۷٫۲ | ۰٫۵۵ | ۲٫۷ |
| | بنزو (b) فلئورانتین | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۲۱٫۸۲ | ۸٫۳۷۲ | ۳۸٫۴ | ۰٫۷۲۳ | ۳٫۳ |
| | بنزو (k) فلئورانتین | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۱۱٫۱۷ | ۴٫۲۷۳ | ۳۸٫۳ | ۰٫۴۲۴ | ۳٫۸ |
| | کریزین | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۱۸٫۸۰ | ۴٫۱۷۳ | ۲۲٫۲ | ۰٫۶۱۲ | ۳٫۳ |
| | دی بنزو (a,h) آنتراسن | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۳٫۶۲۲ | ۰٫۸۸۱ | ۲۴٫۳ | ۰٫۳۵۱ | ۹٫۷ |
| | فلئورانتین | ۱۲٫۵ | ۱۶ | ۳۲ | ۲ | ۲۹٫۲۴ | ۶٫۶۳۲ | ۲۲٫۷ | ۰٫۹۳ | ۳٫۲ |
| | فلئورن | ۱۳٫۳ | ۱۵ | ۳۰ | ۲ | ۰٫۳۶۹ | ۰٫۱۰۳ | ۲۷٫۹ | ۰٫۰۲۶ | ۷٫۰ |
| | ایندو (1,2,3,c,d) پیرن | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۱۱٫۹۱ | ۲٫۲۸۷ | ۱۹٫۲ | ۰٫۳۷۲ | ۳٫۱ |
| | نفتالن | ۱۴٫۳ | ۱۴ | ۲۸ | ۲ | ۰٫۱۶۴ | ۰٫۰۷ | ۴۲٫۷ | ۰٫۰۱۹ | ۱۱٫۶ |
| | فنانترین | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۱۰٫۵۴ | ۲٫۵۰۶ | ۲۳٫۸ | ۰٫۲۸۵ | ۲٫۷ |
| | پیرن | ۶٫۳ | ۱۶ | ۳۲ | ۱ | ۲۲٫۲۱ | ۴٫۷۰۶ | ۲۱٫۲ | ۰٫۹۴۸ | ۴٫۳ |
| | مجموع ۱۶ PHA | ۱۲٫۵ | ۱۶ | ۳۲ | ۲ | ۱۸۱٫۶۱ | ۲۶٫۶۱ | ۱۴٫۶ | ۱۰۶٫۳ | ۱٫۷ |

p تعداد آزمایشگاه‌ها قبل از حذف نقاط دور افتاده

N تعداد مقادیر مشاهده شده

O درصد نقاط دور افتاده

m مقدار میانگین

S_R تخمین انحراف استاندارد تجدیدپذیر

S_R تخمین انحراف استاندارد تجدیدپذیر نسبی

S_r تخمین انحراف استاندارد تکرارپذیر

S_r تخمین انحراف استاندارد تکرارپذیر نسبی

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل دارای اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۳ ارجاع به این استاندارد ملی؛

۲-۱۳ ارجاع به روش‌های مورد استفاده برای استخراج و تصفیه؛

۳-۱۳ مشخصات کامل نمونه؛

۴-۱۳ نتایج تعیین؛

۵-۱۳ جزئیاتی که در این استاندارد مشخص نشده یا اختیاری است و همچنین هر گونه عوامل دیگر که ممکن است نتیجه را تحت تاثیر قرار دهد.

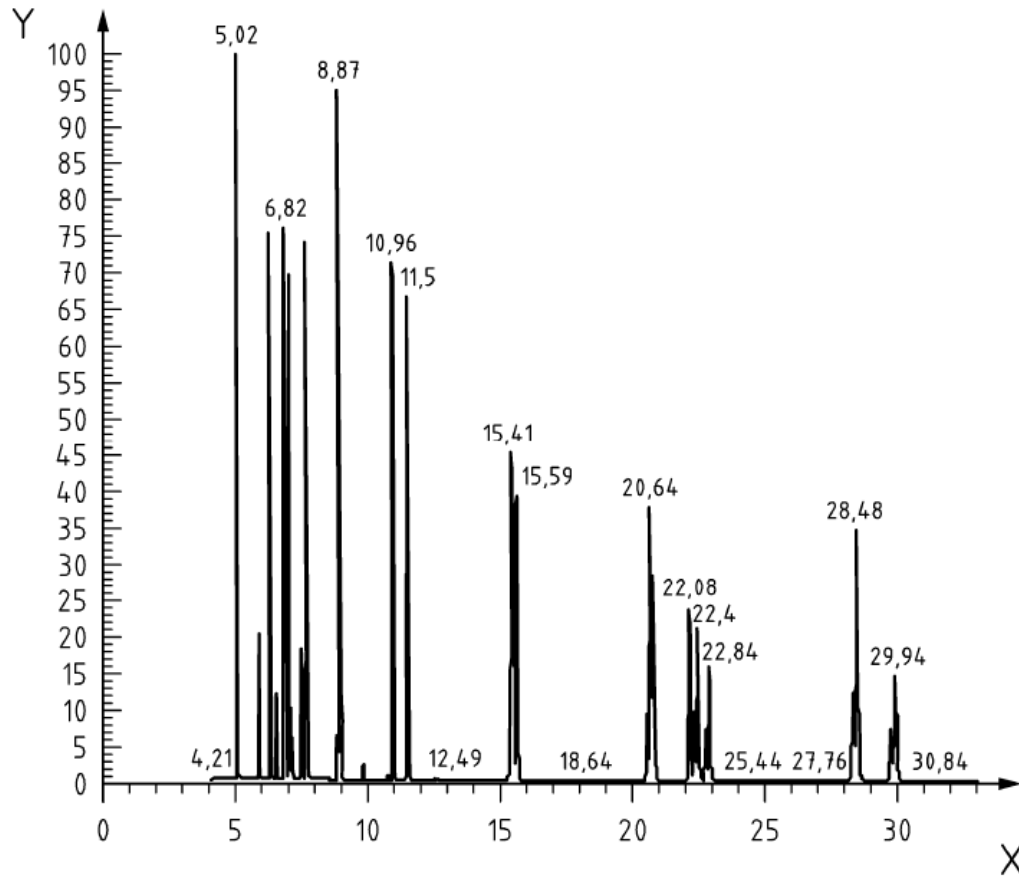
۶-۱۳ تاریخ انجام آزمون

پیوست الف

(اطلاعاتی)

