



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۱۵۹

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

21159

1st.Edition

2016

هوای محیط کار - تعیین بخارات
هیدروکربن‌های آروماتیک به روش لوله
کربن فعال / واجذبی با حلال / کروماتوگرافی
گازی

**Workplace air - Determination of
vaporous aromatic hydrocarbons -
Charcoal tube/solvent desorption/gas
chromatographic method**

ICS: 75.100

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

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

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود 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 مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«هوای محیط کار – تعیین بخار هیدروکربن‌های آروماتیک بروش لوله کربن فعال/واجذب حلال / گاز
کروماتوگرافی»

رئیس:

صنعتی علی محمد
(دکتر ی محیط زیست)

سمت و/ یا نمایندگی
هیات علمی دانشگاه خلیج فارس

دبیر:

یگانه گلان
(کارشناسی زیست‌شناسی سلولی و مولکولی - بیوشیمی)

شرکت آزمایشگاهی معیار آزما ی لیان

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسماعیلی حسین
(دکتری مهندسی شیمی)

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد بوشهر

بنه‌گری بیتا
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

سازمان حفاظت از محیط زیست استان بوشهر

پاک‌نیت جهرمی محمود
(دکتری شیمی تجزیه)

هیات علمی دانشگاه خلیج فارس

پوررضا جواد
(دکتری علوم دامی)

دانشگاه صنعتی اصفهان

جعفری داریوش
(دکتری مهندسی شیمی)

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد بوشهر

جعفری سید علی
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

پژوهشکده دانشگاه خلیج فارس

نظام مهندسی کشاورزی و منابع طبیعی

جمال پور مرضیه
(کارشناسی ارشد محیط زیست)

شرکت شاخه زیتون لیان

حقیقی فرید حدیث
(کارشناس شیمی محض)

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی شیراز

رزمی نعمت اله
(دکتری بیوشیمی بالینی)

اداره استاندارد شهرستان گناوه

سیفی رضا
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان بوشهر

مهاجر سمیه
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیشگفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۳	۳ مواد و/یا واکنشگرها
۵	۴ دستگاه
۷	۵ نمونه برداری
۱۰	۶ روش آزمون
۱۰	۶-۱ کالیبراسیون
۱۰	۶-۲ اندازه گیری و تعیین
۱۱	۷ گزارش نتایج
۱۲	۸ گزارش آزمایش
۱۳	پیوست الف (الزامی) اندازه گیری و تعیین حجم عبور
۱۵	پیوست ب (الزامی) اندازه گیری و تعیین بازده واجذب
۲۰	پیوست پ (الزامی) ستون های کروماتوگرافی مناسب برای استفاده در آنالیز بخارهای حلال هیدروکربن آروماتیک
۲۲	پیوست ت (اطلاعاتی) کتابنامه

پیشگفتار

استاندارد «هوای محیط کار- تعیین بخارات هیدروکربن‌های آروماتیک به روش لوله کرین فعال /واجذبی با حلال/ کروماتوگرافی گازی» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در صدونهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط‌زیست مورخ ۱۳۹۴/۱۲/۱۰ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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

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

ISO 9487:1991(E) ,Workplace air - Determination of vaporous aromatic hydrocarbons -Charcoal tube/solvent desorption/gas chromatographic method

هوای محیط کار - تعیین بخارات هیدروکربن‌های آروماتیک به روش لوله کربن فعال - واجذبی با حلالی - کروماتوگرافی گازی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین غلظت بخارات هیدروکربن‌های آروماتیک در هوای محل کار به روش لوله کربن فعال^۱ و کروماتوگرافی گازی می باشد.

این روش برای اندازه‌گیری غلظت هر کدام از ترکیبات بخار مانند با منشا هوا که در زیر آمده و همچنین در محدوده تقریبی غلظت حدودی 1 mg/m^3 تا 1000 mg/m^3 (حدود 0.2 mL/m^3 تا 200 mL/m^3)، (به بند ۸-۱ مراجعه شود) زمانی که 10 L از هوا برای نمونه برداری استفاده شده باشد اعتبار دارد:

الف- بنزن

ب- تولوئن

پ- اتیل بنزن

ت- ام-زایلن

ث- او-زایلن

ج- پی-زایلن

چ- استایرن (وینیل بنزن)

ح- کومن (ایزوپروپیل بنزن)

خ- ۱،۲،۳- تری متیل بنزن

د- ۱،۲،۴- تری متیل بنزن

ذ- ۱،۳،۵- تری متیل بنزن

ر- ۴- ترشیو- بوتیل تولوئن

ز- ۳- متیل استایرن

س- ۴- متیل استایرن

ش- ایزوپروپنیل بنزن

یادآوری ۱- حد بالای گستره قابل استفاده بر اساس ظرفیت جذب در بخش اول لوله کربن فعال تنظیم می شود. (به بند ۵ - ۱ مراجعه شود). این ظرفیت به عنوان حجم عبور^۲ داده شده ی هوا اندازه‌گیری می شود که نباید طی نمونه‌برداری از آن بیشتر شود. (به بند ۵ و پیوست الف الزامی مراجعه شود).

1- Charcoal
2- Break - through

حد پایین توسط شماری از پارامترها از جمله میزان نوفه^۱ آشکارساز (به بند ۵-۹ مراجعه شود)، غلظت های نمونه‌ی شاهد^۲ ناشی از آلودگی کربن فعال و دی سولفید کربن به مواد مورد تجزیه، بازدهی واجذب و تداخل پیک حلال در آنالیز کروماتوگرافی گازی، مشخص می گردد (به پیوست ب مراجعه شود).

این روش همچنین برای اندازه‌گیری غلظت مخلوط این ترکیبات در هوا اعتبار داشته و کاربرد دارد. در چنین مواردی خواص منحصر به فرد هر کدام از ترکیبات باید جهت اندازه‌گیری حجم هوای نمونه برداری و نیز شرایط کروماتوگرافی گازی مورد استفاده، در نظر گرفته شود. این روش ممکن است برای سایر ترکیبات هیدروکربن های آروماتیک تک حلقه‌ای جانشین شده به کار رود ولی باید اعتبار آن مورد آزمون قرار گیرد.

یادآوری ۲- برای تجزیه مخلوط‌های هیدروکربن های آروماتیک با اختلاف غلظت های بسیار زیاد و تنوع ترکیبات، مورد تجزیه قرار می گیرد تجدیدپذیری^۳ و تکرارپذیری^۴ ترکیبات کم اهمیت تر ممکن است تحت تأثیر قرار گیرد.

این روش برای هیدروکربن‌های آروماتیک نوعی انتخاب شده اعتبار سنجی^۵ شده است. این روش کار با تجهیزات نمونه‌برداری شخصی قابل حمل با سرعت جریان پایین، سازگار بوده و می‌تواند برای نمونه‌برداری منقول و ثابت^۶ به‌منظور تعیین میانگین زمانی غلظت بخارات حلال هیدروکربنی آروماتیک موجود در هوا، مورد استفاده قرار گیرد. این روش را نمی‌توان برای اندازه‌گیری غلظت‌های لحظه‌ای یا نوسانات کوتاه مدت بکار برد. برای اندازه‌گیری غلظت‌هایی که به‌سرعت تغییر می‌کنند باید روش‌های جایگزین (که قابل اجرا در محل هستند)، مانند کروماتوگرافی گازی یا طیف‌سنجی مادون قرمز استفاده کرد. ترکیبات آلی که زمان بازداری نزدیک یا مشابه با ترکیبات مورد تجزیه در کروماتوگرافی گازی دارند، ایجاد تداخل خواهند کرد. با انتخاب مناسب ستون‌های کروماتوگرافی گازی و شرایط برنامه می‌توان تداخل‌ها را به حداقل رساند.

