



INSO

19645

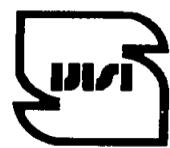
1st.Edition

2015

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۶۴۵

چاپ اول

۱۳۹۳

اندازه‌گیری حلال‌ها در پسماندهای
خطرناک به روش کروماتوگرافی گازی

Determination of
Solvents in Hazardous Wastes by Gas
Chromatography method

ICS:13.030.30

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک مادهٔ ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ 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 موسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیر دولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیتهٔ ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از 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 ملی تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسائل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاهای کالیبراسیون (واسنجی) وسائل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبهای 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

« اندازه‌گیری حلال‌ها در پسماندهای خطرناک به روش کروماتوگرافی گازی »

سمت و / یا نمایندگی

هیأت علمی دانشگاه علوم پزشکی جندی شاپور اهواز

رییس:
علوی، نادعلی
(دکترای مهندسی بهداشت محیط)

مدیرعامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

دبیر:
حاتمی، امیر
(دکتری شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس آزمایشگاه اداره کل حفاظت محیط زیست
استان خوزستان

آتشی، مژگان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

ارزانی، بهاره
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس مسئول آزمایشگاه اداره کل حفاظت محیط
زیست استان خوزستان

اعلانزاد، محمد
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روپینا

اعرابی، سید مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس پسماند اداره کل حفاظت محیط زیست استان
خوزستان

افشار، شقایق
(فوق لیسانس محیط زیست)

هیأت علمی دانشگاه علوم پزشکی جندی شاپور اهواز

بابایی، علی اکبر
(دکترای مهندسی بهداشت محیط)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شیمیایی شینم
خوزستان

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

دوسنی خواه، سمیرا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کیمیاکنکاش جندی شاپور

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

تکنسین آزمایشگاه اداره شیمیایی شرکت ملی مناطق
نفت خیز جنوب

ویسی، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|-------------------------------------|
| ب | آشنایی با سازمان ملی استاندارد |
| ج | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| و | پیش گفتار |
| ۱ | هدف و دامنه کاربرد |
| ۲ | مراجع الزامی |
| ۲ | اصول آزمون |
| ۳ | مزاحمت |
| ۴ | وسایل |
| ۵ | مواد و / یا واکنشگرها |
| ۵ | آماده‌سازی استاندارد |
| ۶ | جمع‌آوری، نگهداری و جابه‌جایی نمونه |
| ۷ | روش انجام آزمون |
| ۱۲ | محاسبات |
| ۱۳ | کنترل کیفیت |
| ۱۴ | دقت و انحراف |

پیش گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری حلال‌ها در پسماندهای خطرناک به روش کروماتوگرافی گازی" که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در چهل و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۳/۱۱/۰۵ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در موقع 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 مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 5830: 2014, Standard Test Method for Solvents Analysis in Hazardous Waste Using Gas Chromatography

اندازه‌گیری حلال‌ها در پسماندهای خطرناک به روش کروماتوگرافی گازی

۱ اهداف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه گیری کیفی و کمی ترکیبات جدول ۱ در نمونه‌های پسماند به روش کروماتوگرافی گازی می‌باشد.

این استاندارد برای استفاده به عنوان یک روش غربال‌گری با سطح گزارش معمول 0.1% کاربرد دارد.

جدول ۱- ترکیبات موجود در نمونه‌های پسماند

| دی کلرو دی فلوئورو متان | سیکلو پنتان | زایلن |
|-------------------------------|----------------------|-----------------------|
| تری کلرو فلوئورو متان | پنتان | استرین |
| ۲،۱-تری کلرو-۲،۲-فلوئورو اتان | هگزان | کلرو بنزن |
| متانول | هپتان | دی کلرو بنزن |
| اتانول | سیکلو هگزان | نیترو بنزن |
| ایزو پروپانول | ایزو اکтан | فلوئورو بنزن |
| n-پروپانول | نیترو پروپان | n-پروپیل بنزن |
| ایزو بوتانول | اتانول آمین | ایزو پروپیل بنزن |
| n-بوتانول | نیترو متان | ایزو بوتیل بنزن |
| بوتانول-tert | اتیلن کلرید | n-بوتیل بنزن |
| متیلن کلرید | بنزیل کلرید | ۲-اتوکسی اتانول |
| کلروفرم | تترا هیدرو فوران | ۲-بوتوکسی اتانول |
| کربن تترا کلرید | استون | ۲-اتوکسی اتانول استات |
| ۱،۱-دی کلرو اتان | متیل اتیل کتون | ۲-متوکسی اتانول |
| ۲،۱-دی کلرو اتان | متیل ایزو بوتیل کتون | برومو فرم |
| ۲،۱-دی کلرو پروپان | سیکلو هگزانون | کاربیتول |
| ۱،۱-دی کلرو اتیلن | اتیل استات | انیل اتر |
| ۲،۱-دی کلرو اتن | پروپیل استات | ۴،۱-دی اکسان |
| ۱،۱-تری کلرو اتان | بوتیل استات | دی استون الکل |
| تترا کلرو اتیلن | بنزن | استو نیتریل |
| تری کلرو اتیلن | تولوئن | پیریدین |
| تترا کلرو اتان | اتیل بنزن | تولوئیدین |
| اتیلن گلیکول | پروپیلن گلیکول | |

فهرست ترکیبات فوق مجموعه‌ای از حلال‌های خطرناک و دیگر اجزای تشکیل دهنده است که معمولاً در نمونه‌های پسماند خطرناک دیده می‌شود.

این استاندارد علاوه بر فهرست جدول ۱، برای ترکیبات آلی فرار و نیمه فرار، مانند مخلوطهای هیدروکربن مثل کروزن و مواد الکلی معدنی، مواد آلی با نقطه جوش بالا (ترکیباتی با نقطه جوش بالاتر از n -هگزا دکان) و دیگر ترکیبات آلی که تجزیه‌گر از طریق داده‌های زمان بازداری یا تجزیه کروماتوگرافی گازی/جرمی قادر به شناسایی است، کاربرد دارد.

این استاندارد برای شناسایی اجزای تشکیل دهنده حلال اصلی در نمونه‌های پسماند خطرناک کاربرد دارد. این روش برای کمک یا ارزیابی میدانی عملیات بازیافت، راهبری کارخانه‌ها یا برنامه‌های کنترل آلودگی کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده‌است.
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 ملی ایران شماره ۱۳۸۱: سال ۱۷۲۸، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-2 EPA Gas Chromatography/Mass Spectrometry Method 8260, Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical/ Chemical Methods, SW-846, Third Edition, Final Update

۳ اصول آزمون

نمونه‌های پسماند به وسیله تزریق مستقیم یا استخراج کربن دی‌سولفید، M-پیروول یا حلال‌های مناسب دیگر و تزریق محصول استخراج به کروماتوگرافی گازی تجزیه می‌شود. آشکارسازی آن با استفاده از آشکارساز متناسب با نیاز آن برای مثال: آشکارساز یونیزاسیون شعله (FID)^۱، رباشکار کترون (ECD)^۲، هدایت گرمایی (TCD)^۳، یونیزاسیون یونی (PID)^۴ یا انتخاب‌گر جرمی (MSD)^۵ انجام می‌شود. در این استاندارد از آشکارسازهای دیگری که در اینجا ذکر نشده هم می‌توان استفاده کرد.