کروماتوگرام‌های نمایانگر^۱

الف- ۱ کروماتوگرام کل یون‌های تمام ۱۶ نوع PAH حاوی استانداردهای داخلی



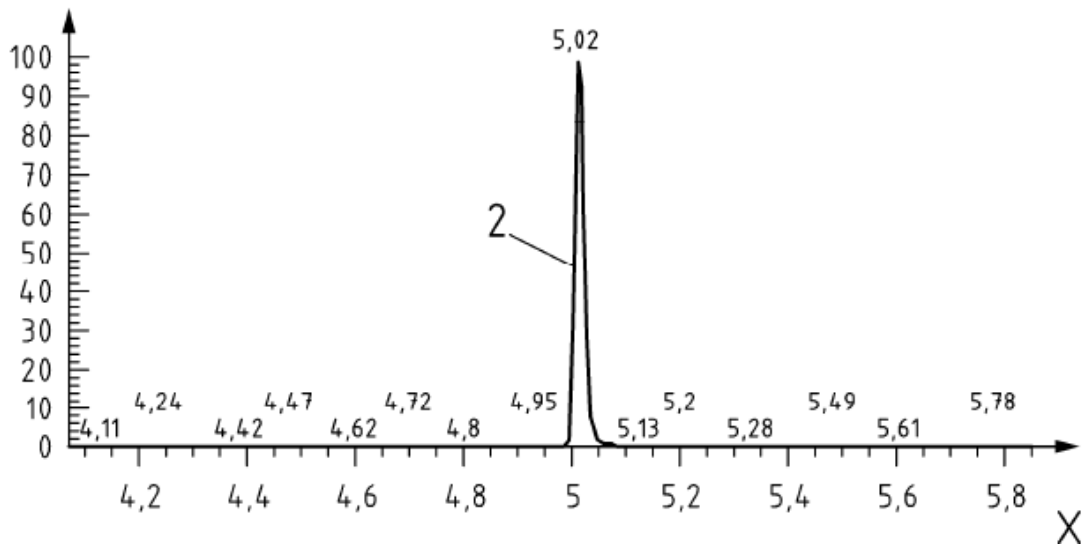
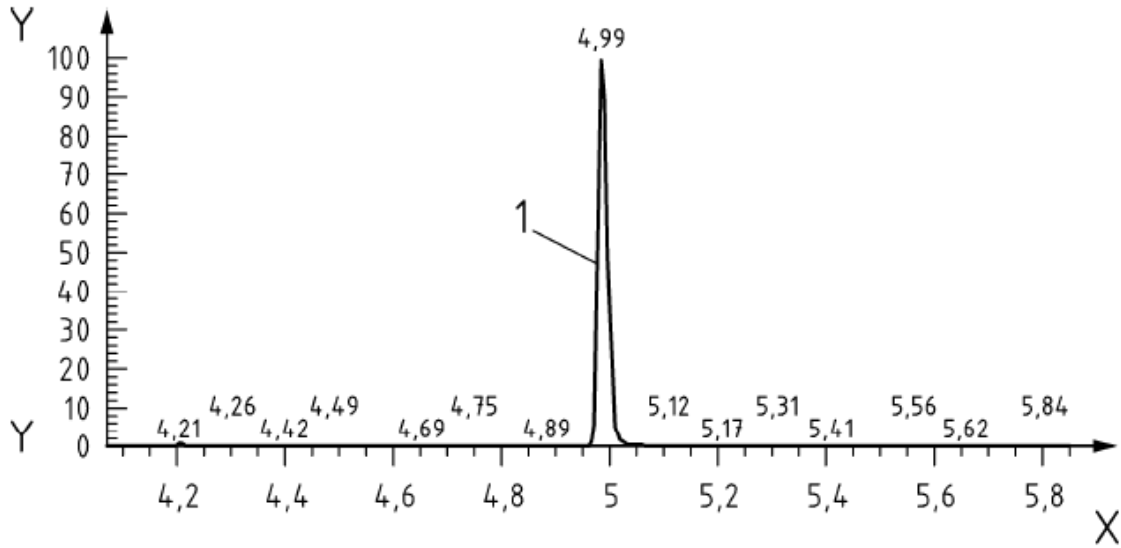
راهنما:

X زمان بر حسب دقیقه

Y فراوانی نسبی

شکل الف ۱- کروماتوگرام کل یون‌های تمام ۱۶ نوع PAH حاوی استانداردهای داخلی

الف-۲ کروماتوگرامهای هر PAH در حالت پایش تک تک یونها



راهنما:

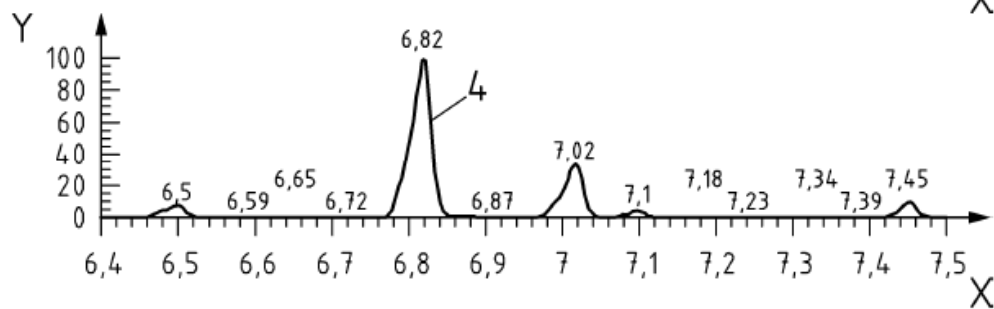
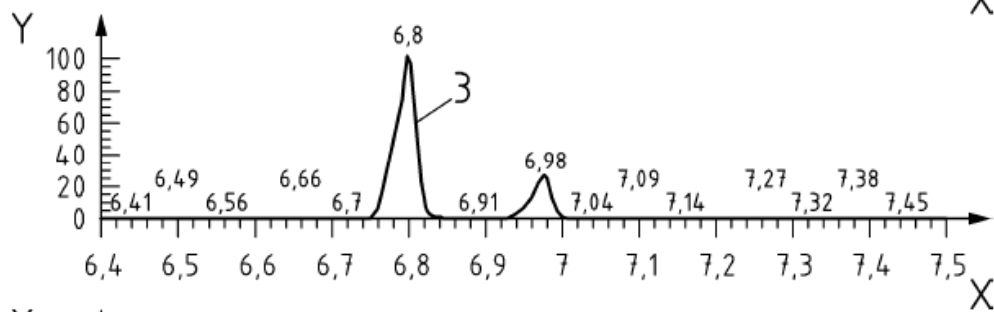
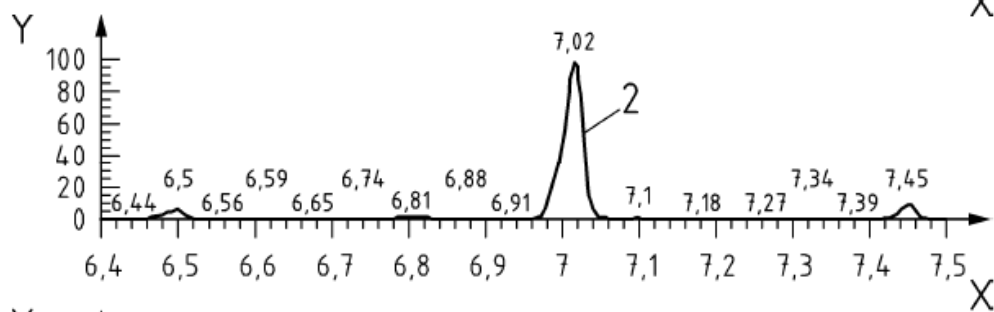
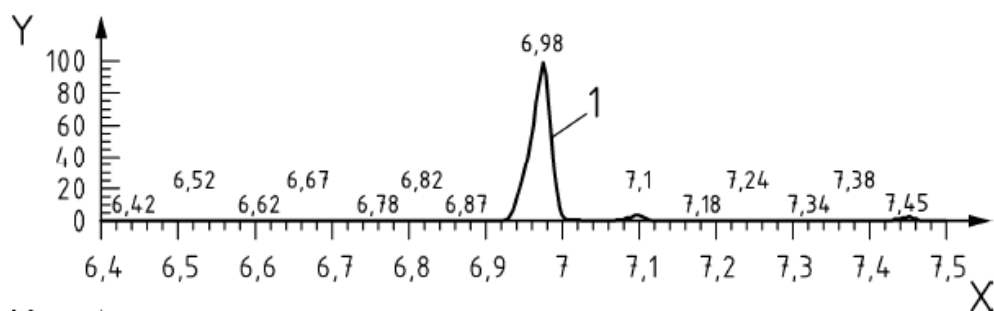
X زمان بر حسب دقیقه