۲ مراجع الزامی

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

-
- 3-Noise
 - 1-Blank
 - 2-Reproduceibilite
 - 3-Repeatability
 - 4-Validated
 - 6-Fixed Location

- 1- ISO 5725:1986, Precision of test methods-Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
- 2- ISO 6145-1:1986, Gas analysis Preparation of calibration gas mixtures -Dynamic volumetric methods-Part 1: Methods of calibration.
- 3- ISO 6349:1979, Gas analysis -Preparation of calibration gas mixtures -Permeation method.

۳ کلیات روش

حجم مشخصی از نمونه‌ی هوا از درون یک لوله‌ی فلزی یا شیشه‌ای که در آن کربن فعال متراکم قرار دارد، عبور می‌کند. بخارات آلی روی کربن فعال جذب می‌شوند. با استفاده از یک حلال مناسب، بخارات جمع شده واجذب می‌شوند و با یک دستگاه کروماتوگرافی گازی که مجهز به آشکارساز یونش شعله‌ای یا آشکارساز مناسب دیگر است، تجزیه می‌شود.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

طی تجزیه فقط از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه ای شناخته شده و آب مقطر یا آبی با خلوص معادل آن استفاده کنید.

۴-۱ هیدروکربن‌های آروماتیک، در بند (۱-الف) تا (۱-ش) فهرست شده اند.

هشدار - بنزن یک عامل شناخته شده ی سرطانزا برای انسان است. از قرار گرفتن در معرض آن به صورت استنشاق یا تماس پوستی اجتناب کنید.

۴-۲ دی سولفید کربن (CS_2)، باکیفیت کروماتوگرافی که قبلاً جهت ترکیباتی که با ماده مورد تجزیه همپوشانی دارند کنترل شده باشد. در صورت لزوم ترکیبات مزاحم را طی عبور دادن از سیلیکاژل (که در دمای $180^\circ C$ به مدت ۸ ساعت تحت جو نیتروژن خشک شده) درون یک ستون کوچک شیشه‌ای (طول ۶۰۰ mm در قطر داخلی ۲۰ mm) حذف کنید. ستونی با این اندازه حدود ۵۰ mL از کربن دی سولفید را تمیز خواهد کرد.

هشدار - بخار دی سولفید کربن سمی و بسیار اشتعال پذیر است. از استنشاق یا تماس پوستی با آن اجتناب کنید. فقط در محیطی با تهویه مناسب استفاده کنید. یک خاموش کننده آتش از نوع دی اکسید کربن باید همواره در دسترس باشد. مقادیر اندک ضایعات دی سولفید کربن را طبق دستورالعمل‌های پذیرفته شده و قوانین محلی دفع کنید.

یادآوری ۱- در صورتی می‌توان از سایر حلال‌های واجذب استفاده کرد که بازدهی واجذب و شاهد‌های آن‌ها مناسب باشد.

۳-۴ کربن فعال تهیه شده از پوسته نارگیل، اندازه ذرات ۰/۴ mm تا ۰/۸ mm که قبل از پر کردن لوله ، آن را با یک گاز خنثی مثل نیتروژن با خلوص بالا به مدت ۱ ساعت در دمای ۶۰۰°C حرارت داده باشند. جهت جلوگیری از آلوده شدن مجدد این کربن فعال طی سرد شدن تا دمای اتاق و ذخیره و بارگذاری در لوله، آن را در فضایی تمیز نگهداری کنید.

یادآوری ۲- لوله‌های مناسب حاوی کربن فعال نارگیل آماده که به صورت تجاری در بازار موجود است. (به بند ۵-۱ مراجعه شود)

۴-۴ هیدروکربنهای آروماتیک ، محلولهای استاندارد برای تهیه ی نمودار کالیبراسیون (به بند ۷-۱ مراجعه شود).

محلول‌های استاندارد از هیدروکربن‌های آروماتیک به روش وزن سنجی تهیه کنید و با رقیق سازی سریالی محدوده‌ی تجزیه را پوشش دهید (به بند ۴-۱ مراجعه شود). محدوده‌ی غلظتی تجزیه باید گسترده‌تر از محدوده‌ی غلظتی نمونه‌های واجذب شده باشد (به بند ۷-۲ مراجعه شود). به‌عنوان نمونه در زیر یک روش معمولی برای تولوئن شرح داده می شود.

محلول‌های استاندارد را در دی سولفید کربن تهیه کنید (به بند ۴-۲ مراجعه شود).

چنانچه محلول استاندارد را به مدت کمتر از یک هفته نگهداری می کنید آن را در هپتان نرمال تهیه کنید (به بند ۴-۴-۱ مراجعه شود).

۴-۴-۱ محلول استاندارد تولوئن با غلظت تقریبی ۵۰ mg/mL ،
حدود ۵۰۰ mg از تولوئن را به دقت وزن کرده در یک بالن حجمی ۱۰ mL با خط نشانه بریزید. تا خط نشانه کربن دی سولفید اضافه کنید و خوب هم بزنید.

۴-۴-۲ محلول استاندارد تولوئن با غلظت تقریبی ۵ mg/mL ،
با پی پت ۱ mL از محلول استاندارد را برداشته در یک بالن حجمی ۱۰ mL بریزید. با افزودن دی سولفید کربن تا خط نشانه، آن را رقیق کرده و خوب هم بزنید. (به بند ۴-۴-۱ مراجعه شود)

۴-۴-۳ محلول استاندارد تولوئن با غلظت تقریبی ۵۰۰ µg/mL ،
با پی پت ۱ mL از محلول استاندارد (به بند ۴-۴-۲ مراجعه شود) را برداشته در یک بالن حجمی ۱۰ mL بریزید. با افزودن دی سولفید کربن تا خط نشانه، آن را رقیق کرده و خوب هم بزنید.

۴-۴-۴ محلول استاندارد تولوئن با غلظت تقریبی ۵۰ µg/mL ،
با پی پت ۱ mL از محلول استاندارد (به بند ۴-۴-۳ مراجعه شود) را برداشته در یک بالن حجمی ۱۰ mL بریزید. با افزودن دی سولفید کربن تا خط نشانه، آن را رقیق کرده و خوب هم بزنید.

۴-۴-۵ محلول استاندارد تولوئن با غلظت تقریبی ۵ µg/mL ،
با پی پت ۱ mL از محلول استاندارد (به بند ۴-۴-۴ مراجعه شود) را برداشته در یک بالن حجمی ۱۰ mL بریزید. با افزودن دی سولفید کربن تا خط نشانه، آن را رقیق کرده و خوب هم بزنید.

۴-۵ تولوئن، مطابق با محلول‌های استاندارد برای کنترل نمودار کالیبراسیون در صورت لزوم محلول‌های استاندارد (در بند های ۴-۵-۱ و ۴-۵-۲ مراجعه شود) انبار شوند (برای کمتر از یک هفته)، آن‌ها را در هپتان نرمال تهیه کنید.

۴-۵-۱ تولوئن، مطابق با محلول‌های استاندارد با غلظت تقریبی ۲۵ mg/mL حدود ۲۵۰ mg تولوئن را به دقت وزن کرده در یک بالن حجمی ۱۰ میلی لیتری با خط نشانه بریزید، تا خط نشانه دی سولفید کربن اضافه کنید و خوب هم بزنید.