-
- 1- flame ionization detector
 - 2- electron capture detector
 - 3- thermal conductivity detector
 - 4- photoionization detector
 - 5- mass detector

۱-۴ مزاحمت‌ها می‌تواند از هر ترکیب آلی که آشکارساز به آن پاسخ می‌دهد ایجاد شود و همچنین ممکن است در صورتی که تشخیص صرفاً بر اساس زمان بازداری باشد، شناسایی ترکیبات با شویش نزدیک به هم دچار مشکل شود.

زمانی که این گونه مزاحمت‌ها به وجود می‌آید، تجزیه‌گر باید برای شناسایی صحیح به منابع دیگر اطلاعات مانند زیر مراجعه کند.

۱-۱-۴ کروماتوگرافی گازی/ اسپکترومتری جرمی (GC/MS) روش استاندارد 8260 EPA و روش تزریق مستقیم را ببینید.

۲-۱-۴ استفاده از ستون یا آشکارساز تایید کننده

۱-۲-۱-۴ این روش با استفاده از یک ستون شرح داده شده در بند ۱-۲-۵، یک آشکارساز (FID) و بهره گیری از سه حلال استاندارد و یک بررسی کنترل کیفیت روزانه می‌باشد. همچنین استفاده از ستون‌ها یا آشکارسازهای تاییدکننده یا هر دو نیازمند استفاده از سه حلال استاندارد (یادآوری بند ۱-۷) و بررسی کنترل کیفیت روزانه برای هر ستون یا آشکارساز تایید کننده یا هر دو می‌باشد.

۳-۱-۴ استفاده از برنامه‌های دمایی مختلف یا مقایسه استاندارد یا هر دو

۱-۳-۱-۴ همچنین برای استفاده از برنامه‌های تجزیه‌ای مختلف، استفاده از سه حلال استاندارد و بررسی کنترل کیفیت روزانه برای هر تغییر لازم است.

۴-۱-۴ برای مثال سابقه نمونه برای مثال یا هر گونه اطلاعات قابل دسترس از تولید کننده پسماند

۵-۱-۴ مشخصه‌های فیزیکی برای مثال، اشتعال پذیری، وزن مخصوص یا قابل امتزاج بودن با آب

۲-۴ همچنین مزاحمت ممکن است از باقی ماندن تزریق قبلی در سرنگ باشد، باید بعد از هر تزریق بلافارسله سرنگ را با کربن دی‌سولفید یا M-پیروول به طور کامل بشویید. در صورتی که نوع نمونه ایجاب کند حلال دیگر مانند متابول هم می‌تواند استفاده شود، اما دقت شود، در صورتی که حلال قبلی از سرنگ کاملاً شسته نشده باشد ممکن است مزاحمت ایجاد شود. قبل از هر تزریق سرنگ باید کاملاً با نمونه مورد تزریق، شسته شود که با پر و خالی کردن در یک ظرف پسماند جداگانه انجام می‌گیرد.

۳-۴ در صورتی که برای استخراج جامدات یا لجن‌ها که حاوی مقادیر قابل توجهی آب هستند، از کربن دی سولفید استفاده شود، بازیابی پایینی از حلال‌های امتزاج پذیر با آب ممکن است اتفاق بیفتد.

۴-۴ برخی از درجات کربن دی سولفید ممکن است حاوی مقادیر ناچیزی از بنزن باشند.

۵-۴ به نظر می‌رسد M-پیروول با گذشت زمان به آرامی تخریب می‌شود و ترکیبات حاصل از تخریب با غلظت پایین با برخی ترکیبات دیر شویش در برخی ستون‌ها مزاحمت دارند (تقریباً ۵ پیک کوچک).

۶-۴ در صورت استفاده از آشکارساز هدایت گرمایی ممکن است مزاحمت پیک حلال کربن دی‌سولفید اتفاق بیفتد.

۷-۴ هنگام استفاده از آشکارساز هدایت گرمایی دقت کنید که آب و هم‌چنین ترکیبات اکسیژن دار برای مثال متیل ایزو بوتیل کتون و متیل اتیل کتون ممکن است باعث کاهش پاسخ آشکارساز شوند.

۸-۴ در صورتی که آشکارساز هدایت الکتروولیتی^۱ (ELCD) یا آشکارساز گیرنده الکترون (ECD) باید مورد استفاده قرار گیرد، دقت کنید که کربن دی‌سولفید، M-پیروول (لازم برای برای یک ELCD) و غلظت‌های بالای ترکیبات هالوژنی ممکن است بار اضافی به دستگاه وارد کرده و باعث خرابی آشکارساز شود. پیشنهاد می‌شود فقط زمانی که حد تشخیص خیلی پایین ترکیبات هالوژنی مورد نظر است و تزریق مستقیم نمونه ممکن است، از این دو آشکارساز استفاده شود.

۵ وسایل

۱-۵ سیستم کروماتوگراف گازی، مجهز به قسمت‌های تزریق ستون مویینه یا پر شده یا هر دو، آشکارساز و سیستم داده پردازی

۲-۵ ستون‌های کروماتوگرافی پیشنهاد شده

۱-۲-۵ مویینه، با قطر خارجی میکرو^۲ یا مگا

۱-۱-۲-۵ DB-1701، ستونی با٪ ۱۴ سیانوپروپیل-فنیل و٪ ۸۶ متیل پلی سیلوکسان و با قطر داخلی طول M ۳۰ mm × ۰,۲۵ μm و ضخامت فیلم ۰,۲۵ mm

۲-۱-۲-۵ DB-624، ستونی با٪ ۶ سیانوپروپیل-فنیل و٪ ۹۴ متیل پلی سیلوکسان و با قطر داخلی طول M ۳۰ mm × ۰,۳ mm و ضخامت فیلم ۱,۸ μm

۲-۲-۵ پر شده، فولاد زنگ نزن یا شیشه

۱-۲-۲-۵ SP-1000، کربوپاک^۳ B ۱٪، با قطر داخلی (حدود ۳ mm)

۲-۲-۲-۵ SP-2100، کروموزورب^۴ ۱۰٪، با قطر داخلی ۲ mm × ۲ mm طول M ۱۲۰ / ۱۰۰

1-Electrolytic conductivity detector

2- Microbore

3-Carbopak

4-Chromosorb

یادآوری- به دلیل ارائه نتایج خوب توصیه می‌شود از ستون نامبرده استفاده شود. شرایط عملکرد هر یک در بند ۹ آورده شده است. ستون‌های معادل یا جایگزین یا هر دو بسته به کاربرد می‌تواند استفاده شود.

۳-۵ ویال‌های شیشه‌ای با درپوش پیچی یا نوع معادل، برای جمع‌آوری نمونه‌ها و نگهداری استانداردها. توصیه می‌شود برای آستر درپوش از پلی تترافلوئورو اتیلن یا مواد بی‌اثر دیگر استفاده شود.