Y فراوانی نسبی

۱ نفتالن D₈

۲ نفتالن

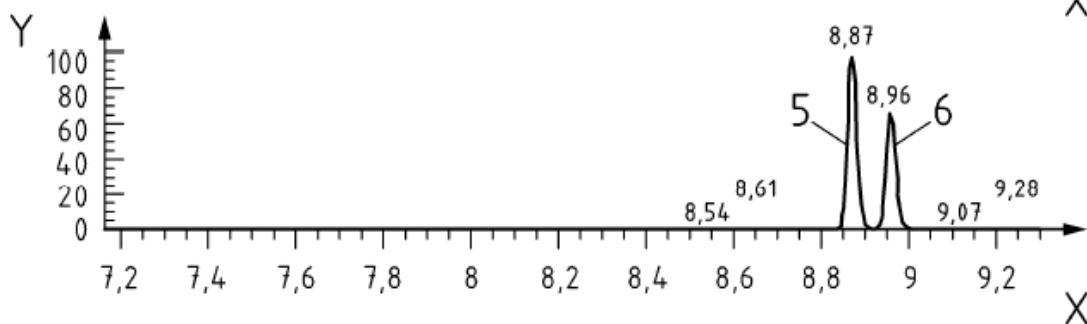
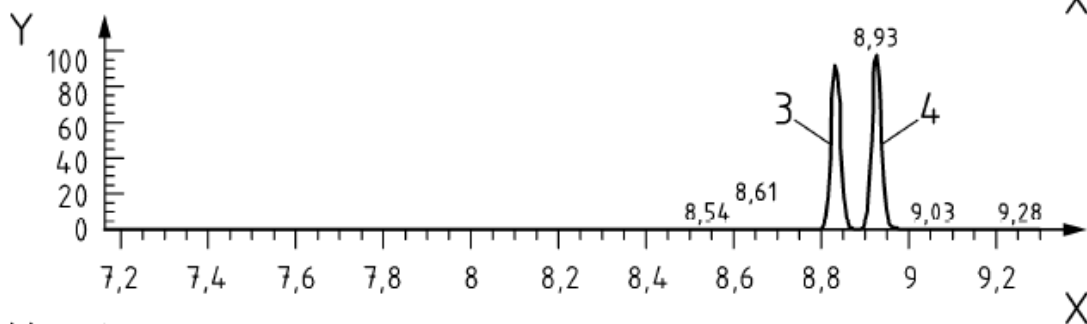
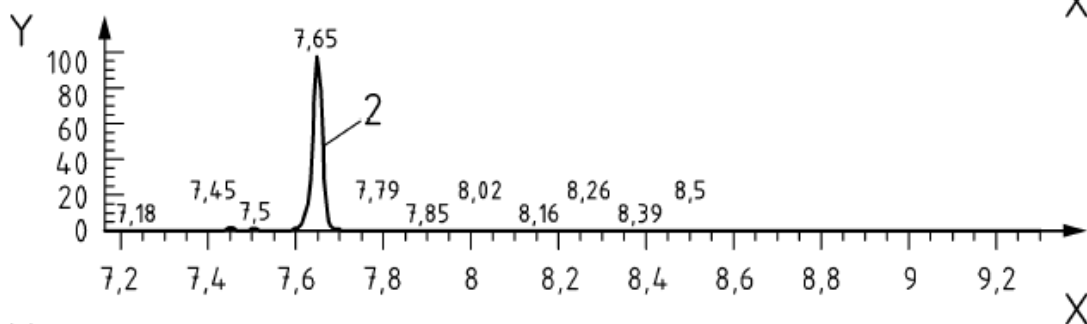
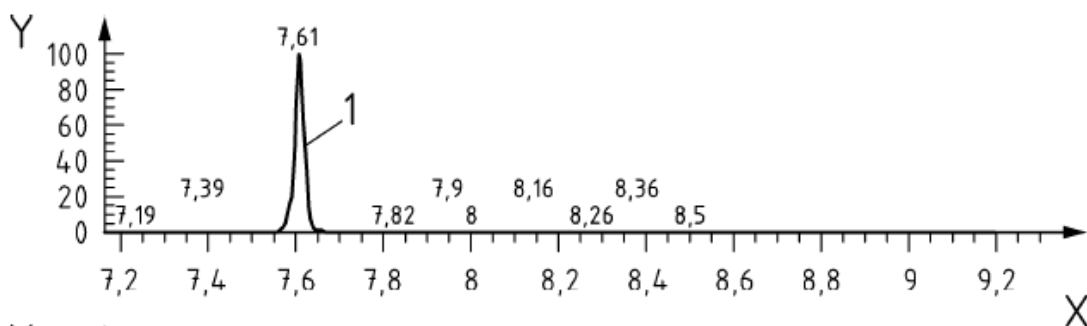
شکل الف ۲- نفتالن



راهنما:

| | |
|---|-------------------|
| X | زمان بر حسب دقیقه |
| Y | فراوانی نسبی |
| ۱ | اسنافتن-D10 |
| ۲ | اسنافتن |
| ۳ | اسنافتیلن-D8 |
| ۴ | اسنافتیلن |

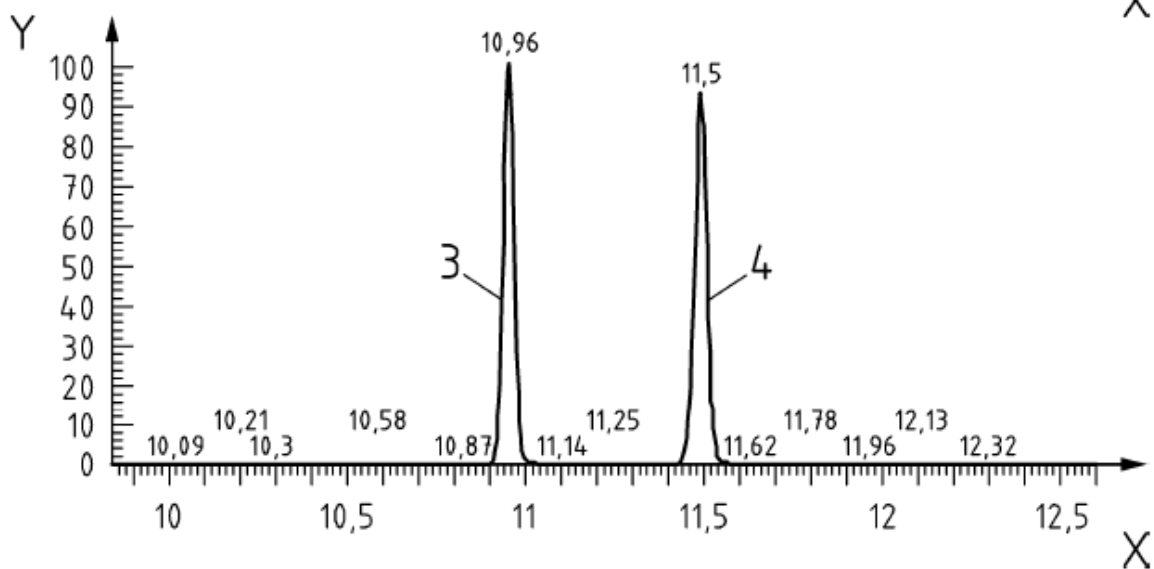
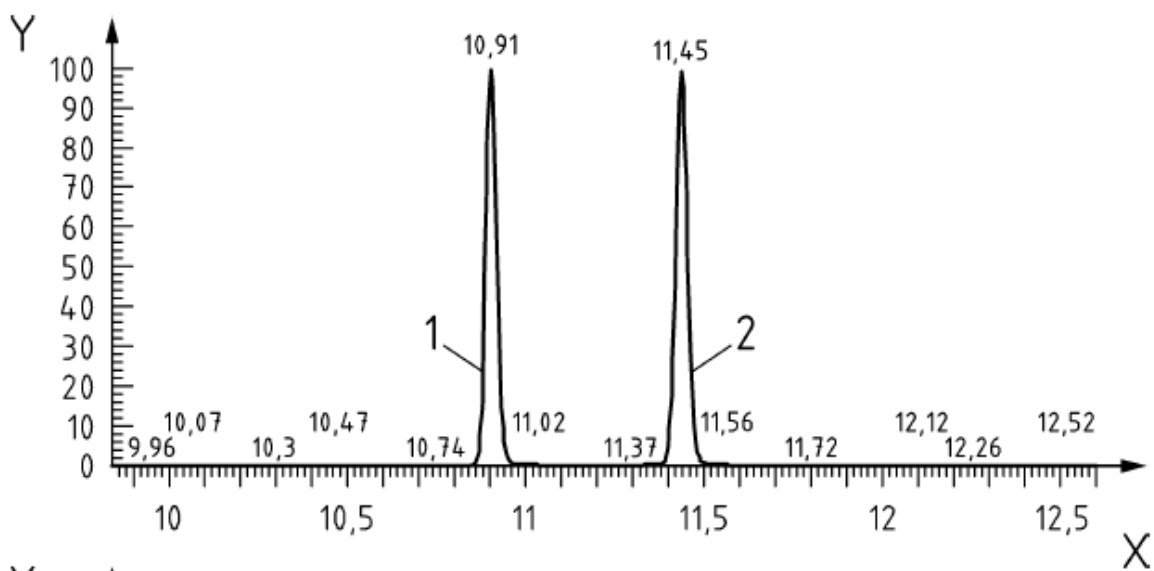
شکل الف ۳- اسنافتن و اسنافتیلن