۴-۵-۲ تولوئن، مطابق با محلول‌های استاندارد با غلظت تقریبی ۵ mg/mL حدود ۵۰ mg تولوئن را بدقت وزن کرده در یک بالن حجمی ۱۰ میلی لیتری با خط نشانه بریزید. تا خط نشانه دی سولفید کربن اضافه کنید و خوب هم بزنید.

۵ وسایل

وسایل آزمایشگاهی معمول و ویژه به شرح زیر است؛

۵-۱ لوله‌ی کربن فعال، ساخته شده از جنس شیشه که دو سر آن به وسیله‌ی شعله بسته شده است، طول آن ۷۰ mm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm، دارای دو قسمت ۴ mm تا ۸ mm حاوی کربن فعال. بخش جاذب حاوی ۱۰۰ mg و بخش پشتیبان ۵۰ mg کربن فعال است. این بخش‌ها از هم جدا هستند و محتویات آن توسط یک ماده ای بی‌اثر مانند توپی‌های پشم‌شیشه (ترجیحاً سیلانیزه شده) در مکان خود نگه داشته می‌شوند.

افت فشار لوله در بیشترین سرعت جریان توصیه شده برای نمونه‌گیری (در این استاندارد ۲۰۰ mL/min) نباید بیشتر از ۳ kPa (۲۵ mmHg) شود.

برای جلوگیری از شکستن لوله باید آن را توسط یک نگهدارنده لوله محافظت کرد. بازده واجذب (D) برای هر دسته^۲ از لوله‌ها توسط یکی از روش‌هایی که در پیوست ب شرح داده شده باید کنترل شود. اگر بازدهی واجذب کمتر از ۰/۷۵ (۷۵٪) باشد، نباید لوله‌ها استفاده شوند.

گیره‌ها باید بنحوی تهیه شوند که لوله کربن فعال و لوله‌های ارتباطی را به قسمت برگردان یقه شخص پوشنده متصل نگه دارد.

توجه - جهت جلوگیری از ایجاد تداخل در نمونه‌گیری و یا روند تجزیه، استفاده از هر گونه لوله کشی قبل از آن اجتناب نمایید.

یادآوری ۱- به جای لوله‌ی دوبخشی تجاری، می‌توان از دو لوله‌ی تک‌قسمتی به صورت سری استفاده کرد. این نحوه‌ی چینش این مزیت را دارد که لازم نیست لوله‌ها را بعد از نمونه‌گیری در دمای کمتر از دمای محیط نگهداری کرد تا از مهاجرت ترکیبات گیر افتاده از قسمتی به قسمت دیگر جلوگیری نمود.

یادآوری ۲- لوله‌هایی با این خصوصیات به صورت تجاری در دسترس هستند، هرچند خود کاربر هم می‌تواند آن‌ها را درست کند.
۵-۲ در پوش‌های پلی‌اتیلن، برای درپوش گذاشتن روی لوله‌های کربن فعال، درپوش‌ها باید بطور دقیق اندازه لوله‌ها بوده و محکم به آن بچسبند تا از هر گونه نشتی جلوگیری بعمل آید. (به بند ۵-۱ مراجعه شود)

۵-۳ پمپ، با سرعت جریان قابل تنظیم که یک شخص در حال انجام کار معمول خود بتواند آن را بپوشد و بتواند ۸ ساعت به‌طور مستمر در سرعت جریان مورد استفاده کار کند (به بند ۶ مراجعه شود). حجم هوای نمونه‌گیری شده توسط پمپ طی دوره زمانی توصیه‌شده برای نمونه‌گیری باید به اندازه‌ی ۱۰٪ از حجم محاسبه‌شده باشد. تغییرات سرعت جریان طی دوره‌ی نمونه‌گیری باید کمتر از ۵٪ باشد.
با قرار دادن یک لوله کربن فعال نمونه (به بند ۵-۱ مراجعه شود) در خط و با استفاده از جریان سنج حباب صابونی (به بند ۵-۵ مراجعه شود) پمپ را کالیبره کنید.
پمپ باید با قوانین ایمنی محلی تطابق داشته باشد.

۵-۴ اتصالات لوله‌کشی لاستیکی یا پلاستیکی، به طول ۹۰ Cm و با قطری مناسب که هم با پمپ و هم با لوله نمونه یا نگهدارنده لوله (اگر بکار رفته) منطبق باشد و اطمینان حاصل شود که هیچ‌گونه درزی وجود ندارد.

۵-۵ جریان سنج^۱ حباب صابونی، یا وسیله‌ی مناسب دیگری با حداقل ظرفیت ۱۰۰mL برای کالیبراسیون پمپ (به بند ۵-۳ مراجعه شود)

یادآوری ۳- یک جریان سنج حباب صابونی ممکن است برای پمپ‌های رفت و برگشتی که جریان ثابتی ندارند مناسب نباشد.

۵-۶ سرنگ، با ظرفیت ۱۰ μl با درجه‌بندی ۰/۱ μl

۵-۷ سرنگ، با ظرفیت ۵۰ μl با درجه‌بندی ۰/۱ μl

۵-۸ شیشه های نمونه^۱، با درپوش لاستیکی بالایی پلی تترا فلورو اتیلن (PTFE)^۲ یا درپوش شیشه‌ای^۳ ظرفیت اسمی ۲ mL یا بیشتر.

۵-۹ کروماتوگراف گازی، با یک آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای^۴ که قادر باشد ۵ mL تولوئن را با نسبت حداقل ۵ به ۱، علامت به نوفه آشکارسازی کند.

۵-۱۰ ستون کروماتوگرافی گازی، قادر به تفکیک مواد مورد تجزیه شده از ترکیبات دیگر . مناسب بودن ستون باید طی آزمایش با دو یا تعداد بیشتری ستون با فاز ساکن متفاوت، بررسی و تصدیق^۵ شود تا از عدم وجود تداخل اطمینان حاصل شود. راهنمایی در مورد انتخاب ستون (در پیوست پ) ارائه شده است.

۶ نمونه گیری

پمپ را با لوله ی لاستیکی یا پلاستیکی به یک لوله ی کربن فعال (به بند ۵-۳ مراجعه شود) که دو سر آن شکسته است متصل کنید(به بند ۵-۱ مراجعه شود) و بخش پشتیبان را به پمپ نزدیکتر بگذارید(به بند ۵-۴ مراجعه شود).

وقتی احتمال رطوبت نسبتاً زیاد یا غلظت‌های زیادی از مزاحم‌های دیگر وجود داشته باشد، از یک لوله‌ی کربن فعال بزرگ‌تر استفاده کنید (۴۰۰mg یا ۸۰۰mg با بخش پشتیبان ۲۰۰mg). وقتی لوله‌ی کربن فعال دوم به‌طور سری استفاده می‌شود، مطمئن شوید که سرعت جریان برآیند مجموع لوله‌ها تنظیم شده است.

هنگام گرفتن نمونه‌های فردی ، باید لوله به‌طور عمودی در منطقه‌ی تنفس کاربر به طور مثال روی یقه‌اش نصب شود(تا عبور میانبر حداقل شود). پمپ را به‌گونه‌ای به کاربر متصل کنید که کمتر اذیت شود. برای نمونه‌گیری در مکان ثابت، یک جای مناسب برای نمونه‌گیری انتخاب کنید.