۴-۵ میکروسرنگ، با گنجایش $1\text{ }\mu\text{l}$, $10\text{ }\mu\text{l}$ و $100\text{ }\mu\text{l}$

۵-۵ ترازوی تجزیه‌ای، با درستی 1 g $0,0001$

۶-۵ پیپت، شیشه‌ای، یک بار مصرف یا میکروپیپتور حجم سنجی یا نوع معادل

۷-۵ صافی‌های میکرودیسک، μm $0,45$, $1,0$ یا $5,0$ اختیاری

۸-۵ سانتریفیوز، اختیاری

۹-۵ مخلوط‌کن از نوع گردابی

۶ مواد و / یا واکنشگرهای

در طول تجزیه فقط از واکنشگرهای با خلوص تجزیه‌ای مشخص و فقط از آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۱-۶ آب، به غیر از موارد ذکر شده، باید فقط از آب درجه دو مطابق با استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸ استفاده کرد.

۲-۶ نیتروژن یا هلیوم (با خلوص بالا)، برای گازهای حامل و جبرانی، هوا و هیدروژن (با خلوص بالا) برای گازهای سوخت. در صورت قابل دسترس بودن، گازها را می‌توان از تولید کننده گاز، با درجه خلوص پایین‌تر، یا از کپسول با خلوص بالا استفاده کرد.

۳-۶ کربن دی سولفید، CS_2 ، با درجه خلوص کروماتوگرافی

۴-۶ م-پیروول، $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}$ ، قابل دسترس از چندین کننده شیمیایی و منابعی مانند ۱-متیل-۲-پیرولیدون می‌باشد.

۵-۶ استانداردهای جداگانه برای هر جز مورد نظر، با خلوص 99%

۷ آماده سازی استاندارد

۱-۷ محلول استاندارد ذخیره، محلول‌های استاندارد ذخیره از مواد استاندارد خالص تهیه می‌شود. توصیه می‌شود که استانداردها طوری تهیه شوند که هر جز 5% تا 10% وزنی استفاده شود. استانداردهای ذخیره باید با توزین مستقیم هر جز آماده شود. برای اجزای با فراریت زیاد مانند اتر و فریون، توصیه می‌شود از یک

استاندارد ذخیره جدید به صورت روزانه یا بر حسب نیاز استفاده شود. در صورتی که در زمان آماده سازی استاندارد ذخیره، حلال رقیق مورد نیاز است، از همان محلول مورد استفاده در استخراج نمونه یا رقیق سازی در بند ۶ استفاده کنید.

یادآوری - به دلیل ناسازگاری برخی ترکیبات استاندارد به دلیل عدم امتزاج پذیری و همچنین به دلیل این که تعدادی از ترکیبات معمولاً از خروجی کروماتوگرافی تک است، توصیه می شود ۳ یا ۴ محلول استاندارد مرکب از ۱۰ تا ۱۵ ترکیب آماده شود. توصیه می شود یک مجموعه کروماتوگرام های استاندارد و جدول زمان بازداری به عنوان مرجع در دسترس باشد.

۲-۷ استانداردهای کاری ثانویه، این محلول ها از محلول استاندارد ذخیره با استفاده از حلال مناسب آماده می شود. استانداردهای ثانویه باید در محدوده خطی سیستم GC باشد.

یادآوری - برای همه آشکارسازها و سیستم های کروماتوگرافی مورد استفاده پاسخ و محدوده خطی برای تعیین کمی باید انجام شود. تجزیه نمونه و کالیبراسیون باید در محدوده خطی تهیه شده انجام شود.

۳-۷ استاندارد برسی کالیبراسیون، توصیه می شود یک استاندارد برسی کالیبراسیون تهیه شود. مخلوط استاندارد بهتر است یک برسی کلی خوب از سیستم آشکارساز / GC فراهم آورد. ترکیبات باید انواع ترکیبات عمدی را پوشش دهد. برای مثال، الكل ها، ترکیبات آромاتیک، آلیفاتیک، کتون و ترکیبات هالوژن دار. یک کروماتوگرام استاندارد برسی کالیبراسیون نوعی آشکارساز یونیزاسیون شعله (FID) در شکل ۱ نشان داده شده است.

۸ جمع آوری، نگهداری و جابه جایی نمونه

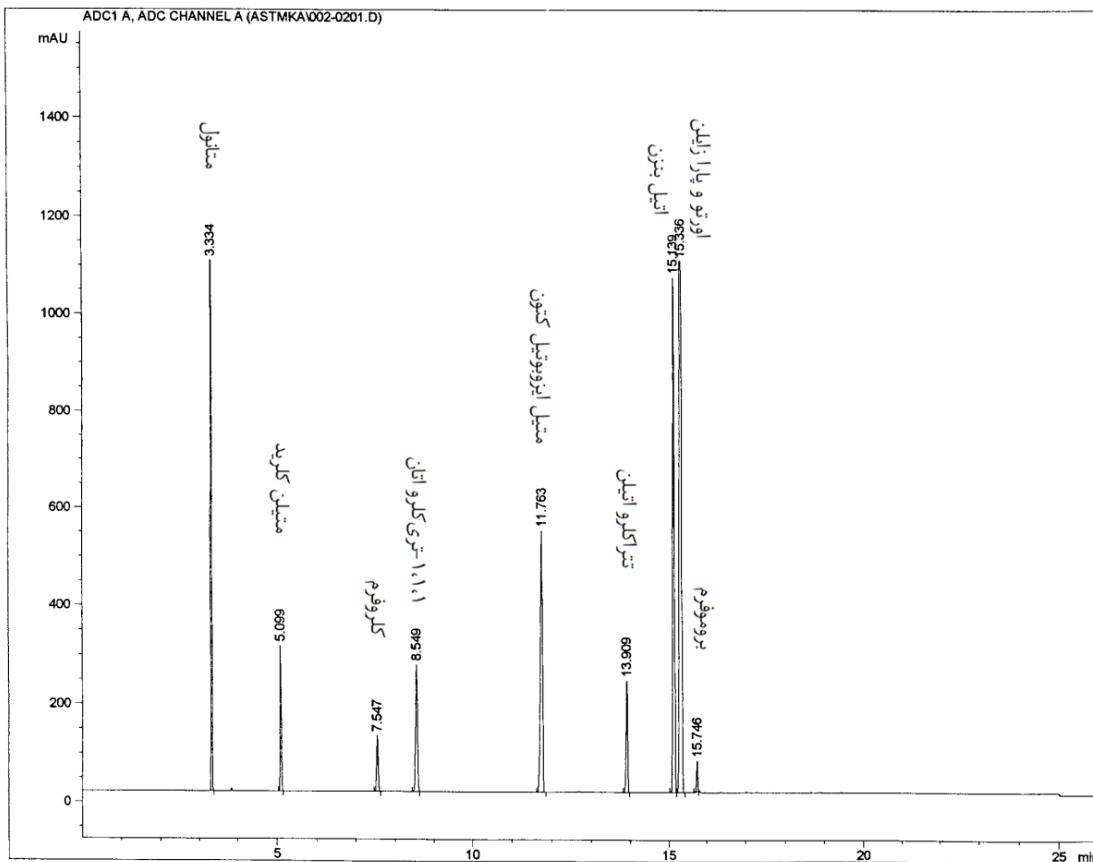
۱-۸ بهتر است جمع آوری نمونه مطابق با روش های نمونه برداری مناسب باشد.

۲-۸ نمونه ها باید در محفظه های شیشه ای دارای درپوش درزبندی شده جمع آوری شود. در صورتی که ترکیبات آلی با فراریت زیاد به طور ویژه موردنظر است، بهتر است فضای فوقانی^۱ موجود در ظرف در حداقل نگه داشته شود.