راهنما:

| | |
|---|--------------------|
| X | زمان بر حسب دقیقه |
| Y | فراوانی نسبی |
| ۱ | فلوئورن- D_{10} |
| ۲ | فلوئورن |
| ۳ | فنانترون- D_{10} |
| ۴ | آنتراسن- D_{10} |
| ۵ | فنانترون |
| ۶ | آنتراسن |

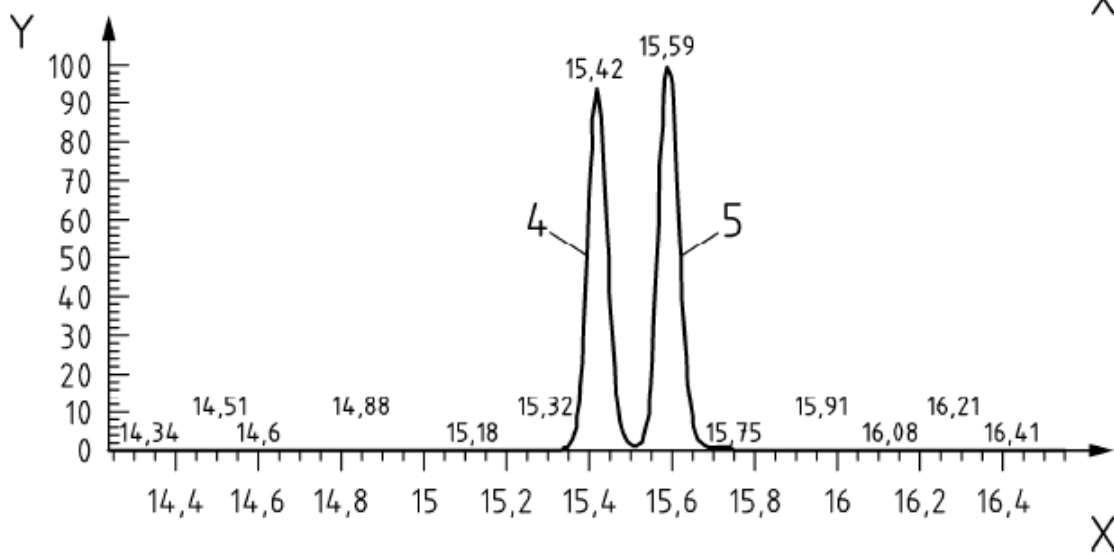
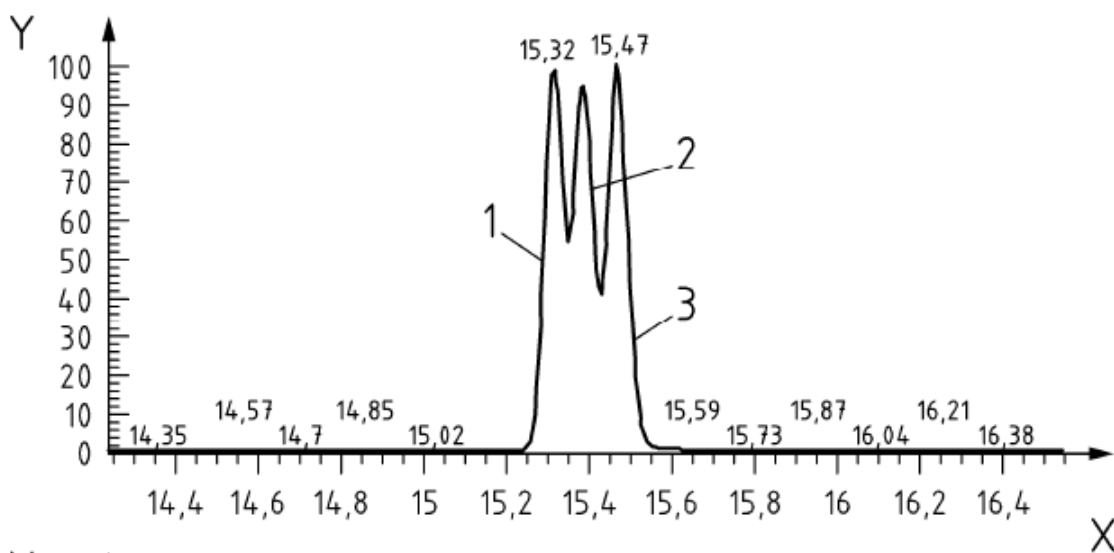
شکل الف ۴- فلوئورن، فنانترون و آنتراسن



راهنما:

| | |
|---|-----------------------|
| X | زمان بر حسب دقیقه |
| Y | فراوانی نسبی |
| ۱ | فلوئورانتین- D_{10} |
| ۲ | پیرن- D_{10} |
| ۳ | فلوئورانتین |
| ۴ | پیرن |