پمپ را روشن کنید و سرعت جریان را به‌گونه‌ای تنظیم کنید که حجم بهینه‌ای از نمونه در زمان ممکن گرفته شود. جدول ۱ حجم نمونه‌های هوا را برای انواع هیدروکربن‌های آروماتیک که در این استاندارد مورد لحاظ قرار گرفته و نرخ معادل برای نمونه‌گیری ۸ ساعته را که به‌صورت تابعی از رطوبت نسبی و حضور هیدروکربن‌های سبک تغییر می‌کند، ارائه می‌دهد. (به جدول ۲ مراجعه شود).

-
- 1-Vial
 - 2-PTFE-lined septum caps
 - 3-Glass-stoppered
 - 4-Flame ionization detector
 - 5-Verified

یادآوری ۱- برای نمونه گیری در دوره‌های زمانی کوتاه‌تر، سرعت جریان می‌تواند به تناسب افزایش یابد اما نباید بیشتر از ۲۰۰ mL/min شود. از این رو در تمام موارد، می‌توان نمونه‌گیری را به مدت ۱۰ min با سرعت ۲۰۰ mL/min در یک لوله‌ی (۱۰۰+۵۰) mg انجام داد.

زمان، دما، سرعت جریان (یا اگر مناسب بود حجمی که خوانده می‌شود) و عدد فشارسنج را وقتی پمپ روشن شد یادداشت و ثبت نمایید.

یادآوری ۲- اگر ظرفیت نمونه‌گیری کربن فعال بیشتر نشود، بازدهی نمونه‌گیری ۱۰۰ درصد خواهد بود؛ اما اگر این ظرفیت بیشتر شود، بخار از قسمت جلو به قسمت پشتیبان عبور خواهد کرد.

حجم عبوری^۱ همانند آنچه در پیوست الف مشخص شده تعریف و تعیین می‌گردد.

حجم عبوری با دمای هوای محیط، رطوبت نسبی، غلظت بخار نمونه‌گیری شده و سایر آلاینده‌ها و سرعت جریان نمونه‌گیری تغییر می‌کند. افزایش در هر یک از این معیارها باعث کاهش حجم عبوری می‌شود. برخی حجم‌های عبوری معمول که با نوع ماده‌ی مورد تجزیه نیز تغییر می‌کند، در جدول ۱ ارائه شده است. در پایان دوره‌ی نمونه‌گیری سرعت جریان (یا حجم خوانده شده) را یادداشت، پمپ را خاموش کنید و زمان، دما و عدد فشارسنج را ثبت نمایید.

لوله‌ی نمونه را جدا کنید و دو سر آن را با درپوش پلی‌اتیلنی ببندید و درزبندی کنید (به بند ۵-۲ مراجعه شود). بر روی هر لوله برچسب‌هایی بزنید تا شناسایی شوند. اگر قرار نیست نمونه‌ها تا ۸ ساعت آتی تجزیه شوند، آن‌ها را در یک ظرف آب‌بندی شده‌ی فلزی یا شیشه‌ای گذاشته و سپس در یخ خشک یا منجمد شده با دمای 20°C -، بگذارید تا جابجایی مواد مورد تجزیه به حداقل برسد.

یادآوری ۳- اگر از دو لوله کربن فعال تک قسمتی به‌طور سری (متوالی) استفاده شود، باید جدا از هم درزبندی شوند و لازم نیست تا قبل از تجزیه منجمد شوند.

نمونه‌های شاهد را با استفاده از لوله‌های مشابه با آنچه برای نمونه‌گیری استفاده شده تهیه کنید و بر روی آن‌ها شیوه‌ی کاری مشابه لوله‌های نمونه را انجام دهید، به‌جز اینکه نباید هوا از میان آن‌ها عبور کند. بر روی آن‌ها برچسب شاهد بزنید.

جدول ۱ - اندازه نمونه و سرعت نمونه‌گیری

مرجع (پیوست ب)	نمونه‌ی بهینه		داده‌های حجم عبوری			ماده‌ی تجزیه شده
	سرعت طی ۸ ساعت (mL/min)	حجم (L)	حجم (L)	رطوبت نسبی (RH)%	غلظت (mg/m ³)	
[۵]	۲۵	۱۲	۴۶<	کم	۱۴۹	بنزن
[۵]	-	-	۴۴	کم	۱۱۲	۴- ترشیو- بوتیل تولوئن
[۵]	۲۰	۱۰	۴۶	کم	۴۸۰	کومن
[۵]	-	-	۳۵	کم	۹۱۷	اتیل بنزن
[۵]	-	-	۴۶<	کم	۹۴۰	ایزوپروپنیل بنزن
[۵]	-	-	۳۶	کم	۹۵۲	۳-متیل استایرن و ۴- متیل استایرن
[۵]	۱۰	۵	۲۱	کم	۱۷۱۰	استایرن
[۵]	۲۵	۱۲	۱۲	کم	۲۲۴۵	تولوئن
[۵]	۲۵	۱۲	۳۴	کم	۸۱۰	زایلن

یادآوری- در این آزمایش‌های حجم عبور، هوا با رطوبت نسبی کم و حاوی ماده‌ی مورد تجزیه با غلظت‌های بیان‌شده با سرعت ۰.۲ l/min از شش قسمت موازی کربن فعال نارگیل ۱۰۰ mg (با قطر ۴ mm) عبور داده شد. جریان‌های منتشر شونده مجدداً بازترکیب شده و توسط یک تجزیه کننده هیدروکربن کل یا یک کروماتوگراف گازی پایش شدند. در حجم عبور، غلظت ماده مورد تجزیه در جریان منتشر شونده ۵٪ غلظت مورد بحث می باشد.

جدول ۲- سرعت نمونه‌گیری بهینه طی ۸ ساعت به صورت تابعی از رطوبت نسبی و حضور هیدروکربن‌های سبک

مقادیر برحسب میلی لیتر بر دقیقه

رطوبت نسبی			ترکیب بخار هیدروکربن‌ها در هوا
۸۰٪	۵۰٪	۳۰٪	
۱۲۵	۲۰۰<	۲۰۰<	بنزن: ۵ (mL/m ³)
۸۵	۱۸۵<	۲۰۰<	بنزن: ۵ (mL/m ³) و در حضور هیدروکربن‌ها C ₅ - C ₆ : ۸۰ (mL/m ³) (معادل C ₆)
۴۰	۷۰	۸۰	بنزن: ۵ (mL/m ³) و در حضور هیدروکربن‌ها C ₅ - C ₆ : ۲۵۰ (mL/m ³) (معادل C ₆)

۷ روش آزمون

۷-۱ کالیبراسیون

محلولهای استاندارد ماده مورد تجزیه را، مطابق روش زیر توسط کروماتوگرافی گازی سه بار مورد تجزیه قرار دهید. (به بند ۴-۴ مراجعه شود)

از ۱ µl تا ۵ µl، حجم های مشخص و برابر از محلول استاندارد را به کروماتوگرافی گازی تزریق کنید. برای هر نمونه و استاندارد حجم این مقدار باید هم اندازه باشد. (به بند ۵-۹ مراجعه شود)

اگر غلظت نمونه بیش از حد تشخیص دستگاه^۱ باشد حجم کمتری از نمونه را استفاده کنید. در این مورد حد پایین آشکارسازی، مطابق با آن افزایش می یابد.

با رسم نقطه اوج سطح زیر منحنی^۲ مواد تجزیه شده که برای غلظت محلول های استاندارد بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر با مقدار شاهد (دی سولفید کربن) تصحیح شده نمودار کالیبراسیون را تهیه کنید. با تجزیه محلول های استاندارد (مطابق بندهای ۴-۵-۱ و ۴-۵-۲) نمودار کالیبراسیون را چک کنید. اگر تفاوت بیشتر از ۵٪ است، کالیبراسیون مجدد انجام دهید.

