



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۷۱۷۱-۴

چاپ اول

ISIRI

7171-4

1st. edition

آب - قابلیت مصرف محصولات غیر فلزی در
تماس با آب مصرفی انسان با توجه به تاثیر
آنها بر کیفیت آب -

قسمت چهارم: روش شناسایی مواد آلی قابل
استخراج بوسیله تکنیک GCMS

**Water - Suitability of non-metallic products
for use in contact with water intended for
human consumption with regard to their
effect on the quality of the water-**

**Part 4: Method for GCMS identification of
water leachable organic substances**

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
تهران - خیابان ولیعصر، ضلع جنوبی میدان ونک، پلاک ۱۲۹۴، صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹
تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱
دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳
کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۳۱۵۸۵-۱۶۳
تلفن: ۸-۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶۱)
دورنگار: ۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶۱)
پیام نگار: standard@isiri.org.ir
وبگاه: www.isiri.org
بخش فروش، تلفن: ۲۸۱۸۹۸۹ (۰۲۶۱)، دورنگار: ۲۸۱۸۷۸۷ (۰۲۶۱)
بها: ۴۸۷۵ ریال

Institute of Standards and Industrial Research of IRAN
Central Office: No.1294 Valiaser Ave. Vanak corner, Tehran, Iran
P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran
Tel: +98 (21) 88879461-5
Fax: +98 (21) 88887080, 88887103
Headquarters: Standard Square, Karaj, Iran
P.O. Box: 31585-163
Tel: +98 (261) 2806031-8
Fax: +98 (261) 2808114
Email: standard@isiri.org.ir
Website: www.isiri.org
Sales Dep.: Tel: +98(261) 2818989, Fax.: +98(261) 2818787
Price: 4875 Rls.

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بینالمللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. مؤسسه 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 سا زمانها 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، مؤسسه استاندارد 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 آنها 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 مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

- 1- International organization for Standardization
- 2 - International Electro technical Commission
- 3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)
- 4 - Contact point
- 5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد « آب - قابلیت مصرف محصولات غیر فلزی در تماس با آب
مصرفی انسان با توجه به تاثیر آنها بر کیفیت آب - قسمت چهارم: روش شناسایی مواد آلی قابل
استخراج بوسیله تکنیک GCMS »

رئیس:

مدنی، مسعود
(دکترای شیمی آلی)

سمت و/ یا نمایندگی

دانشگاه آزاد اسلامی واحد ورامین

دبیر:

نصراصفهانی، مجتبی
(دکترای شیمی معدنی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان اصفهان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسدیان، پژمان
(کارشناسی شیمی)

شرکت صنایع شیمیایی اصفهان

شریعتی فر، مینا

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان اصفهان

(کارشناسی ارشد صنایع غذایی)

مختاری، مسعود

شرکت پوشش لوله کوهپایه

(کارشناسی ارشد مدیریت صنعتی)

نکویی، معصوم السادات

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان اصفهان

(کارشناسی شیمی)

یوسفیان، هومن

شرکت ایران اسپیرال

(کارشناسی شیمی)



فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	مقدمه
۲	هدف و دامنه کاربرد
۲	مراجع الزامی
۲	اصطلاحات و تعاریف
۵	اصول آزمون
۶	مواد
۹	وسایل
۱۱	لیچیت
۱۲	روش آنالیز
۱۵	بیان نتایج
۱۷	گزارش آزمون
۱۹	پیوست الف (اطلاعاتی)
۲۹	پیوست ب (اطلاعاتی)
۳۲	پیوست پ (اطلاعاتی)
۳۵	پیوست ت (اطلاعاتی)

پیش‌گفتار

استاندارد " آب - قابلیت مصرف محصولات غیر فلزی در تماس با آب مصرفی انسان با توجه به تاثیر آنها بر کیفیت آب - قسمت چهارم: روش شناسایی مواد آلی قابل استخراج بوسیله تکنیک GCMS " که پیش‌نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در هفتاد و هفتاد و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۷/۹/۵ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ ، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