۳-۸ انتقال نمونه، لازم است بخش هایی از نمونه های پسماند موجود در محفظه های نمونه به محفظه های آزمایشگاهی انتقال یابد. نمونه های مایع می تواند با پیپت های یک بار مصرف و نمونه های جامد و نیمه جامد با استفاده از اسپاتول آزمایشگاهی متداول منتقل شود.

۴-۸ نمونه ها باید با حفظ دستور کار آزمایشگاهی ایمن جابه جا شود. نمونه دارای خطرات ویژه باید به طور مناسب بر حسب گذاری شود.

۵-۸ نمونه‌های استفاده نشده، رقت‌های آزمایشگاهی و پسماند حاصل از نمونه‌ها باید طبق مقررات مدیریت شود. با کارشناس یا سازمان ناظر یا هر دو جهت راهنمایی در جابه‌جایی مناسب و دفع پسماند آزمایشگاهی مشورت کنید.



شکل ۱- استاندارد روزانه QC (شرح داده شده در بند ۱-۲-۲-۵ FID/DB-1701)

۹ روش انجام آزمون

۱-۹ آماده سازی نمونه

۱-۱-۹ بافت‌های مایع با ویسکوزیته نسبتاً پایین را با استفاده از تزریق مستقیم به کروماتوگراف گازی، به شکلی که دریافت شده‌اند یا بعد از رقیق‌سازی با کربن دی سولفید، M-پیروول یا حللهای مناسب دیگر، تجزیه کنید.

۲-۱-۹ نمونه‌های جامد یا نیمه جامد را به طریق زیر تجزیه کنید:

۱-۲-۱-۹ برای آماده‌سازی کربن دی سولفید یا M-پیروول، ۳ g نمونه پسماند را در یک ویال شیشه‌ای ۱۵ ml وزن کنید. ۳ g از کربن دی سولفید یا M-پیروول به ویال اضافه کنید و مخلوط را به شدت به صورت گردابی

مخلوط کنید. سپس اجراه دهید جامدها ته نشین شوند، محصول استخراجی CS_2 یا M-پیروول را به کروماتوگراف تزریق کنید.

۲-۱-۹ در صورت نیاز از اندازه نمونه‌های جایگزین و حلال‌های استخراج با وزن متفاوت استفاده کنید. اندازه نمونه واقعی و وزن حلال باید در دفترچه یادداشت آماده‌سازی نمونه مناسب ثبت شود. برای درستی تجزیه نمونه پسماند ضروری است که اندازه نمونه کافی باشد تا از نماینده بودن آن اطمینان حاصل شود. درصورتی که اندازه نمونه جایگزین یا حجم حلال استخراج دیگری (یا هر دو) استفاده می‌شود، این موارد باید در محاسبات ضریب رقت در بند ۱۰ در نظر گرفته شود.

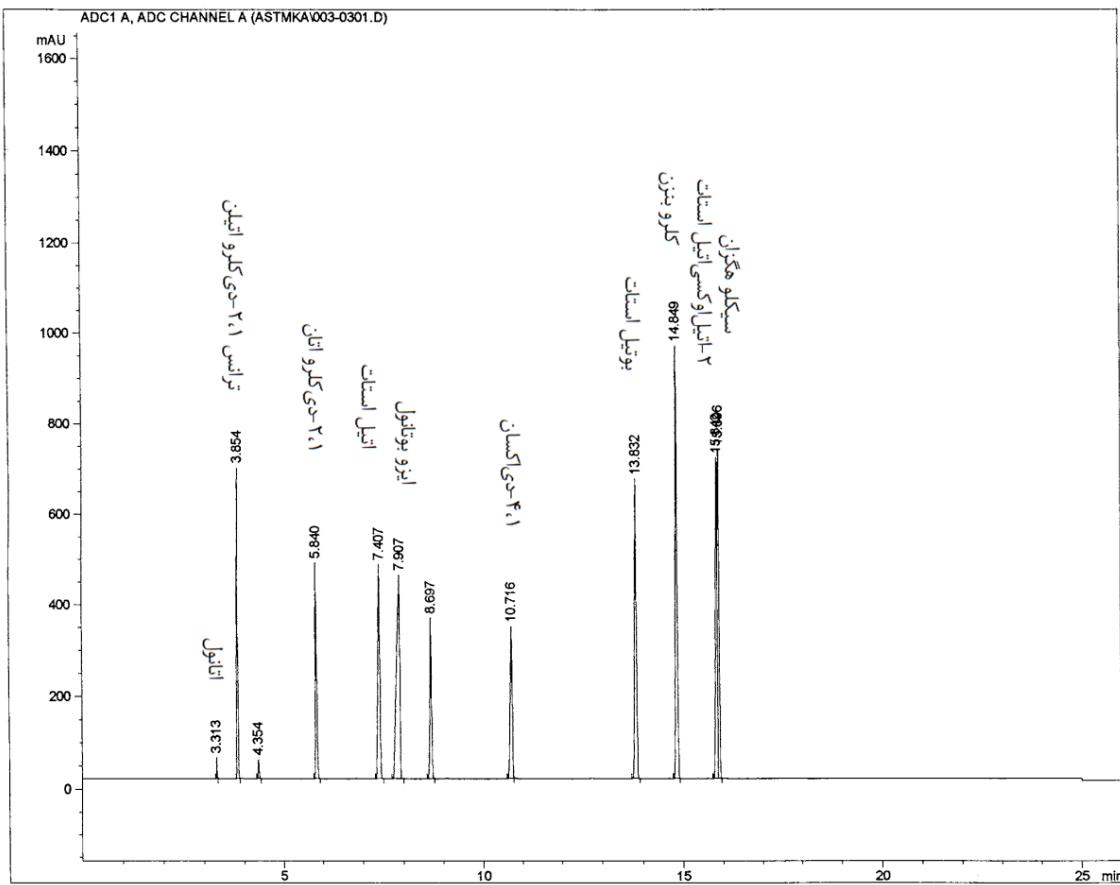
۳-۱-۹ فازها یا لایه‌های چندتایی معمولاً در نمونه‌های پسماند خطرناک مشاهده می‌شوند. بسته به الزامات تصفیه یا فرآیند، ضروری است که هر فاز یا لایه جداگانه تجزیه شود.

۲-۹ شرایط کاری GC پیشنهادی برای ستون مویینه شرح داده شده در بند ۱-۱-۲-۵ (DB-1701) با آشکارساز FID در جدول ۲ ارایه شده است.

یادآوری - کروماتوگرام‌های نوعی در شکل ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲ - شرایط کاری پیشنهادی برای ستون مویینه DB-1701 با آشکارساز FID

| | |
|-------------------------|-------------------------|
| نرخ جریان ستون | ۱/۵ ml/min |
| نرخ جریان گاز جبرانی | ۶۰ ml/min |
| جریان تقسیمی | ۶۰ cm ³ /min |
| دمای تزریق | ۲۵۰ °C |
| دمای آشکارساز | ۲۵۰ °C |
| جریان هوا (FID) | ۳۰۰ ml/min |
| جریان هیدروژن (FID) | ۳۰ ml/min |
| دمای اولیه گرمخانه | ۳۵ °C |
| زمان اولیه | ۶ min |
| نرخ سطح دمایی ۱ | ۶ °C/min |
| مقدار نهایی سطح دمایی ۱ | ۱۸۰ °C |
| نرخ سطح دمایی ۲ | ۱۰ °C/min |
| مقدار نهایی سطح دمایی ۲ | ۲۳۰ °C |
| زمان یک بار اندازه‌گیری | ۴۰ دقیقه |
| آستانه | ۴ واحد |
| عرض پیک | ۰/۰۴ دقیقه |



شکل ۲- استاندارد حلال ۱ (شرح داده شده در بند ۱-۲-۵-۶)

۲-۲-۹ شرایط کاری GC پیشنهادی برای ستون مویینه شرح داده شده در بند ۵-۱-۲ (DB-624) با آشکارساز FID در جدول ۳ ارایه شده است.