۷-۲ اندازه گیری

مقدار ۱ mL از حلال واجذب (دی سولفید کربن) (به بند ۴-۲ مراجعه شود) را با پی پت ۲ mL به شیشه نمونه با درپوش لاستیکی^۳ (به بند ۵-۸ مراجعه شود) منتقل کنید و بلافاصله درپوش شیشه نمونه را ببندید. لوله ی کربن فعال حاوی نمونه در قسمت جلویی (بزرگ ترین قسمت) را علامت گذاری کنید و با شکستن، لوله را باز کنید. پشم شیشه را بردارید و دور بیندازید. شیشه نمونه را باز کنید و قسمت جلویی کربن فعال را به دی سولفید کربن موجود در شیشه نمونه بیفزایید و دوباره درپوش آن را ببندید. گاهی اوقات شیشه نمونه را به مدت ۳۰ min را تکان دهید تا مطمئن شوید بیشینه واجذب انجام شده است. این روش را با استفاده از یک شیشه نمونه دیگر برای قسمت دوم پشتیبان انجام دهید.

یادآوری- وقتی لوله های کربن فعال حاوی مقادیر کربن فعال بیش از ۵۰+۱۰۰) mg باشند، باید به همان نسبت حجم بیشتری از دی سولفید کربن و ظرف واجذب استفاده شود (به طور مثال ۴۰۰ mg کربن فعال با ۴ ml دی سولفید کربن واجذب می شود).

به همان مقداری که برای تهیه نمودار کالیبراسیون استفاده شده، نمونه را به کروماتوگراف گازی تزریق کنید. مساحت سطح زیر منحنی نمونه ی تجزیه شده را مشخص کنید. غلظت جرمی ماده ی مورد تجزیه در نمونه ی تزریق شده را از روی نمودار کالیبراسیون بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر به دست آورید.

1-Overload
2-Peak
3-Septum Vial

اگر مقدار ماده‌ی مورد تجزیه در قسمت پشتیبان بیش از ۱۰٪ مقدار آن در قسمت جلویی بود، این نمونه نمی‌تواند قابل اعتماد باشد و آن را دور بریزید.
لوله‌ی شاهد را به همین صورت تجزیه کنید. با هر دسته از نمونه‌ها یک محلول استاندارد تازه را تجزیه کنید.

۸ گزارش نتایج

۸-۱ محاسبه

غلظت جرمی ماده‌ی مورد تجزیه در نمونه‌ی هوا $e(A)$ را با استفاده از معادله‌ی زیر برحسب میلی‌گرم بر مترمکعب محاسبه کنید:

$$e(A) = \frac{(e_1 + e_2 - e_3)V_d}{D.V}$$

e_1 غلظت جرمی ماده‌ی مورد تجزیه (برحسب میکروگرم بر میلی‌لیتر) در محلول تهیه‌شده از قسمت جلویی لوله‌ی کربن فعال

e_2 غلظت جرمی ماده‌ی مورد تجزیه (برحسب میکروگرم بر میلی‌لیتر) در محلول تهیه‌شده از قسمت پشتیبان لوله‌ی کربن فعال (کمتر از ۱۰٪ e_1 است)؛

e_3 غلظت جرمی ماده‌ی مورد تجزیه (برحسب میکروگرم بر میلی‌لیتر) در محلول تهیه‌شده از هر دو قسمت شاهد؛

V حجم نمونه‌ی هوا برحسب لیتر (L)؛

V_d حجم دی سولفید کربن مصرف‌شده برای واجذب (برحسب mL)

D بازدهی واجذب بر اساس منحنی D ، با در نظر گرفتن اینکه $(e_1 + e_2 - e_3)V_d$ جرم ماده‌ی تجزیه شده به‌دست آمده است (به پیوست ب، ب-۲-۶ مراجعه شود)

یادآوری ۱- اگر لازم است غلظت ماده‌ی تجزیه شده در شرایط مرجع (دمای ۲۹۳K و فشار ۱۰۱/۳ kPa) بیان شود، باید معادله‌ی زیر استفاده شود:

$$e(A)_{corr} = e(A) \times \frac{101,3(t + 273)}{p \times 293}$$

که $e(A)$ غلظت ماده‌ی تجزیه شده (برحسب میلی‌گرم بر مترمکعب) است که در بالا محاسبه شد؛

t دمای میانگین در طی نمونه‌گیری؛ (بر حسب درجه سانتی‌گراد)؛

P فشار متوسط جو در طی نمونه‌گیری؛ (برحسب کیلو پاسکال)

۱۰۱/۳ فشار استاندارد برحسب کیلو پاسکال؛

۲۷۳ دمای استاندارد برحسب کلوین؛

۲۹۳ معادل دمای ۲۰ C برحسب کلوین؛

یادآوری ۲- کسر حجمی ماده‌ی تجزیه شده در نمونه‌ی هوا $\phi(A)$ برحسب میلی‌لیتر بر مترمکعب (ppm)، با استفاده از معادله‌ی زیر به دست می‌آید:

$$\phi(A) = e(A)_{corr} \times \frac{24,0}{M}$$

که $e(A)_{corr}$ مفهوم مشابه یادآوری بند ۷-۲ دارد؛

M جرم مولی نسبی ماده‌ی تجزیه شده برحسب گرم بر مول؛

۲۴ حجم یک مول گاز ایده آل در دمای 20°C و فشار $101/3 \text{ kPa}$ (برحسب لیتر بر مول)

۲-۸ دقت

در یک آزمایش مشترک^[۱]، یک روش پیش نویس اولیه لوله کربن فعال (که این استاندارد بین‌المللی بر اساس آن بناشده) با یک روش آزمایش لوله‌ی نفوذی^[۲] مقایسه شد تا قرار گرفتن در معرض بنزن طی زمان کار حرفه‌ای و شغلی اندازه‌گیری شود. نتایج این دو روش از لحاظ آماری از هم قابل تفکیک نبود. در یک آزمایش مشترک مشابه^[۳] و^[۴] برای اندازه‌گیری قرار گرفتن در معرض استایرن طی کار حرفه‌ای مجدداً نتایج از لحاظ آماری از هم قابل تفکیک نبود. متوسط ضریب تغییر نتایج لوله‌ی کربن فعال پمپ شده ۱۰٪ و برای لوله‌ی نفوذی ۸٪ بود.

۹ گزارش آزمایش

گزارش آزمایش باید شامل اطلاعات زیر باشد:

الف - یک استاندارد مرجع؛

ب - مشخصاتی برای شناسایی کامل نمونه؛

پ - مکان و دوره‌ی زمانی نمونه‌گیری؛

ت - دما و فشار بارومتری؛

ث - بازدهی واجذب؛

ج - نتیجه‌ی آزمایش و روش بکار رفته؛

چ - هرگونه خصوصیات غیرمعمول که طی اندازه‌گیری و تعیین یادداشت شده؛

خ - هرگونه اطلاعات دیگر مربوط به روش.

پیوست الف

(الزامی)

اندازه‌گیری و تعیین حجم عبور

الف-۱ کلیات

حجم عبور داده شده برای لوله کربن فعال حجمی از بخار نمونه در هوا است که می‌تواند از بخش جلویی لوله کربن فعال بگذرد قبل از آنکه غلظت شویشی بخار هیدروکربن‌های آروماتیک به ۵٪ غلظت بکار رفته در آزمایش برسد.

حجم عبور به عواملی از جمله غلظت بخار نمونه، رطوبت نسبی و دمای هوای محیط بستگی دارد.