BS 6920-4-2001: Suitability of non-metallic products for use in contact with water intended for human consumption with regard to their effect on the quality of the water- Part 4: Method for GCMS identification of water leachable organic substances

مقدمه

مواد شیمیایی که در اثر تماس با منابع آب لیچ^۱ می‌شود، می‌تواند باعث بخطر انداختن سلامتی مصرف‌کنندگان شود. اثر بالقوه این مواد بر سلامتی در سه مرحله مورد ارزیابی قرار می‌گیرد:

(۱) تهیه لیچیت‌ها^۲ از در معرض قراردادی قسمتی از این مواد با آب تحت شرایط کنترل شده،

(۲) تجزیه لیچیت‌ها،

(۳) ارزیابی سم‌شناختی غلظت‌هایی از مواد شناسایی شده.

معمولاً تجزیه ترکیبات آلی موجود در لیچیت‌ها در برگیرنده دو نوع روش آنالیز می‌شود:

• یک روش غربالی که قادر به ارزیابی کمی و نیمه کمی ترکیبات آلی نامشخصی است که از ترکیبات آلی نامشخص ساخته می‌شود،

• روش‌های کمی دقیق برای تعیین ترکیبات شناخته شده خاصی که در فرمول‌های شیمیایی این مواد وجود دارد.

این استاندارد در برگیرنده روش‌های آنالیز بر پایه کروماتوگرافی گازی و طیف‌سنجی جرمی (GCMS) می‌باشد که برای غربال لیچیت‌ها از مواد آلی نامشخص حاصل از محصولات آماده استفاده‌ایی مانند لوله‌ها، پوشش‌های حفاظتی، غشاءها و غیره استفاده می‌شود.

این روش آزمون برای لیچیت‌های حاصل از مواد غیر فلزی که در تماس با آب مورد مصرف انسان استفاده می‌شود، مناسب است. ضمن اینکه در پیوست الف یک راهنمای کلی از تهیه آزمون‌ها و لیچیت‌های آنها درج شده است.

یادآوری - نتایج این آزمون‌ها با ارجاع به داده‌های سم‌شناختی موجود در رابطه با مواد شیمیایی شناخته شده ارزیابی می‌شود، بنابراین ممکن است نیاز به آزمون سم‌شناختی خود ماده یا مواد لیچیت شده وجود داشته باشد.

1 - Leach

2 - Leachate

آب - قابلیت مصرف محصولات غیر فلزی در تماس با آب مصرفی انسان با توجه به تاثیر آنها بر کیفیت آب - قسمت چهارم: روش شناسایی مواد آلی قابل استخراج بوسیله تکنیک GCMS

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین و ارائه روشی برای شناسایی مواد آلی است که از یک محصول بداخل آب مصرفی انسان لیچ می‌شود و با آنالیز GCMS^۱ و با استفاده از تکنیک‌های توصیف شده سازگار است. این استاندارد روش محاسبه غلظت مواد آلی شناسایی شده را نیز در بر می‌گیرد. این روش آزمون در ارزیابی سمیت سلولی مواد شیمیایی کاربرد ندارد. یادآوری - یک روش مناسب برای تهیه لیچیت در پیوست اطلاعاتی الف این استاندارد نوشته شده است.

۲ مراجع الزامی

مدارک زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد 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 مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۲-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۷۱-۱: سال ۱۳۸۲، کیفیت آب - قابلیت مصرف محصولات غیر فلزی در تماس با آب مصرفی انسان با توجه به تاثیر آن بر کیفیت آب - بخش اول: ویژگی‌ها

2-2 BS 6068:2000, Water quality- Physical, chemical and biochemical methods.

2-3 BS 6920-2.1:2000, Suitability of non-metallic products for use in contact with water intended for human consumption with regard to their effect on the quality of the water- Part2: Methods of test- Section 2.1: Samples for testing.

2-4 BS EN ISO 3696:1995, Water for analytical laboratory use- Specification and test methods.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

واحد جرم اتمی^۱

یک دوازدهم جرم یک اتم کربن ۱۲ در فاز گازی (یعنی بدون پیوند) و در حالت پایه واحد جرم اتمی تعریف می‌شود.