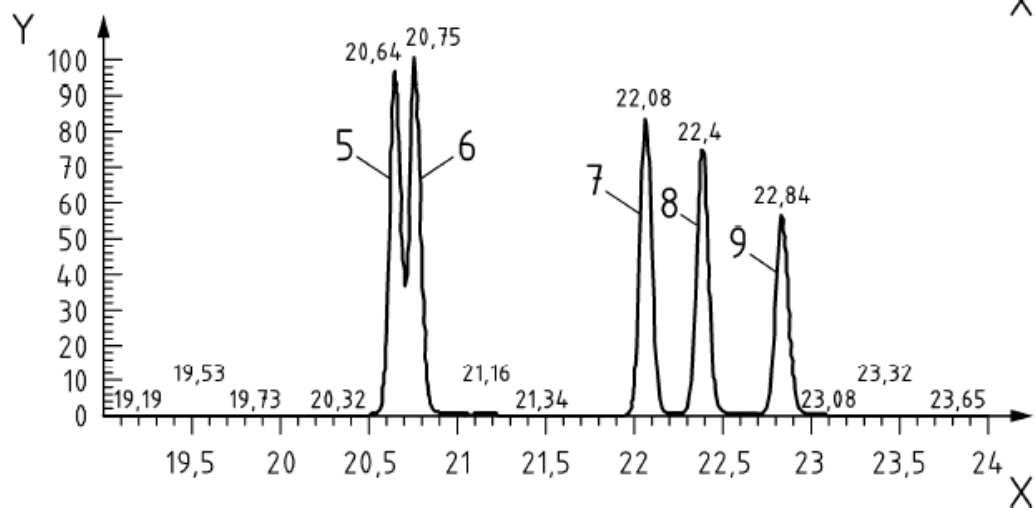
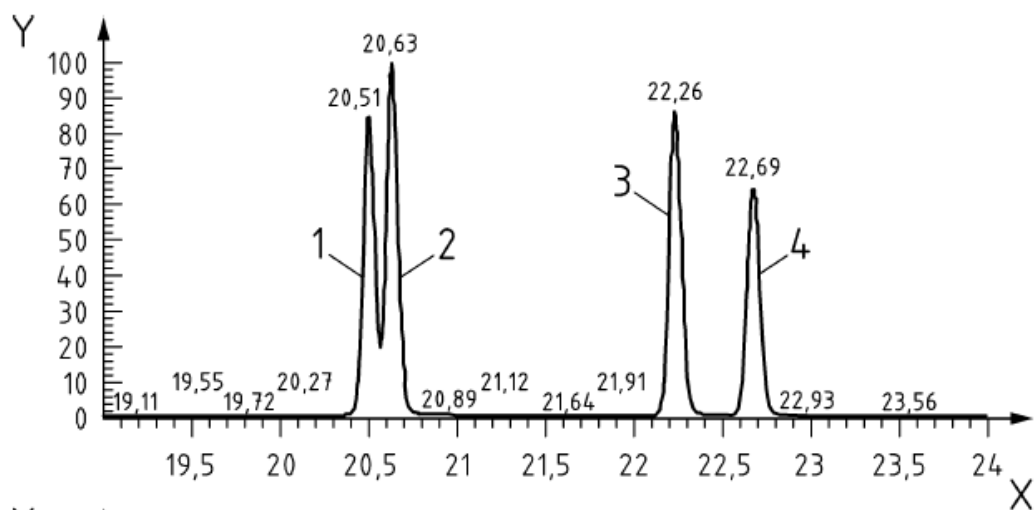
شکل الف ۵- فلوئورانتین و پیرن



راهنما:

| | |
|---|-----------------------------------|
| X | زمان بر حسب دقیقه |
| Y | فراوانی نسبی |
| ۱ | بنزو (a) آنتراسن -D ₁₂ |
| ۲ | تری فیلن -D ₁₂ |
| ۳ | کریزین -D ₁₂ |
| ۴ | بنزو (a) آنتراسن |
| ۵ | کریزین |

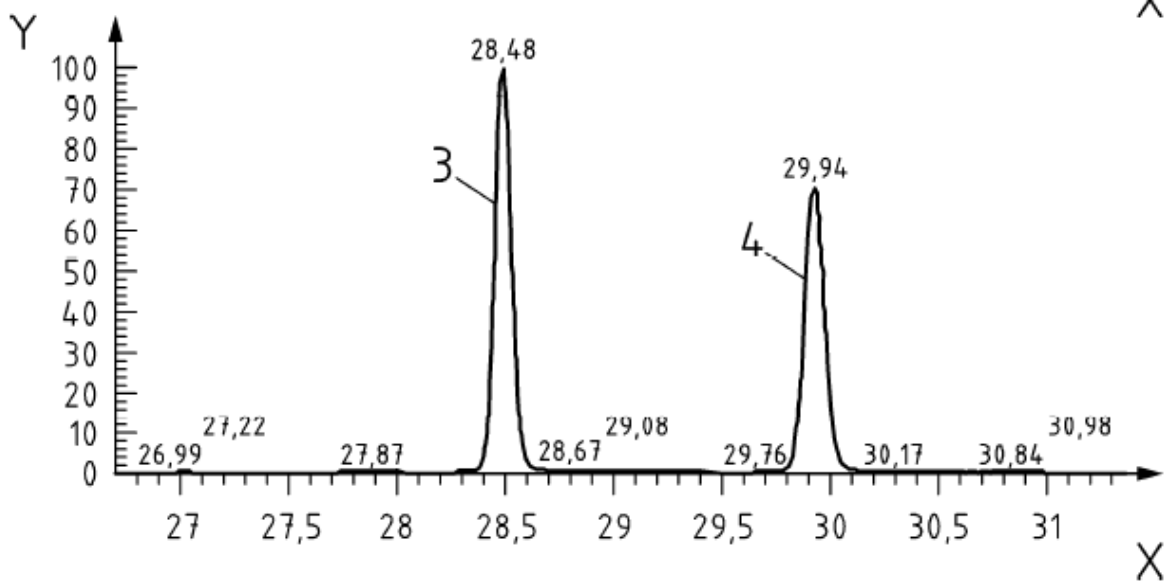
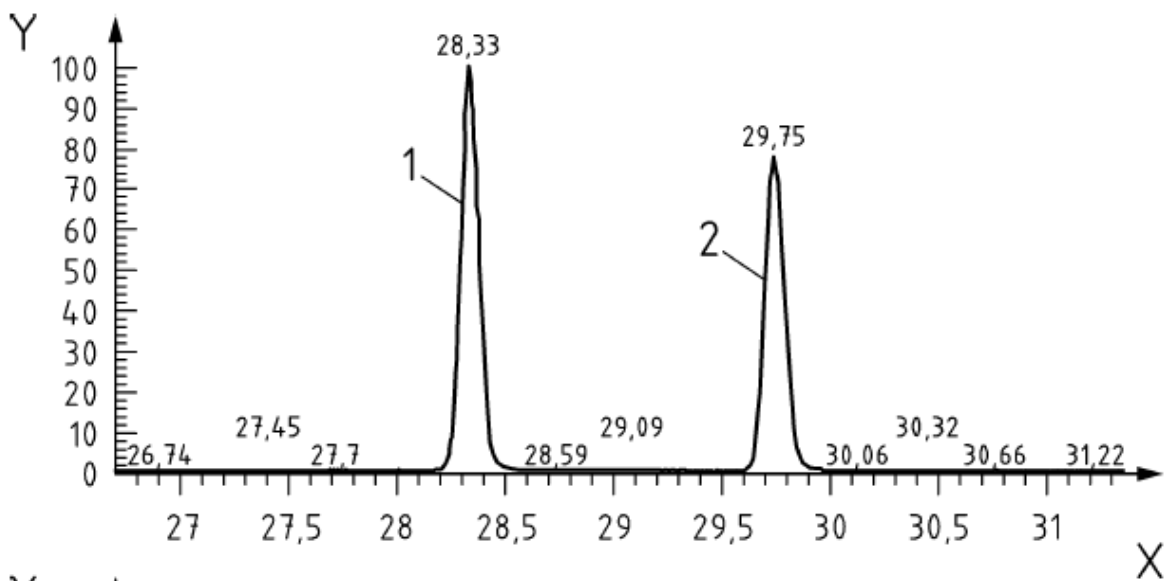
شکل الف ۶- بنزو (a) آنتراسن و کریزین



راهنما:

| | |
|---|--------------------------------------|
| X | زمان بر حسب دقیقه |
| Y | فراوانی نسبی |
| ۱ | بنزو (b) فلوئورانتین-D ₁₂ |
| ۲ | بنزو (k) فلوئورانتین-D ₁₂ |
| ۳ | بنزو (a) پیرن-D ₁₂ |
| ۴ | پریلن-D ₁₂ |
| ۵ | بنزو (b) فلوئورانتین |
| ۶ | بنزو (k) فلوئورانتین |
| ۷ | بنزو (a) پیرن |
| ۸ | پریلن |