الف-۲ واکنشگرها

جو دینامیک استاندارد بخار هیدروکربن‌های آروماتیک در هوا لوله‌های تراوا با رقیق‌سازی یک جریان اندازه‌گیری شده از مایع هیدروکربن آروماتیک توسط یک جریان اندازه‌گیری شده از هوا (به استاندارد ISO ۶۱۴۵-۱ مراجعه شود) یا به صورت دینامیک توسط لوله‌های تراوایی (به استاندارد ISO ۶۳۴۹ مراجعه شود) فضاهای استاندارد دینامیک بخار هیدروکربن آروماتیک در هوا را تهیه کنید.

الف-۳ دستگاه

دستگاه آزمایشگاهی معمولی و موارد زیر.

الف-۳-۱ لوله کربن فعال، تشکیل شده از یک بخش منفرد، حاوی ۱۰۰mg کربن فعال (به بندهای ۴-۳ و ۵-۱ مراجعه شود).

الف-۳-۲ جریان سنج محدوده‌ی ۲۰ mL/min تا ۲۰۰ mL/min،

الف-۳-۳ آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای.

الف-۴ اندازه‌گیری و تعیین

الف-۴-۱ مجموعه‌ی ابزار نمونه‌گیری را به صورت ذیل، گردآوری و سر هم کنید: یک ژنراتور فضاهای استاندارد دینامیک (به پیوست الف-۲ مراجعه شود) (که غلظتی معادل حد مواجهه‌ی^۱ فعلی ماده‌ی مورد تجزیه می‌دهد (مثلاً 375 mg/m^3 برای تولوئن))، یک لوله‌ی کربن فعال (به پیوست الف-۳-۱ مراجعه شود) با ۱۰۰mg کربن فعال، یک جریان سنج^۲ (به پیوست بند الف-۳-۲ مراجعه شود) و آشکارساز (به پیوست الف-۳-۳ مراجعه شود).

1-Exposure limit

2-Flowmeter

با سرعت ثابت و مشخصی بین 20 mL/min تا 200 mL/min گاز را از مجموعه‌ی نمونه‌گیری بگذرانید. از این محدوده‌ی سرعتی مقداری را بکار برید که با سرعت نمونه‌گیری مطلوب تناسب داشته باشد (به بند ۶ مراجعه شود). زمان شروع جریان را یادداشت کنید.

زمانی که بخار هیدروکربن آروماتیک پدیدار می‌شود، پاسخ آشکارساز نمایان می‌شود. اندازه‌گیری را تا رسیدن به سطح پایدار^۱ که مربوط به غلظت ورودی است ادامه دهید و یا اینکه تا آنجا ادامه دهید که مشخص شود پاسخ عمدتاً یا به‌طور کامل توسط هیدروکربن آروماتیک استفاده شده ایجاد شده است. زمانی که به ۵٪ مقدار سطح پایدار رسید را مشخص کنید.

الف-۴-۲ معمولاً حجم مرده^۲ در کل مجموعه‌ی نمونه‌گیری در مقایسه با حجم عبور کمتر است؛ اما اگر این‌گونه نبود با تکرار اندازه‌گیری و تعیین آن با استفاده از یک لوله‌ی خالی در مجموعه‌ی نمونه‌گیری، حجم هدر رفت را معین کنید و نتیجه را بر طبق آن تصحیح کنید.

الف-۴-۳ با مرطوب‌سازی جریان گاز تا حدود ۸۰٪ رطوبت نسبی و تکرار تست مذکور در (به بند پیوست الف-۴-۱ مراجعه شود)، اثر رطوبت را بر حجم عبور بررسی و مشخص کنید. یک جریان اولیه از گاز را که غلظتی برابر 50 mg/m^3 دارد طی رقیق‌سازی با جریان هوای مرطوب با رطوبت نسبی ۱۰۰٪ به نسبت حجمی ۴:۱ مرطوب کنید. هوای مرطوب با گذراندن هوای تمیز از یک سری از لوله‌های آب یا حباب‌سازهای آب تهیه می‌شود. جریان گاز هیدروکربن آروماتیک را از میان آب نگذرانید.

یادآوری - رطوبت نسبی مشخص شده (۸۰٪) یک مقدار کاربردی است و دلیل نمی‌شود که این روش در رطوبت نسبت‌های بالاتر نامعتبر باشد، به شرطی که به محدودیت حجم‌های نمونه‌گیری در رطوبت بالا توجه شود (به بند ۶ مراجعه شود).

الف-۵ بیان نتایج

با ضرب کردن سرعت جریان (برحسب لیتر بر دقیقه) در زمان سپری‌شده (برحسب دقیقه) از صفر تا لحظه‌ای که ۵٪ مقدار سطح پایدار مربوط به 10 mg/m^3 رسیده باشد، حجم عبور را محاسبه کنید.

1-Plateau

2-Dead Volume

پیوست ب

(الزامی)

اندازه‌گیری و تعیین بازدهی واجذب

ب-۱ کلیات

بازدهی واجذب برای لوله‌ی کربن فعال جرم بازیابی شده از لوله تقسیم‌پر جرم بکار رفته است. بازدهی واجذب حلال‌های هیدروکربن آروماتیک از کربن فعال می‌تواند با نوع و بسته کربن فعال، غلظت بخار جذب‌شده و آزمایشگاه تغییر کند.

از این رو ضرورت دارد برای هر بسته از کربن فعال، بازدهی واجذب در محدوده غلظت انتظاری از ماده‌ی مورد تجزیه معین شود. دو روش برای اندازه‌گیری و تعیین بازدهی واجذب ارائه می‌شود. روشی که از کالیبراسیون گازها (به پیوست ب-۲ مراجعه شود) استفاده می‌کند، روش دقیق‌تری است. در جدول ب-۱ برخی بازدهی‌های واجذب معمول داده شده است.

جدول ب-۱ داده‌های بازدهی واجذب^[۵]

جرم ماده‌ی مورد تجزیه روی بخش کربن فعال (mg)	بازدهی واجذب	ماده‌ی مورد تجزیه
۰/۰۸۸	۰/۹۶	بنزن
۰/۱۸	۰/۹۸	
۰/۳۵	۰/۹۸	
۰/۲۷	۱/۰۶	۴- ترشیو- بوتیل تولوئن
۰/۵۴	۱/۱۰	
۱/۰۹	۱/۰۴	
۰/۸۶	۱/۰۶	کومن
۱/۷۳	۱/۰۱	
۳/۴۶	۱/۰۳	
۲/۱۷	۱/۰۵	اتیل بنزن
۴/۳۴	۱/۰۸	
۸/۶۷	۱/۰۵	
۰/۶۹	۰/۹۱	ایزوپروپنیل بنزن
۱/۳۸	۰/۹۱	
۳/۵۷	۰/۹۳	
۲/۴۱	۰/۸۲	۳-متیل استایرن و ۴-متیل استایرن
۴/۸۲	۰/۸۸	
۹/۶۴	۰/۹۱	

جرم ماده‌ی مورد تجزیه روی بخش کربن فعال (mg)	بازدهی واجذب	ماده‌ی مورد تجزیه
۲/۱۷ ۴/۲۴ ۸/۴۹	۰/۸۷ ۰/۸۸ ۰/۹۳	استایرن
۱/۱۳ ۲/۲۵ ۴/۵۱	۰/۹۸ ۱/۰۰ ۰/۹۹	تولوئن
۲/۶۰ ۵/۳۱ ۱۰/۴	۰/۹۹ ۰/۹۹ ۰/۹۹	زایلن
<p>یادآوری ۱- در آزمایش‌های ماده‌ی مورد تجزیه به صورت خالص یا به صورت محلول در هگزان به بخش‌های 100 mg کربن فعال پوسته نارگیلی تزریق شده.</p> <p>این نمونه‌ها با ۰/۵ mL یا ۱ mL دی سولفید کربن واجذب و با استفاده از کروماتوگرافی گازی تجزیه شده.</p>		

ب-۲ اندازه‌گیری و تعیین با استفاده از گازهای کالیبراسیون

ب-۲-۱ عوامل

فضاهای استاندارد دینامیک بخار هیدروکربن آروماتیک در هوا.