۲-۳

ضریب عدم تقارن (A_s)^۲

به میزان جذب یک ترکیب در طی آنالیز گاز کروماتوگرافی گفته می‌شود. یادآوری - این ضریب از معادله زیر بدست می‌آید.

$$A_s = (a + b) / 2b$$

که در آن:

a فاصله لبه مقدم^۳ پیک تا نقطه‌ایی بر روی خط پایه که در آن نقطه یک عمود از نقطه بیشینه پیک خط پایه را قطع می‌کند، b فاصله مطابق با a ولی از لبه پشتی^۴ پیک.

یادآوری - برخی از تولیدکنندگان نرم‌افزارهای GCMS عدم تقارن پیک را بطور خودکار محاسبه می‌کند.

۳-۳

یونش در اثر برخورد الکترون^۵

یونشی که در اثر برخورد الکترون‌ها رخ می‌دهد.

۴-۳

GCMS

دستگاه اندازه‌گیری که شامل یک کروماتوگرافی گازی (GC) متصل به یک طیف‌سنج جرمی (MS) می‌شود.

۵-۳

آنالیز پیمایشی کلی GCMS^۶

دریافت یک مجموعه طیف جرمی (به میزان چندین هزار طیف) در طی یک دوره کروماتوگرافی گازی است که با کار کردن طیف‌سنج جرمی در یک سیکل پیوسته روبشی^۷ برحسب دامنه گسترده جرم به بار (m/z) بدست می‌آید.

1 - Atomic mass unit

2 - Asymmetry factor

3 - Leading edge

4 - Trailing edge

5 - Electron impact ionization

6 - GCMS general survey analysis

7 - Scanning

استانداردهای داخلی

ترکیبات آلی که پیش از شروع آنالیز با یک غلظت مشخص به لیچیت اضافه می‌شود.

یادآوری - استانداردهای داخلی به دلایل زیر اضافه می‌شود:

- برای تشخیص اینکه آنالیز بطور موفقیت‌آمیز انجام شده است و
 - برای تامین مرجعی در اندازه‌گیری کمی سایر مواد.
- بطور ایده‌آل استانداردهای خارجی نباید در لیچیت وجود داشته باشد، به همین خاطر استانداردهای دوتره (ایزوتوپیک) ترجیح داده می‌شود.

شاهد آزمایشگاهی

نمونه آبی که دارای سطح آلودگی ناچیزی است و به آن استانداردهای داخلی اضافه شده و مشابه با لیچیت آنالیز می‌شود.

یادآوری - شاهد‌های آزمایشگاهی به منظور بررسی وجود آلودگی احتمالی در طی آنالیز آزمایشگاهی در لیچیت یا حلال‌های استخراج استفاده می‌شود.

لیچیت^۱

محللول آبی که از تماس آب مورد استفاده در آزمون با مواد مورد آزمون تحت شرایط مشخص شده آزمون حاصل می‌شود.

یادآوری - پیوست الف ملاحظه شود.

قدرت تفکیک طیف‌سنجی جرمی

به میزان توانایی طیف‌سنج جرمی در تشخیص صحیح دو پیک طیف جرمی با نسبت‌های جرم به بار (m/z) مشابه و بصورت دو پیک مجزا گفته می‌شود.

یادآوری - هرگاه $Z=1$ باشد قدرت تفکیک بوسیله رابطه $m_2/(m_2-m_1)$ تعیین می‌شود که در آن m_2 مقدار m/z بزرگ‌تر و m_1 مقدار m/z کوچک‌تر را خواهد داشت.

یادآوری - یک طیف‌سنج جرمی با تنظیم روی قدرت تفکیک ۶۵۰ بطور رضایت‌بخشی قادر به تخصیص جرم‌های صحیح به پیک‌های طیف جرمی در m/z ۶۴۹ و m/z ۶۵۰ خواهد بود.

۱۰-۳

m/z

m/z عبارت از نسبت جرم به بار یک یون می‌باشد.