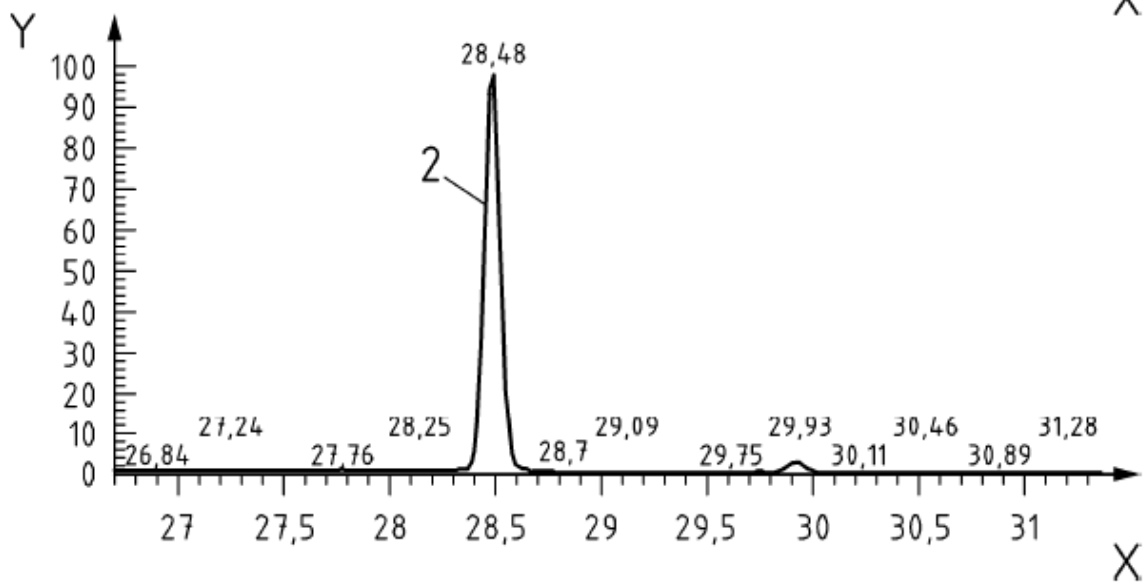
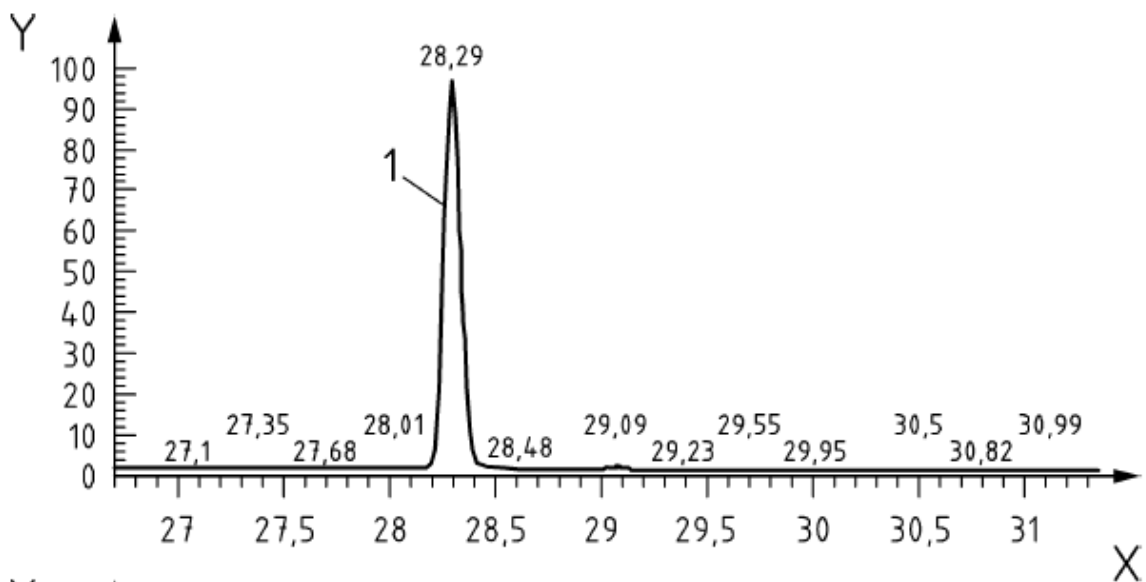
شکل الف ۷- بنزو (b) فلوئورانتین، بنزو (k) فلوئورانتین، بنزو (e) پیرن، بنزو (a) پیرن و پریلن



راهنما:

| | |
|---|---|
| X | زمان بر حسب دقیقه |
| Y | فراوانی نسبی |
| ۱ | ایندو (cd - ۱ و ۲ و ۳) پیرن D ₁₂ |
| ۲ | بنزو (ghi) پرین D ₁₂ |
| ۳ | ایندو (cd - ۱ و ۲ و ۳) پیرن |
| ۴ | بنزو (ghi) پرین |

شکل الف ۸- ایندو (1,2,3,cd) پیرن، بنزو (ghi) پرین



راهنما:

- | | |
|---|--|
| X | زمان بر حسب دقیقه |
| Y | فراوانی نسبی |
| ۱ | دی بنزو (ah) آنتراسن - D ₁₄ |
| ۲ | دی بنزو (ah) آنتراسن |

شکل الف ۹- دی بنزو (ah) آنتراسن

پیوست ب

(اطلاعاتی)

داده‌های بیشتر برای اعتبارسنجی

ب-۱ کلیات

به استثنای ویژگی‌های عملکردی ارائه شده در ۱۲ مطالعه اعتبارسنجی اطلاعات اضافی که ممکن است مربوط به کاربران این استاندارد باشد را ارائه می‌کند.

ب-۲ نوع نمونه‌ها و آماده‌سازی نمونه

الف- پسماند زیستی

دو نوع پسماند زیستی (الف- به طور عمده ماده سبز و ب- به طور عمده کود) به نسبت ۱ به ۱ مخلوط شدند. بعد از آسیاب با استفاده از آسیاب برش مواد الک شده جز کوچک‌تر از ۱ mm جمع شده و در ظرف استوانه‌ای پلاستیکی همگن شد. به منظور رسیدن به غلظت موردنظر مقدار کمی پسماند چوب حاوی PAH اضافه شد. در نتیجه مواد بار دیگر در بشکه پلاستیکی همگن شدند.

ب- خاک آلوده

ماده همگن شده در هوا خشک شده و الک شد (۲mm). در آسیاب گلوله‌ای تا اندازه ذرات کمتر از ۰٫۱ mm آسیاب شد و در نهایت با تکان دادن در یک استوانه پلاستیکی همگن شد.

پ- نخاله ساختمانی

نمونه از یک ساختمان بر روی یک سایت صنایع شیمیایی جمع‌آوری شد. آن شامل قطعات بتنی بود. ماده در سنگ شکن فکی تا ذرات کمتر از ۱۰ mm خرد شده و مواد الک شده (اندازه ذرات کمتر از ۰٫۵ mm) و در نهایت با تکان دادن در استوانه پلاستیکی همگن شد.

ت- قیر پشت بام

با دست نمونه به قطعات حدود ۲cm×۱۰cm بریده شد و با از یک آسیاب برشی با استفاده از نیتروژن آسیاب شد. دو فرایند آسیاب و به دنبال آن الک کردن با الک ۲ mm و ۰٫۵mm انجام شد. مواد الک شده (۰٫۵mm) در نهایت در استوانه پلاستیکی همگن شد.

ث-لجن

مواد در شکل پیش عمل‌آوری شده و منجمد خشک به دست آمد. بعد از الک کردن جز کوچک‌تر از 1 mm جمع‌آوری و در نهایت در استوانه پلاستیکی همگن شد.