جدول ۳- شرایط کاری پیشنهادی برای ستون موبینه DB-624 با آشکارساز FID

| | |
|-----------------|---------------------------|
| ۳/۵ ml/min | نرخ جریان ستون |
| ۲۹ ml/min | جریان گاز جبرانی |
| ۳۰۰ ml/min حدود | جریان هوا (FID) |
| ۳۰ ml/min حدود | جریان هیدروژن (FID) |
| ۲۷۵ °C | دماهی تزریق |
| ۲۷۵ °C | دماهی آشکارساز |
| ۳۵ °C | دماهی اولیه گرم خانه |
| ۵ دقیقه | زمان اولیه |
| ۵ °C/min | نرخ سطح دمایی ۱ |
| ۱۵۰ °C | مقدار نهایی سطح دمایی ۱ |
| ۴ دقیقه | زمان نگهداشتن سطح دمایی ۱ |
| ۲۰ °C/min | نرخ سطح دمایی ۲ |
| ۲۲۵ °C | مقدار نهایی سطح دمایی ۲ |
| ۴۵ دقیقه | زمان اندازه‌گیری |

۳-۲-۹ شرایط کاری GC پیشنهادی برای ستون پر شده شرح داده شده در بند ۱-۲-۲-۵ (SP-1000) با آشکارساز FID در جدول ۴ ارایه شده است.

جدول ۴- شرایط کاری پیشنهادی برای ستون موبینه SP-1000 با آشکارساز FID

| | |
|-----------|-------------------------|
| ۴۰ ml/min | نرخ جریان ستون |
| ۳۰۰ kPa | (FID) |
| ۱۳۰ kPa | (FID) |
| ۲۵۰ °C | دماهی تزریق |
| ۲۵۰ °C | دماهی آشکارساز |
| ۹۰ °C | دماهی اولیه گرم خانه |
| ۶ دقیقه | زمان اولیه |
| ۳ °C/min | نرخ سطح دمایی ۱ |
| ۱۲۰ °C | مقدار نهایی سطح دمایی ۱ |
| ۵ °C/min | نرخ سطح دمایی ۲ |
| ۱۸۰ °C | مقدار نهایی سطح دمایی ۲ |
| ۱۰ °C/min | نرخ سطح دمایی ۳ |
| ۲۳۰ °C | مقدار نهایی سطح دمایی ۳ |
| ۴۶ دقیقه | زمان اندازه‌گیری |

۴-۲-۹ شرایط کاری GC پیشنهادی برای ستون پرشده شرح داده شده در بند ۵-۲-۲-۲ (SP-2100) با آشکارساز FID در جدول ۵ ارایه شده است.

جدول ۵- شرایط کاری پیشنهادی برای ستون مویینه SP-2100 با آشکارساز FID

| | |
|-----------------|-------------------------|
| ۳۰ ml/min | جریان گاز حامل |
| ۲۵۰ °C | دمای تزریق |
| ۳۰۰ °C | دمای آشکارساز |
| حدود ۳۰۰ ml/min | جریان هوا (FID) |
| حدود ۳۰ ml/min | جریان هیدروژن (FID) |
| ۴۵ °C | دمای اولیه گرمخانه |
| ۳ دقیقه | زمان نگهداشت اولیه |
| ۱۵ °C/min | نرخ سطح دمایی ۱ |
| ۹۰ °C | مقدار نهایی سطح دمایی ۱ |
| ۱۰ °C/min | نرخ سطح دمایی ۲ |
| ۱۹۵ °C | مقدار نهایی سطح دمایی ۲ |
| ۱۶,۵ دقیقه | زمان اندازه‌گیری |

۳-۹ تعیین محدوده خطی، روی هر سیستم GC برای اندازه‌گیری کمی باید خطی بودن و محدوده خطی هر ترکیب انجام شود. این کار باید سالانه یا بعد از هر سرویس و نگهداری یا تغییرات عمدۀ پیکربندی، مانند تعویض آشکارساز انجام شود. اندازه‌گیری کمی نهایی هر ترکیب باید در گستره خطی آن ترکیب تعیین شود.

۴-۹ کالیبراسیون (روش استاندارد خارجی)

۱-۴-۹ کالیبراسیون اولیه تک نقطه‌ای همه ترکیبات، باید هر ماه انجام شود. μl ۰,۵ تا ۲,۰ استاندارد کاری را که در بند ۷-۲ آماده شده تزریق کنید. سطح پیک را در برابر غلظت، جدول بندی کرده و ضریب‌های پاسخ RF را برای هر جز بیان کنید. این محاسبات در بند ۱۰-۱ نشان داده شده است. برای سهولت محاسبات پیشنهاد می‌شود که ضریب‌های پاسخ بر حسب شمارش سطح در ۱٪ وزنی بیان شوند.

۲-۴-۹ ضریب‌های پاسخ باید روزانه یا بعد از هر ۲۰ نمونه تصدیق شود که بیشتر متداول است با تزریق μl ۰,۵ تا ۲,۰ از استاندارد بررسی کالیبراسیون انجام شود. این کار باید برای هر ستون مورد استفاده برای تعیین کمی انجام شود. در صورتی که پاسخ‌های پیش‌بینی شده از کالیبراسیون اولیه بیش از $\pm 20\%$ اختلاف داشت، اقدامات اصلاحی برای مثال سرویس و نگهداری سپتوم، آستر یا ستون یا ترکیبی از این موارد باید انجام

شود. در صورتی که این اختلاف با استفاده از اقدامات اصلاحی تصحیح رفع نشد، باید کالیبراسیون اولیه جدیدی اعمال شود.

۹-۵ تجزیه کروماتوگرافی گازی

۹-۵-۱ نمونه‌های مایع با تزریق مستقیم μl تا $0,5\text{ }\mu\text{l}$ از نمونه به کروماتوگرافی گازی انجام می‌شود، که می‌تواند به شکل دریافت یا بعد از رقیق‌سازی یا استخراج با حلال مناسب انجام شود.

۹-۵-۲ توصیه می‌شود مواد جامد یا نیمه جامد مطابق با بند ۹-۱-۲ تهیه شده و با $0,5\mu\text{l}$ تا $2,0\text{ }\mu\text{l}$ از محصول استخراجی تزریق شود.

یادآوری - به دلیل تعدد انواع مختلف ترکیبات معمول که در نمونه‌های پسماند خطرناک موجودند یا تزریق تک، مراحمت‌های ناشی از هم‌شویی، ممکن است در صورتی که تشخیص صرفا بر اساس زمان بازاری باشد، شناسایی ترکیبات با شویش نزدیک به هم دچار مشکل شود. توصیه می‌شود تجزیه‌گر از وسایل بند ۱-۴ یا اطلاعات در دسترس دیگری برای شناسایی صحیح ترکیب استفاده کند.