(به پیوست الف-۲ مراجعه کنید.)

ب-۲-۲ دستگاه

ب-۲-۲-۱ پمپ (به بند ۵-۳ مراجعه شود).

ب-۲-۲-۲ لوله کربن فعال، (به بند ۵-۱ مراجعه شود).

ب-۲-۲-۳ جریان سنج کالیبره شده.

ب-۲-۳ روش

بازدهی واجذب را با بارگذاری لوله در ۵ سطح در محدوده‌ی تجزیه معین کنید. محدوده‌ی بارگذاری تجزیه باید فراتر از محدوده‌ی بار نمونه‌ها باشد. یک محدوده‌ی معمول ۱۰ μg تا ۵۰ mg از ماده‌ی مورد تجزیه می‌باشد و به‌طور مثال برای تولوئن در پایین ارائه شده است. ترجیحاً برای هر سطح بارگذاری ۳ لوله‌ی کربن

فعال (به پیوست ب-۲-۲-۲-۲ مراجعه شود) استفاده کنید. یک فضای استاندارد از تولوئن (به پیوست ب-۲-۲-۲ مراجعه شود) در غلظت ۷۵۰ mg/m³ تهیه کنید. ۱۰ L از این فضا را با سرعت ۲۰ ml/min (سرعت جریان را با یک جریان سنج کالیبره شده اندازه گیری کنید) نمونه گیری کنید. (به پیوست ب-۲-۲-۲-۲ مراجعه شود)

یادآوری ۱- نمونه را می توان از منبعی تحت فشار از یک لوله ی کربن فعال و جریان سنج گذراند و یا با استفاده از پمپ کالیبره شده از یک لوله بیرون کشید. (به پیوست ب-۲-۲-۲-۱)

یادآوری ۲- باید شرایط مشابهی همانند شرایط زمان نمونه گیری (به بند ۵ مراجعه شود) از لحاظ حجم نمونه، سرعت جریان، دما و رطوبت نسبی انتخاب شود. در صورت لزوم نمونه را گرم، سرد و یا مرطوب نمایید. (به پیوست الف، الف-۳-۴ مراجعه شود).

بیشترین افت فشار در طی لوله باید مطابق مقدار مشخص شده در ۵-۱ باشد. فرض می شود بازدهی نمونه گیری % ۱۰۰ است. در پایان دوره ی نمونه گیری لوله ها را بردارید، آب بندی کنید و برچسب گذاری کنید (به بند ۶ مراجعه شود). روش مذکور در بالا را تکرار کنید اما حجم های کمتری نمونه گیری کنید، یعنی از فضای استاندارد ۷۵۰ mg/m³ حجم های ۰.۵L، ۱L، ۲L و ۵۰L نمونه گیری کنید.

یادآوری ۳- برای ترکیباتی غیر از تولوئن، غلظت های فضای استاندارد و سرعت های جریان نمونه گیری مشابه آنچه در نمونه گیری بکار رفت (به جدول ۱ مراجعه شود) باید استفاده شود، اما باید اطمینان یافت که از حجم عبور بیشتر نشده باشد (به پیوست الف مراجعه شود).

ب-۲-۴ آزمون شاهد

دسته ای از لوله ها مشابه آنچه برای جمع آوری نمونه ها استفاده می شود، یک لوله کربن فعال انتخاب کنید و مشابه روش بکار رفته برای لوله های نمونه گیری، آن را آماده کنید، به جز اینکه از میان آن هوا بیرون نکشید. به آن برچسب شاهد بزنید.

ب-۲-۵ اندازه گیری و تعیین

لوله های بارگذاری شده و شاهد را تجزیه کنید. (به بند ۲-۷ مراجعه شود)

ب-۲-۶ بیان نتایج

با استفاده از معادله ی زیر بازدهی واجذب D را حساب کنید:

$$D = \frac{(e_4 + e_5 - e_6)V_d}{m}$$

e_4 غلظت جرمی ماده ی مورد تجزیه در محلول تهیه شده از قسمت جلویی لوله ی کربن فعال است؛ (برحسب میکروگرم بر میلی لیتر)

e_5 غلظت جرمی ماده ی مورد تجزیه در محلول تهیه شده از قسمت پشتی لوله ی کربن فعال است؛ (برحسب میکروگرم بر میلی لیتر)

e_6 غلظت جرمی ماده ی مورد تجزیه در محلول تهیه شده از هر دو قسمت شاهد است؛ (برحسب میکروگرم بر میلی لیتر)

Vd حجم دی سولفید کربن مورد استفاده است. (برحسب میلی لیتر)(mL)
M کل جرم ماده تجزیه شده بارگذاری شده در لوله‌ی کربن فعال است. (برحسب میکروگرم) (مطابق پیوست ب-۲-۳).

با رسم بازدهی واجذب در ۵ سطح بارگذاری مختلف برحسب جرم مربوطه از ماده‌ی تجزیه شده $V_d(e_4 + e_5 - e_6)$ یک نمودار (منحنی D) رسم کنید.

ب-۳ اندازه‌گیری و تعیین با استفاده از محلول‌های هیدروکربن آروماتیک

یادآوری - این روش شرایط محیطی غالب در طی نمونه‌گیری را لحاظ نکرده است.

ب-۳-۱ عوامل

ب-۳-۱-۱ هیدروکربن‌های آروماتیک، محلول‌های استاندارد در دی سولفید کربن (به بند ۴-۲ مراجعه شود) محلول‌های استاندارد از هیدروکربن‌های آروماتیک را با وزن سنجی تهیه کنید و از آن‌ها سری محلول‌های رقیق بسازید به گونه‌ای که محدوده‌ی تجزیه را پوشش دهند. محدوده‌ی غلظتی تجزیه باید به گونه‌ای باشد که قسمت‌های مناسب را بتوان (مطابق پیوست ب-۳-۳) برای لوله‌های بارگذاری انتخاب کرد. به عنوان مثال روش معمول برای تولوئن در زیر آمده است.

ب-۳-۱-۱-۱ محلول استاندارد، تولوئن، تقریباً ۵۰۰ mg/mL

به دقت حدود ۵g تولوئن را در یک بالن حجمی تک علامت ۵۰ mL وزن کنید. تا خط نشانه به آن دی سولفید کربن بیفزایید و خوب هم بزنید.

ب-۳-۱-۱-۲ محلول استاندارد، تولوئن، تقریباً ۵۰ mg/mL

با پیپت ۱ ml محلول استاندارد (به پیوست ب-۳-۱-۱-۱ مراجعه شود) را در یک بالن حجمی تک نشانه ۱۰ mL بریزید. تا خط نشانه به آن دی سولفید کربن بیفزایید و خوب هم بزنید.

ب-۳-۱-۱-۳ محلول استاندارد، تولوئن، تقریباً ۵ mg/mL

۱ mL محلول استاندارد (به پیوست ب-۳-۱-۱-۲ مراجعه شود) را با پی پت در یک بالن حجمی ۱۰ mL تک نشانه بریزید. تا خط نشانه به آن دی سولفید کربن بیفزایید و خوب هم بزنید.