ج-بخش خرد شده سبک

این مواد بخشی از پسماند وسایل نقلیه و دستگاه‌های استفاده شده است. به طور معمول آن حاوی ۲۵٪ تا ۳۵٪ پلاستیک، ۲۰٪ تا ۳۰٪ الاستومر، ۱۰٪ تا ۱۶٪ شیشه، ۳٪ تا ۵٪ لاک، ۳٪ تا ۶٪ منسوجات، ۳٪ تا ۶٪ چوب/مواد لیفی، ۰/۵٪ تا ۴٪ آلومینا، ۱٪ تا ۳٪ مس، ۳٪ تا ۱۳٪ آهن، ۱۰٪ تا ۲۰٪ مواد خاک و خاک خیابان است. مواد از حامی در شکل پیش عمل‌آوری شده و منجمد خشک به دست آمد. سپس مواد الک شده و بخش کوچک‌تر از 1mm برداشته شده و در استوانه پلاستیکی همگن شد.

چ- پسماند چوب

قطعاتی از پالت‌های مستعمل با اره گرد اره شده و در نهایت خاک اره در هوا خشک شده و الک شد. جز کوچک‌تر از 1mm برداشته شده و در استوانه پلاستیکی همگن شد.

ح- محلول استاندارد

محلول‌های تجاری در دسترس PAH مخلوط شده و تا غلظت مورد نظر با استن رقیق شد. غلظت هر PAH در محدوده ۰/۵µl/ml تا ۱/۵µl/ml است.

ب-۳ نتایج آزمون‌های همگن بودن

همگن بودن نمونه‌ها در داخل بطری به وسیله هشت تجزیه تکراری از یک ظرف نمونه آزمون شد. برای آزمون همگ بودن بین بطری‌ها هشت تجزیه تکراری از هشت ظرف نمونه مختلف انجام شد. داده‌ها برای آزمون‌های همگن بودن در جدول‌های ب-۱ و ب-۲ داده شده است.

پایداری نمونه‌ها در طی مطالعه آزمون شد. نتایج نشان داد که تمام نمونه‌های مورد تجزیه به اندازه کافی پایدار هستند.

جدول ب ۱- نتایج همگن بودن داخل بطری

| آزمون‌های همگنی توسط تجزیه‌های تکرار شده از یک ظرف نمونه | | | | | | | |
|---|-------|-----------------|-------------|-----------|---------------|--------------|-----------------------------|
| پسماند چوب | لجن | بخش سبک خرد شده | قیر پشت بام | خاک آلوده | نخاله ساختمان | پسماند زیستی | نمونه مورد تجزیه |
| RSD % | RSD % | RSD % | RSD % | RSD % | RSD % | RSD % | RSD % |
| n.a. | ۲,۵ | ۷,۴ | ۹,۲ | ۶,۱ | ۵,۹ | n.a. | اسنافتن |
| n.a. | n.a. | n.a. | ۱۱,۵ | ۶,۷ | ۵,۸ | n.a. | اسنافتیلن |
| ۴,۸ | n.a. | ۸,۱ | ۷,۸ | ۳,۸ | ۸,۶ | ۳,۳ | آنتراسن |
| ۶,۵ | ۵,۳ | ۴,۷ | ۱۰,۱ | ۷,۰ | n.a. | ۵,۳ | بنزو (ghi) پرلین |
| ۷,۳ | ۵,۹ | ۷,۸ | ۸,۱ | ۷,۳ | ۶,۸ | ۴,۸ | بنزو (a) آنتراسن |
| ۷,۹ | ۳,۴ | ۶,۸ | ۱۰,۷ | ۷,۵ | n.a. | ۶,۰ | بنزو (a) پیرن |
| ۴,۹ | ۳,۴ | ۵,۱ | ۹,۲ | ۸,۹ | n.a. | ۶,۳ | بنزو (b) فلئورانتین |
| ۸,۱ | ۵,۵ | ۵,۸ | ۹,۸ | ۹,۲ | n.a. | ۴,۹ | بنزو (k) فلئورانتین |
| ۵,۶ | ۳,۵ | ۴,۸ | ۹,۴ | ۸,۷ | n.a. | ۵,۸ | مجموع بنزو (b+k) فلئورانتین |
| ۴,۸ | ۵,۱ | ۴,۲ | ۷,۹ | ۸,۷ | n.a. | ۳,۹ | کریزین |
| ۷,۸ | ۷,۰ | ۸,۱ | ۱۴,۷ | ۶,۷ | n.a. | ۶,۴ | دی بنزو (ah) آنتراسن |
| ۳,۷ | ۴,۰ | ۵,۷ | ۳,۹ | ۴,۰ | ۳,۷ | ۲,۴ | فلئورانتین |
| n.a. | ۴,۰ | ۹,۱ | ۹,۰ | ۵,۷ | ۶,۹ | n.a. | فلئورن |
| ۵,۵ | ۲,۹ | ۵,۲ | ۹,۵ | ۶,۸ | n.a. | ۳,۷ | ایندنو (۱,۲,۳-cd) پیرن |
| n.a. | n.a. | ۴,۷ | ۱۱,۸ | ۷,۵ | ۷,۰ | n.a. | نفتالن |
| ۲,۷ | ۳,۲ | ۴,۰ | ۴,۱ | ۴,۸ | ۴,۰ | ۱,۶ | فنانترین |
| ۴,۲ | ۴,۷ | ۶,۵ | ۳,۹ | ۴,۰ | ۴,۸ | ۲,۱ | پیرن |
| ۳,۶ | ۳,۰ | ۳,۷ | ۵,۲ | ۸,۰ | ۴,۲ | ۳,۷ | مجموع ۱۶ PAH |
| RSD انحراف استاندارد نسبی | | | | | | | |
| n.a. اجرا نشده (نمونه مورد تجزیه در غلظت کافی وجود نداشت) | | | | | | | |

جدول ب ۲- آزمون‌های همگن بودن بین بطری

| آزمون‌های همگنی توسط تجزیه‌های تک تک از هشت ظرف نمونه | | | | | | | |
|---|-------|-----------------|-------------|-----------|---------------|--------------|-----------------------------|
| پسماند چوب | لجن | بخش سبک خرد شده | قیر پشت بام | خاک آلوده | نخاله ساختمان | پسماند زیستی | نمونه مورد تجزیه |
| RSD % | RSD % | RSD % | RSD % | RSD % | RSD % | RSD % | RSD % |
| n.a. | n.a. | ۴,۶ | n.a. | ۱,۵ | n.a. | n.a. | اسنافتن |
| n.a. | n.a. | n.a. | ۲,۸ | n.a. | n.a. | n.a. | اسنافتیلن |
| n.a. | ۷,۳ | ۶,۷ | ۱,۹ | n.a. | ۴,۱ | n.a. | آنتراسن |
| n.a. | ۹,۳ | ۸,۵ | ۲,۰ | ۳,۴ | ۳,۹ | n.a. | بنزو (ghi) پیرلن |
| ۲,۲ | ۴,۵ | ۲,۳ | ۷,۰ | ۰,۹ | ۲,۴ | ۲,۲ | بنزو (a) آنتراسن |
| ۱,۷ | n.a. | ۴,۵ | ۴,۵ | ۰,۹ | ۲,۰ | ۱,۹ | بنزو (a) پیرن |
| ۲,۰ | ۳,۰ | ۴,۰ | ۷,۲ | ۱,۷ | ۲/۱ | ۲,۲ | بنزو (b) فلئورانتین |
| ۲,۶ | ۳,۵ | ۳,۶ | ۷,۰ | ۲,۱ | ۲,۷ | ۱,۹ | بنزو (k) فلئورانتین |
| ۵,۵ | ۶,۴ | ۳,۸ | ۵,۳ | ۵,۹ | n.a. | ۱,۸ | مجموع بنزو (b+k) فلئورانتین |
| ۳,۴ | ۹,۵ | ۴,۹ | ۴,۰ | ۴,۸ | n.a. | ۱,۷ | کریزین |
| ۸,۰ | ۹,۴ | ۶,۰ | ۳,۹ | ۵,۴ | n.a. | ۲,۵ | دی بنزو (ah) آنتراسن |
| ۶,۲ | ۸,۰ | ۵,۳ | ۳,۶ | ۳,۸ | n.a. | ۲,۴ | فلئورانتین |
| ۶,۹ | ۱۲,۹ | ۵,۵ | ۳,۸ | ۴,۸ | n.a. | ۲,۱ | فلئورن |
| ۷,۱ | ۱۵,۵ | ۸,۶ | ۴,۴ | ۵,۴ | n.a. | ۲,۱ | ایندنو (۳,۱,۲-cd) پیرن |
| ۵,۰ | ۸,۵ | ۸,۱ | ۷,۵ | ۳,۴ | n.a. | ۱,۹ | نفتالن |
| ۴,۳ | n.a. | ۸,۵ | ۷,۹ | ۳,۹ | n.a. | ۳,۴ | فنانتین |
| ۴,۷ | ۹,۹ | ۸,۱ | ۶,۱ | ۲,۰ | n.a. | ۴,۴ | پیرن |
| ۳,۴ | ۴,۸ | ۲,۳ | ۵,۰ | ۲,۴ | ۲,۵ | ۱,۶ | مجموع ۱۶ PAH |
| RSD انحراف استاندارد نسبی | | | | | | | |
| n.a. اجرا نشده (نمونه مورد تجزیه در غلظت کافی وجود نداشت) | | | | | | | |