۱۰ محاسبات

۱۰-۱ غلظت ترکیب را با استفاده از رابطه ۱ به دست آورید.

$$Csamp = (Asamp / RF) \times D \quad (1)$$

که در آن:

$Csample$ غلظت ترکیب در نمونه بر حسب درصد وزنی؛

$Asamp$ سطح پیک ترکیب در نمونه؛

RF ضریب پاسخ؛

D ضریب رقت.

$$RF = Astd / Cstd \quad (2)$$

که در آن:

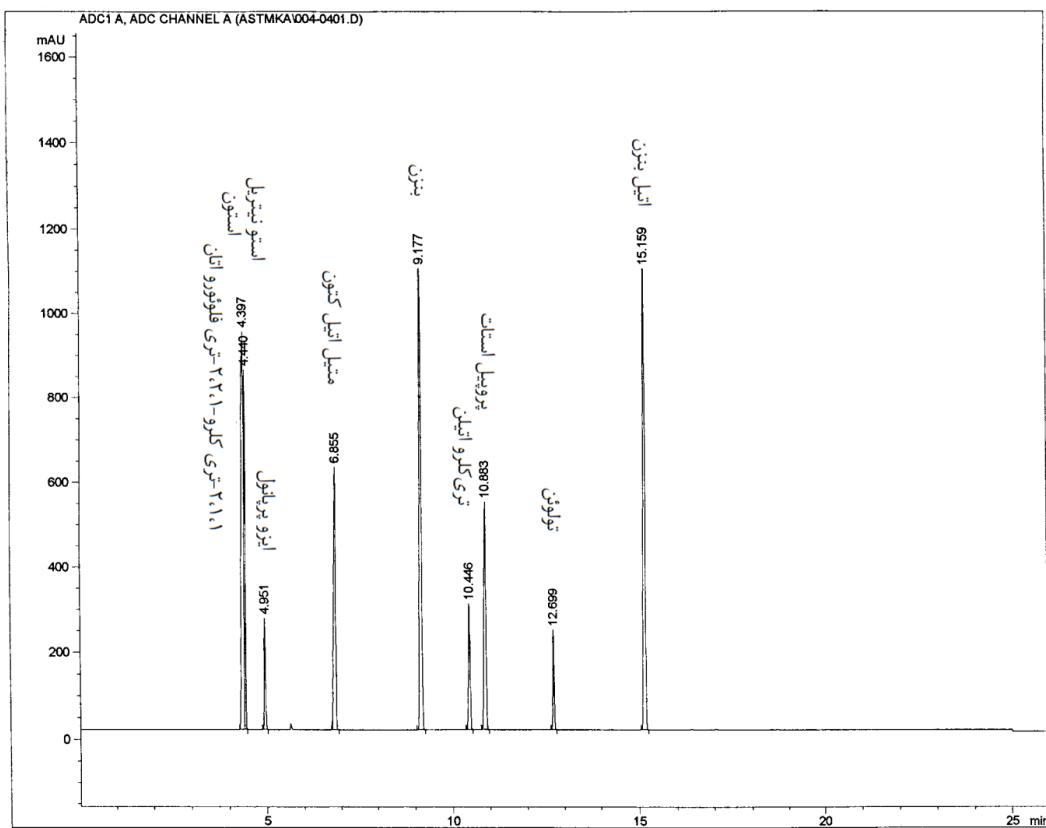
$Astd$ سطح پیک ترکیب در استاندارد؛

$Cstd$ غلظت ترکیب در استاندارد بر حسب درصد وزنی.

در این محاسبات فرض شده است که حجم تزریق، تجدیدپذیر است. در صورتی که نمونه اضافی یا مقادیر حلال برای استخراج مورد استفاده قرار گیرد ضریب رقت را باید به کار برد. برای مثال، در زمان استفاده از کربن دی سولفید در صورتی که به جای 3 g از کربن دی سولفید برای استخراج مورد استفاده قرار گیرد، ضریب رقت 2 باید در $Csample$ زمانی که ترکیبات 3 g نمونه اصلی در 6 g کربن دی سولفید رقیق می‌شود، اعمال شود. این مسئله در صورت هر رقیق‌سازی قبل از تزریق مستقیم نمونه صحیح است.

یادآوری- در صورتی که ترکیبات جامد یا نیمه جامد در کربن دی سولفید یا M-پیرول قابل حل هستند، یک ضریب رقت اضافی در محاسبات استفاده کنید. این مسئله برای نفت و لجن هم به طور عمدۀ درست است.

۲-۱۰ بهتر است نتایج محاسبه شده برای مقادیر٪ ۱ یا کمتر تا یک رقم با معنی و برای مقادیر بزرگ‌تر از٪ ۱ تا دو رقم با معنی گزارش شود.



شکل ۳- استاندارد حلال ۲ (شرح داده شده در بند ۱-۲-۲-۵ FID/DB-1701)

۱۱ کنترل کیفیت

۱-۱۱ هر آزمایشگاه با استفاده از این روش آزمون یک برنامه کنترل کیفیت معمول اجرا خواهد کرد. حداقل الزامات این برنامه باید شامل اثبات قابلیت اولیه آزمایشگاه و تجزیههای در حال انجام شاهدهای روش، نمونههای دوتایی و نمونه های اسپایک شده برای ارزیابی و داده‌ی مستند سازی کیفیت باشد.

۲-۱۱ قبل از پردازش هر نمونه، تجزیه‌گر باید از طریق تجزیه شاهد روش نشان دهد که مزاحمت‌های ناشی از سیستم تجزیه‌ای، شیشه‌آلات و واکنش‌گرها تحت کنترل هستند. هر زمان که یک مجموعه از نمونه‌ها آماده می‌شود یا یک تغییر در واکنش‌گرها وجود دارد، شاهد روش باید به عنوان یک محافظت در برابر آلودگی

آزمایشگاهی قدیمی در نظر گرفته شود. شاهد روش باید بین همه مراحل آماده‌سازی نمونه و اندازه‌گیری انجام شود.

۳-۱۱ متناسب با پیشرفت کار، آزمایشگاه باید یک نمونه تکراری و اسپایک ماتریکس یا یک اسپایک ماتریکس و یک اسپایک ماتریکس تکراری را تجزیه کند. با این روش آزمایشگاهی دقت و انحراف به دست می‌آید.

۴-۱۱ به صورت ماهیانه، هر آزمایشگاهی باید توانایی شناسایی هر ترکیب را در سطوح گزارش شده نشان دهد. برای در نظر گرفتن هر علامت به عنوان یک پیک معتبر، باید نسبت علامت به نویه بزرگ‌تر از ۱۰ باشد.

۱۲ دقت و انحراف

۱-۱۲ به جز رنگ تجاری، مخلوط‌های زیر به طور وزنی ساخته شده‌اند. کربن دی سولفید حلال عمدۀ استفاده شده در استخراج و رقیق‌سازی در به دست آوردن جدول‌های ۶ تا ۹ در نظر گرفته می‌شود.