ب-۳-۲ دستگاه

ب-۳-۲-۱ پمپ (به بند ۵-۳ مراجعه شود)

ب-۳-۲-۲ آسرنگ با ظرفیت ۲۰ μg

ب-۳-۳ روش

بازدهی واجذب را با بارگذاری لوله در ۵ سطح در محدوده‌ی تجزیه معین کنید. محدوده‌ی بارگذاری تجزیه باید فراتر از محدوده‌ی بار نمونه‌ها باشد. یک محدوده‌ی معمول ۱۰ μg تا ۵۰ mg از ماده‌ی مورد تجزیه

می‌باشد و به‌طور مثال برای تولوئن در پایین ارائه‌شده است. ترجیحاً برای هر سطح بارگذاری ۳ لوله‌ی کربن فعال (مطابق پیوست ب-۲-۲) استفاده کنید.

با استفاده از یک سرنگ (مطابق پیوست ب-۲-۳-۲ مراجعه شود)، آهسته $20\mu\text{g}$ محلول استاندارد تولوئن (به پیوست ب-۱-۱-۳) به پشم‌شیشه‌ی جلوی قسمت جلویی لوله‌ی نمونه‌گیری کربن فعال که به پمپ در حال کار (به پیوست ب-۱-۲-۳) متصل است تزریق کنید. اجازه دهید پمپ به‌طور پیوسته تقریباً 10min با سرعت حدود 200ml/min کار کند.

روش مذکور در بالا را با $20\mu\text{g}$ از سایر محلول‌های استاندارد تولوئن تکرار کنید (به پیوست ب-۱-۱-۳ و ب-۱-۱-۳)

ب-۳-۴ آزمون شاهد

آزمون شاهد را با استفاده از روش مذکور در (به پیوست ب-۳-۳ مراجعه شود) انجام دهید اما $20\mu\text{l}$ دی سولفید کربن خالص تزریق نمایید.

ب-۳-۵ بیان نتایج

بازدهی‌های واجذب را محاسبه کنید (به بند ۲-۷ مراجعه شود) یک نمودار رسم نمایید.

اگر بازدهی واجذب در سطح بارگذاری نمونه کمتر از $0.75(75\%)$ باشد، نتایج کاملاً بی‌اعتبار است. روش باید برای بهترین کارایی چک شود و در صورت امکان، یک نمونه‌ی تازه بکار رود. اگر انجام این کار ممکن نیست، نتیجه برای بازدهی واجذب باید تصحیح شود و باید در گزارش آزمون ذکر شود که نتایج فقط تقریبی است.

پیوست پ

(الزامی)

ستون‌های کروماتوگرافی مناسب برای استفاده در تجزیه بخارات حلال هیدروکربن آروماتیک

انواعی از ستون‌های کروماتوگرافی را می‌توان برای تجزیه مشتقات هیدروکربن آروماتیک در محلول استفاده کرد. این که کدامیک انتخاب شود عمدتاً به این بستگی دارد که چه ترکیبی اگر وجود داشته باشد ممکن است در تجزیه کروماتوگرافی تداخل ایجاد کند. یک انتخاب مناسب ستونی شیشه‌ای است به طول ۲m و قطر داخلی ۲mm که توسط کروموزورب M¹ سیلانیزه شده و شسته شده با اسید (و یا پایه‌ای مشابه) که روی آن ۱۵٪ سیلیکون یا پلی‌اتیلن گلیکول می‌باشد، پر و متراکم شده است. (مطابق جدول پ-۱). داده‌های راهنمای بازداری برای SE ۳۰ و C_۲.M¹ را می‌دهد. ستون را در دمایی مشابه نقطه جوش ماده‌ی مورد تجزیه یا در مد برنامه‌ریزی دمایی به کار بیندازید. مقایرت زمان بازداری با یک ستون انفرادی نباید برای شناسایی در نظر گرفته شود. (زمان بازداری معرف ستون نباشد).

یادآوری ۱- استفاده از یک ستون موپین ممکن است در شرایط خاصی مفید باشد.

یادآوری ۲- گر هگزان در تهیه‌ی استانداردهای کالیبراسیون استفاده شود، ممکن است بنزن از آن جدا نشود. در این شرایط استفاده از یک‌فاز ثابت قطبی (به‌طور مثال (TECP^۱)) توصیه می‌شود.

جدول پ-۱ داده‌های بازداری برای حلال‌های هیدروکربن آروماتیک و دی سولفید کربن روی SE ۳۰ و C_۲.M نسبت به تولوئن

۱۵٪ C _۲ .M		۱۵٪ SE ۳۰		ماده‌ی تجزیه شده
۱۲۵°C	۷۵°C	۱۳۰°C	۷۰°C	
---	۰/۵۸	---	۰/۵۳	بنزن
۱/۰۰	۱/۰۰	۱/۰۰	۱/۰۰	تولوئن
---	۱/۶۶	---	۱/۸۶	اتیل بنزن
---	۱/۸۰	---	۱/۹۸	ام-زایلن
---	۱/۶۶	---	۱/۹۸	او-زایلن
۲/۳۵	---	---	۲/۳۱	پی-زایلن
---	۳/۶۲	---	۲/۲۳	استایرن
---	۲/۱۸	---	۲/۸۸	کومن

1- Chromosorb

2- tris-(cyanoethoxypropane)

۱۵% C _۲ .M		۱۵% SE۳۰		ماده‌ی تجزیه شده
۷۰°C		۱۳۰°C	۷۰°C	
۳/۲۷	۵/۷۴	۲/۹۸	۵/۶۱	۱-۲-۳-تری متیل بنزن
۲/۵۶	۴/۱۴	۲/۵۷	۴/۶۶	۱-۲-۴-تری متیل بنزن
۲/۱۷	۳/۳۳	۲/۲۹	۳/۹۳	۱-۳-۵-تری متیل بنزن
---	---	---	---	۴-ترشیو- بوتیل تولوئن
---	---	---	---	۳-متیل استایرن
---	---	---	---	۴-متیل استایرن
---	---	---	---	ایزوپروپنیل بنزن
---	۰/۲۴	---	۰/۳۱	کربن دی سولفات

(۱) کروموزب W نام تجاری محصولی است که توسط Johns-Manville تهیه شد. C20M نام تجاری محصولی است که توسط Union Carbide Corp تهیه شد. این اطلاعات برای راحتی و تسهیل کار استفاده‌کنندگان این استاندارد ارائه شده و محصولات مذکور مورد تأیید و امضای ISO نیست. اگر محصولاتی معادل این‌ها باشند که نتایجی مشابه بدهند می‌توان از آن‌ها استفاده کرد.

پیوست ت
(اطلاعاتی)
کتابنامه

- [۱] استاندارد ملی ایران شماره ۶۴۲۳، روان کننده‌ها- روغن‌های صنعتی و فراورده‌های مربوطه (طبقه L) خانواده H (سیستم‌های هیدرولیک)-گروه‌های -HG, HV, HM, HL, HH ویژگی‌ها.
- [۲] استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۰۲۵، الزامات عمومی برای احراز صلاحیت آزمایشگاه‌های آزمون و کالیبراسیون.
- [۳] استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۲۴، روان کننده‌ها-روغن‌های صنعتی و فراورده‌های مربوطه (طبقه L) خانواده H (سیستم‌های هیدرولیک)-ویژگی‌های نوع HFAE, HFAS, HFB, HFC, HFDR, HFDU.