یادآوری - با توجه به اینکه بیشتر یون‌هایی که توسط یونش در اثر برخورد الکترون تولید می‌شود تک بار هستند، این نسبت معمولاً منتظر با جرم یک یون است. هرچند بطور استثنایی یون‌هایی با بارهای غیر از یک نیز می‌تواند تولید شود.

۱۱-۳

استخراج حلالی

استخراج حلالی عبارت از محلولی است که از انتقال ترکیبات داخل لیچیت به حلال استخراج تهیه می‌شود.

۱۲-۳

مجموع جریان یون (TIC)^۱

مجموع کلیه جریان‌های یون‌های مجزا که توسط یون‌های منفرد سهیم در یک طیف جرمی حمل می‌شود.

۱۳-۳

کروماتوگرام TIC

کروماتوگرام TIC ارائه نموداری TIC برحسب زمان می‌باشد.

۴ اصول آزمون

مخلوطی از استانداردهای داخلی پیش از استخراج حلالی به هر کدام از لیچیت‌ها همراه با دی‌کلرومتان اضافه می‌شود. استخراج حلالی تغلیظ می‌شود و توسط GCMS برای شناسایی و تعیین غلظت‌های تقریبی مواد آلی که در آن وجود دارد، آنالیز می‌شود.

طیف‌سنج جرمی بر روی شیوه روبش کامل^۲ مکرر استفاده می‌شود و طیف جرمی تولید و بر روی سامانه داده پرداز GCMS ثبت و ذخیره می‌گردد.

در صورت امکان، هر ترکیب تعیین شده شناسایی و بوسیله ارجاع به پاسخ حاصل از استانداردهای داخلی، بطور کمی اندازه‌گیری می‌گردد.

یادآوری - تعداد و دوره زمانی استخراج (مهاجرت)، ماهیت آزمون‌ها و نسبت مساحت سطح به حجم آزمون توسط سازمان‌های ذیصلاح^۳ بر اساس ماهیت محصول و کاربرد مورد نظر مشخص می‌شود. در پیوست الف یک مدل نمونه برای تهیه لیچیت‌ها و بر اساس الزامات موجود درج شده است.

1 - Total ion current

2 - Full-scan

۳- وزارت بهداشت درمان و آموزش پزشکی، موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران و وزارت نیرو

یادآوری- این استاندارد در برگیرنده روش‌های شناسایی مواد آلی از روی طیف جرمی نمی‌شود، هرچند در این خصوص برخی اطلاعات اضافی در پیوست ت درج شده است.

۵ مواد

۱-۵ بجز در مواردی که مشخص شده باشد فقط باید از مواد شیمیایی با کیفیت آزمایشگاهی استفاده شود. کلیه مواد شیمیایی برای اطمینان از عدم تداخل در آنالیز GCMS باید دارای خلوص کافی باشد.

یادآوری- آلودگی می‌تواند از انواع منابع، مانند مواد پلاستیکی و لاستیکی ناشی شود. استفاده از شاهد در فرآیند و آزمایشگاه در اندازه‌گیری و شناسایی منبع هرگونه آلودگی کمک می‌کند.

۲-۵ آب مورد استفاده در آزمون

آب با هدایت الکتریکی کمتر از ۲ mS/m با محتوای کل کربن آلی کمتر از ۰/۲ mg/l کربن و عاری از آلودگی‌های آلی که امکان تداخل با آنالیز GCMS استخراج‌ها دارد.

یادآوری- آب مناسب می‌تواند از تقطیر، اسمز معکوس و یا یون‌زدایی تهیه شود.

۳-۵ هیدروکلریک اسید با غلظت ۳۰٪ جرمی

۴-۵ محلول هیدروکلریک اسید

به آرامی ۰/۵±۰/۰۱ لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۳-۵) را به ۰/۵±۰/۰۱ لیتر آب مورد استفاده در آزمون (بند ۲-۵) اضافه کنید.

یادآوری- بعلت گرمایی که تولید می‌شود، مراقبت‌های لازم را در تهیه این محلول انجام دهید.