یادآوری ۱- درصد تئوری، مقدار تئوری ترکیب موجود در مخلوطی که توسط تکنسین آزمون مشارکتی^۱ آماده شده را بیان می‌کند. میانگین، مقدار میانگین گزارش شده از همه آزمایشگاهها است. %RSD، درصد انحراف استاندارد نسبی بین آزمایشگاه‌ها بر اساس مقدار میانگین گزارش شده است. میانگین بازیابی، میانگین بازیابی را براساس مقادیر گزارش شده و مقادیر تئوری بیان می‌کند. میانگین بازیابی داده برای حلal در رنگ‌های تجاری گزارش نشده است، زیرا مقادیر تئوری فقط به عنوان محدوده ارائه شده‌اند.

یادآوری ۲- همه داده‌های دقت و انحراف بر اساس تجزیه مشارکتی چند آزمایشگاهی است.

جدول ۶- حلال‌های روغن موتور، درصد شناسایی شده

| ترکیب | | | | | |
|------------------|------------------|-------------------|--------------------------------|------------------|-----------------|
| TCE ^e | TCA ^d | PERC ^c | MeCl ₂ ^b | XYL ^a | شماره آزمایشگاه |
| ۲,۷ | ۶۲,۵ | ۳,۲ | ۳,۷ | ۱,۱ | ۱ |
| ... | ۶۹,۵ | ... | ۳,۹ | ۱,۷ | ۲ |
| ... | ۳۹,۴ | ۱,۴ | ۲,۰ | ۰,۵ | ۳ |
| ۲,۴ | ۷۶,۵ | ۲,۷ | ۴,۲ | ۲,۱ | ۴ |
| ... | ۵۹,۷ | ۲,۷ | ۳,۰ | ۱,۲ | ۵ |
| ۲,۵ | ۷۱,۱ | ۳,۰ | ۴,۰ | ۱,۳ | ۶ |
| ۲,۴ | ۶۷,۷ | ۳,۲ | ۳,۹ | ۱,۴ | ۷ |
| ۳,۲ | ۵۹ | ۴,۱ | ۵,۱ | ۱,۷ | ۸ |
| ۲,۹ | ۶۵,۹ | ۳,۳ | ۴ | ... | ۹ |
| ۲,۷ | ۳۷,۱ | ۵,۲ | ۴,۲ | ۱,۱ | ۱۰ |
| ... | ۵۰,۶ | ... | ۳,۵ | ۱,۸ | ۱۱ |
| ۲,۳ | ۵۹ | ۳,۳ | ۴,۱ | ۱,۴ | ۱۲ |
| ... | ... | ۲,۷ | ۳,۶ | ۱,۲ | ۱۳ |
| ۲,۲ | ۶۱,۹ | ۳,۰ | ۳,۷ | ۱,۵ | درصد تئوری |
| ۲,۶ | ۵۹,۸ | ۳,۲ | ۳,۸ | ۱,۴ | میانگین |
| ۱۱,۶ | ۲۰,۳ | ۲۹,۳ | ۸,۹ | ۲۹,۷ | RSD % |
| ۱۱۷ | ۹۷ | ۱۰۵ | ۱۰۳ | ۹۲ | میانگین بازیابی |

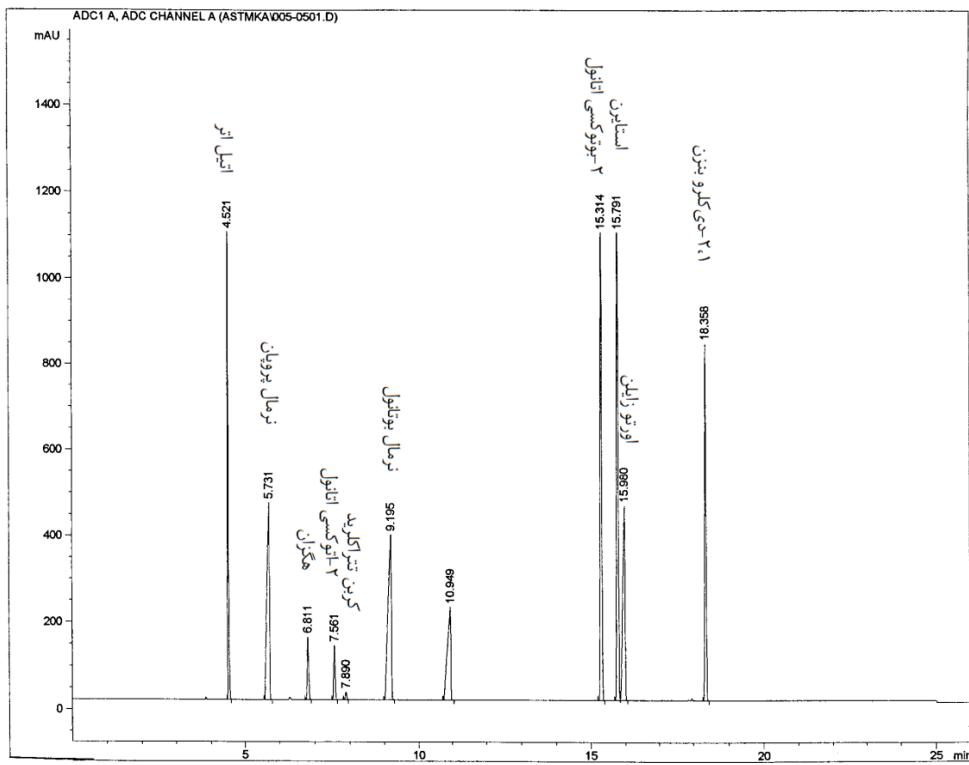
^a زایلن

^b متیلن کلرید

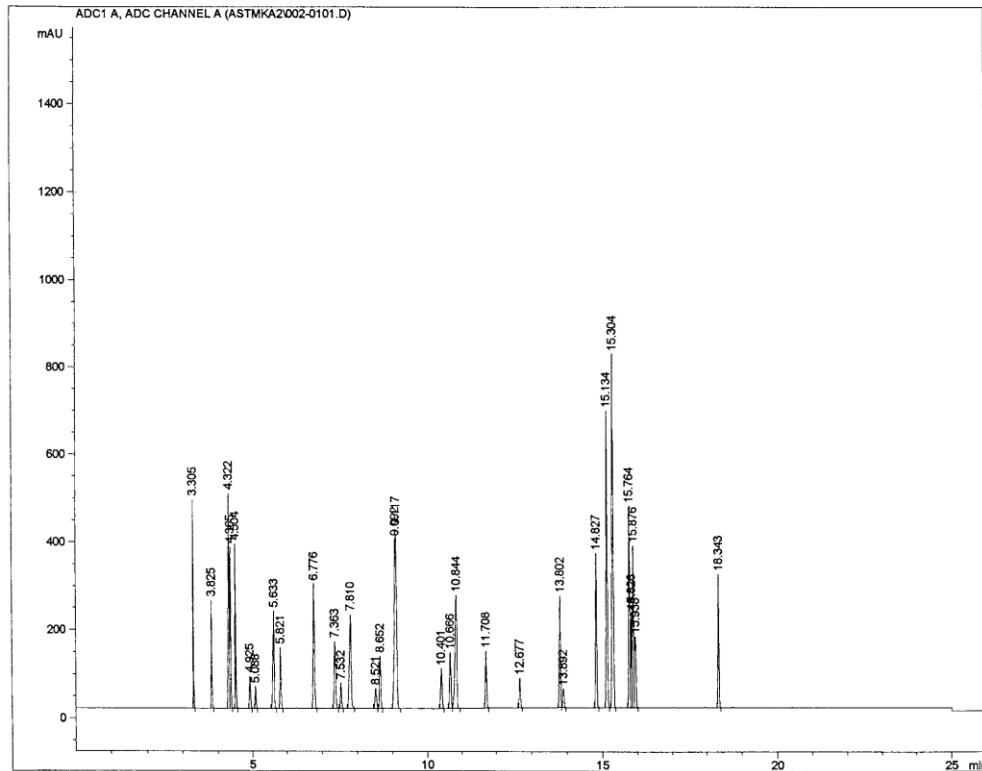
^c پرکلرو اتیلن

^d ۱,۱-تری کلرو اتان

^e تری کلرو اتیلن



شکل ۴- استاندارد حلول ۳ (شرح داده شده در بند ۵-۲-۲-۱-۱)