ب-۴ محلول استاندارد PAH

محلول استاندارد با غلظت های نامعلوم از ۱۶ نوع PAH به وسیله شرکت کنندگان تجزیه شد. جدول ب ۳ مقادیر میانگین کلی را با توجه به مقادیر مرجع نشان می دهد.

جدول ب ۳- نتایج تجزیه ای محلول استاندارد

| مقدار میانگین انحراف منفی غلظت مرجع μg/ml | انحراف استاندارد تجدیدپذیر μg/ml | مقدار میانگین μg/ml | غلظت مرجع μg/ml | نمونه مورد تجزیه μg/ml |
|--|-------------------------------------|------------------------|--------------------|---------------------------|
| +۰٫۱۴ | ۰٫۲۳ | ۱٫۶۴ | ۱٫۵۰ | اسافتن |
| +۰٫۱۳ | ۰٫۱۳ | ۰٫۶۳ | ۰٫۵۰ | اسافتیلن |
| +۰٫۱۲ | ۰٫۱۵ | ۰٫۶۲ | ۰٫۵۰ | آنتراسن |
| +۰٫۱۲ | ۰٫۲۰ | ۱٫۰۲ | ۰٫۹۰ | بنزو (a) پیرن |
| +۰٫۱۸ | ۰٫۱۸ | ۱٫۰۸ | ۰٫۹۰ | بنزو (ghi) پرین |
| +۰٫۰۵ | ۰٫۱۵ | ۰٫۵۵ | ۰٫۵۰ | بنزو (a) آنتراسن |
| +۰٫۰۳ | ۰٫۲۲ | ۰٫۹۳ | ۰٫۹۰ | بنزو (b) فلئورانتین |
| +۰٫۱۶ | ۰٫۳۱ | ۱٫۰۶ | ۰٫۹۰ | بنزو (k) فلئورانتین |
| +۰٫۰۱ | ۰٫۴۱ | ۱٫۵۱ | ۱٫۵۰ | کریزین |
| +۰٫۰۸ | ۰٫۱۴ | ۰٫۵۸ | ۰٫۵۰ | دی بنزو (ah) آنتراسن |
| +۰٫۰۹ | ۰٫۲۴ | ۰٫۹۹ | ۰٫۹۰ | فلئورانتین |
| +۰٫۱۰ | ۰٫۰۸ | ۰٫۶۰ | ۰٫۵۰ | فلئورن |
| +۰٫۱۱ | ۰٫۱۹ | ۱٫۰۱ | ۰٫۹۰ | ایندنو (۱،۲،۳-cd) پیرن |
| +۰٫۰۸ | ۰٫۰۹ | ۰٫۵۸ | ۰٫۵۰ | نفتالن |
| +۰٫۰۹ | ۰٫۳۳ | ۱٫۳۹ | ۱٫۳۰ | فنانترین |
| +۰٫۰۹ | ۰٫۱۳ | ۰٫۵۹ | ۰٫۵۰ | پیرن |
| +۱٫۲۸ | ۲٫۰۶ | ۱۴٫۴۸ | ۱۳٫۲۰ | مجموع ۱۶ PAH |

ب-۵ استخراج

این استاندارد دو روش استخراج شرح می‌دهد:

الف-استخراج به وسیله تکان دادن / استخراج به وسیله فراصوت؛

ب-استخراج با سوکسله/استخراج مایع تحت فشار.

حدود ۷۵٪ آزمایشگاه‌های شرکت کننده در این مطالعه بین آزمایشگاهی اعتبارسنجی گزینه ب را انتخاب کردند. نتایج مطالعه اعتبارسنجی تفاوتی برای دو روش استخراج نشان نداد.

ب-۶ تصفیه

استاندارد دو روش برای تصفیه و بدون تصفیه را انتخاب کرد. ۵۶٪ آزمایشگاه‌ها بدون تصفیه و ۳۱٪ ستون کروماتوگرافی سیلیکاژل را اعمال کردند. هیچ نشانه‌ای دال بر تحت تاثیر قرار گرفتن نتایج با روش تصفیه وجود نداشت.

پیوست پ

(اطلاعاتی)

خلاصه‌ای از الزامات عمومی و توصیه‌ها

هدف از این خلاصه پشتیبانی از سازمان‌دهی فرایندهای نمونه‌برداری و پیش عمل‌آوری نمونه است. اطلاعات داده شده باید برای تهیه یک طرح نمونه‌برداری مفید باشد.

الزامات (جدول پ-۱) که به عنوان قسمت الزامی در این استاندارد ذکر نشده‌اند باید به عنوان توصیه در نظر گرفته شوند.

جدول ت ۱- الزامات عمومی و توصیه‌ها

| | |
|------------------------|---|
| محدودیت های ماتریکس | پسماند جامد |
| گستره کار نوعی | بالا تر از ۰٫۱ mg/kg |
| دستگاه نمونه‌برداری | تجهیزات فولاد ضد زنگ، از تماس با پلاستیک‌ها بپرهیزید. |
| ظرف پیش عمل‌آوری نمونه | تمیز و خشک |
| ماده سازنده ظرف نمونه | شیشه، فولاد ضد زنگ |
| شرایط انتقال | دمای محیط یا کمتر |
| محافظت میکروبی | خیر |
| شرایط ذخیره | حدود 20°C (دمای محیط) یا کمتر |
| روش خشک کردن | خشک کردن در هوا در دمای 40°C یا خشک کردن با انجماد (بسته به مواد) |
| روش کاهش اندازه ذرات | خردایش ^۱ ، برش، آسیاب (بسته به مواد) |
| اندازه ذرات | کمتر از ۲mm توصیه می‌شود (پلاستیک: ۰٫۵ mm) |
| نمونه آزمایشگاهی | حدود ۱ kg بسته به همگن بودن و اندازه ذرات ماده |
| آزمونه | حدود ۲۰ g |
| ^۱ Crushing | |

پیوست ت

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- [۱] استاندارد ملی ایران شماره ۹۵۲۰، کیفیت خاک- تعیین مقدار هیدروکربن‌های آروماتیک چند حلقه‌ای به روش کروماتوگرافی با استفاده از آشکارسازی اسپکترومتری جرمی
- [۲] استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۴۸، کیفیت خاک- راهنماهای شناسایی ترکیبات هدف با روش کروماتوگرافی گازی و اسپکترومتری جرمی
- [۳] استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۶۴۸، کیفیت خاک- آماده‌سازی نمونه به روش منجمد- خشک کردن برای تجزیه‌های ثانوی