شکل ۵- استانداردهای حلول ترکیب شده (شرح داده شده در بند ۵-۲-۲-۱-۱)

جدول ۷ - حلال‌های رنگ تجاری، درصد شناسایی شده

| ترکیب | | | | |
|------------------|------------------|------------------|-----------------|-----------------|
| XYL ^d | TOL ^c | MEK ^b | EB ^a | شماره آزمایشگاه |
| ۲۵,۴ | ۱۳,۶ | ۲,۲ | ... | ۱ |
| ۱۵,۸ | ۱۱,۲ | ... | ۵,۸ | ۲ |
| ۲۷ | ۹,۳ | ۴,۴ | ... | ۳ |
| ... | ۱۵,۱ | ۴,۱ | ۵,۳ | ۴ |
| ۱۵,۵ | ۷,۵ | ۲,۲ | ... | ۵ |
| ۱۷,۸ | ۸,۷ | ... | ۳,۶ | ۶ |
| ۱۴ | ۶,۵ | ۲,۷ | ۲,۷ | ۷ |
| ۲۷,۴ | ۱۲ | ۴,۱ | ۵,۵ | ۸ |
| ... | ۱۶ | ۴,۹ | ۶,۲ | ۹ |
| ... | ۱۸,۲ | ۴,۵ | ... | ۱۰ |
| ۲۲,۸ | ۱۰,۴ | ۳,۷ | ۳,۷ | ۱۱ |
| ۲۲,۸ | ۱۱,۴ | ۳,۲ | ۴,۷ | ۱۲ |
| ۲۳,۱ | ۷,۳ | ... | ۲,۹ | ۱۳ |
| ۳۰-۲۳ | ۱۱-۱۰ | ۴-۳ | ... | درصد تئوری |
| ۲۱ | ۱۱,۳ | ۳,۷ | ۴,۵ | میانگین |
| ۲۵ | ۳۱,۸ | ۲۳,۲ | ۲۸,۸ | RSD % |

^a اتیل بنزن

^b متیل اتیل کتون

^c تولوئن

^d زایلن

جدول -۸ VOC ها در متناول، درصد شناسایی شده

| ترکیب | | | | | |
|------------------|------------------|------------------|-----------------|--------------------|-----------------|
| TOL ^e | TCE ^d | TCA ^c | EB ^b | ChlBz ^a | شماره آزمایشگاه |
| ۰/۴ | ۰/۳۹ | ۰/۳۵ | ۰/۳۶ | ... | ۱ |
| ۰/۴۴ | ۰/۴۲ | ۰/۳۵ | ۰/۳۹ | ۰/۱۳ | ۲ |
| ۰/۳ | ۰/۳ | ... | ... | ... | ۳ |
| ۰/۳ | ۰/۲۷ | ۰/۲۴ | ۰/۲۶ | ۰/۰۸ | ۴ |
| ۰/۲۳ | ۰/۲۳ | ۰/۲ | ... | ... | ۵ |
| ... | ... | ... | ۰/۴ | ۰/۱۳ | ۶ |
| ... | ... | ... | ۰/۲۳ | ... | ۷ |
| ۰/۳۵ | ۰/۳۲ | ۰/۲۸ | ۰/۳ | ۰/۱ | ۸ |
| ۰/۳۷ | ۰/۳۱ | ۰/۲۶ | ۰/۳۳ | ۰/۰۹ | ۹ |
| ۰/۳۷ | ۰/۳۵ | ۰/۲۹ | ۰/۳۲ | ۰/۱ | درصد تئوری |
| ۰/۳۴ | ۰/۳۲ | ۰/۲۸ | ۰/۳۲ | ۰/۱۱ | میانگین |
| ۲۰/۵ | ۱۸/۷ | ۲۱/۴ | ۱۸/۲ | ۱۹/۸ | RSD % |
| ۹۲ | ۹۲ | ۹۷ | ۱۰۰ | ۱۰۲ | میانگین بازیابی |

^a کلرو بنزن

^b اتیل بنزن

^c ۱،۱-تری کلرو اتان

^d تری کلرو اتیلن

^e تولوئن

جدول ۹- حلال در روغن، درصد شناسایی شده

| ترکیب | | | | | |
|------------------|------------------|------------------|-------------------|-------------------------------|-----------------|
| TOL ^c | TCE ^d | TCA ^c | PERC ^b | CCl ₄ ^a | شماره آزمایشگاه |
| ۲/۱ | ۴/۷ | ۷/۱ | ۵/۳ | ۵/۵ | ۱ |
| ۳/۴ | ۴/۰ | ۴/۷ | ۶/۰ | ۳/۴ | ۲ |
| ۲/۱ | ۴/۶ | ... | ۵/۰ | ... | ۳ |
| ۱/۵ | ۳/۲ | ... | ۳/۸ | ۴/۲ | ۴ |
| ۱/۶ | ۳/۵ | ۵/۸ | ۴/۱ | ۴/۱ | ۵ |
| ۱/۷ | ۴/۱ | ۶/۲ | ۴/۵ | ۴/۷ | ۶ |
| ۲/۳ | ۶/۰ | ۸/۵ | ۵/۳ | ۵/۸ | ۷ |
| ۲/۷ | ۶/۰ | ۴/۶ | ۷/۰ | ۶/۱ | ۸ |
| ۱/۶ | ۳/۲ | ۵/۰ | ۳/۹ | ... | ۹ |
| ۱/۷ | ۳/۱ | ۶/۲ | ۵/۰ | ۴/۴ | ۱۰ |
| ۲/۰ | ۴/۶ | ۷/۳ | ۵/۳ | ۴/۵ | ۱۱ |
| ۱/۹ | ۴/۶ | ۷/۲ | ۵/۱ | ۵/۱ | درصد تثوری |
| ۲/۱ | ۴/۳ | ۶/۲ | ۵/۰ | ۴/۷ | میانگین |
| ۲۷/۲ | ۲۴/۱ | ۲۱/۱ | ۱۸/۹ | ۱۸/۷ | RSD % |
| ۱۰۶ | ۹۳ | ۸۶ | ۹۸ | ۹۳ | میانگین بازیابی |

^a کربن تترا کلرید

^b پرکلرو اتیلن

^c ۱،۱،۱-تری کلرو اتان

^d تری کلرو اتیلن

^e تولوئن