یادآوری- توصیه می‌شود ماهیانه این محلول تعویض شود.

۵-۵ نیتریک اسید غلیظ ۶۵٪ جرمی

۶-۵ محلول نیتریک اسید

به آرامی ۰/۵±۰/۰۱ لیتر نیتریک اسید غلیظ (بند ۴-۵) را به ۰/۵±۰/۰۱ لیتر آب مورد استفاده در آزمون (بند ۲-۵) اضافه کنید.

یادآوری- بعلت گرمایی که تولید می‌شود، مراقبت‌های لازم را در تهیه این محلول انجام دهید.

۷-۵ سولفوریک اسید غلیظ ۹۸٪ جرمی

۸-۵ محلول سولفوریک اسید نیم مولار

به آرامی ۱۴/۰±۰/۵ میلی‌لیتر سولفوریک اسید (بند ۷-۵) را به ۳۰۰±۵ میلی‌لیتر آب مورد استفاده در آزمون (بند ۲-۵) اضافه کرده و تا ۵۰۰±۵ میلی‌لیتر با آب مورد استفاده در آزمون به حجم برسانید.

یادآوری- بعلت گرمایی که تولید می‌شود، مراقبت‌های لازم را در تهیه این محلول انجام دهید.

۵-۹ کرومیک اسید ۵٪ جرمی حجمی

۵۰±۱g اکسید کرم (VI) را در ۰/۰۲±۱ لیتر سولفوریک اسید (بند ۵-۷) حل کنید.

یادآوری- بخاطر آزادسازی کربن دی‌اکسید و انفجار ظرف در بسته ذخیره‌سازی کرومیک اسید خطرناک است. این ماده یک اکسیدکننده قوی است و بطور بالقوه می‌تواند با مواد قابل اکسایش واکنش‌های انفجاری بدهد. این ماده ممکن است در تماس با استن یا الکل‌ها مشتعل شود. زمانی که گرم شود، تجزیه شده و دود و بخار زننده و تحریک‌کننده‌ایی آزاد می‌کند.

۵-۱۰ محلول سدیم هیدروکسید نیم مولار

۲۰/۰±۰/۱g گرم سدیم هیدروکسید را در آب مورد استفاده در آزمون حل کنید و تا ۱ لیتر به حجم برسانید.

یادآوری- محلول را ماهیانه تعویض کنید.

۵-۱۱ دی‌کلرومتان با درجه تقطیر در ظروف شیشه‌ایی^۱

یادآوری- استفاده از سایر گریدها^۲ نیز به شرط تایید عدم حضور هرگونه ناخالصی تداخل‌کننده با موادی که قرار است تعیین شود، استانداردهای داخلی و یا ورود آلودگی غیر قابل قبول، مجاز است.

۵-۱۲ استن با درجه تقطیر در ظروف شیشه‌ایی

یادآوری- استفاده از سایر گریدها نیز به شرط تایید عدم حضور هرگونه ناخالصی تداخل‌کننده با موادی که قرار است تعیین شود، استانداردهای داخلی و یا ورود آلودگی غیر قابل قبول، مجاز است.

۵-۱۳ محلول آسکوربیک اسید

۴/۰±۰/۱ گرم آسکوربیک اسید را در ۱/۰±۰/۱ لیتر آب مورد استفاده در آزمون حل کنید. محلول را پیش از استفاده دوباره و هر بار بوسیله ۲۰۰ ml دی‌کلرومتان استخراج کنید.

یادآوری- توصیه می‌شود ماهیانه این محلول تعویض شود.

۵-۱۴ استانداردهای داخلی

از استانداردهای داخلی نشان‌دار شده با ایزوتوپ دوتریم زیر استفاده کنید:

- d₆- بنزن
- d₂₁- ۲ و ۶ دی ترسیو بوتیل ۴ متیل فنل (d₂₁-BHT)
- d₅- کلرو بنزن
- d₃₄- هگزا دکان
- d₈- نفتالین
- d₁₀- فنانتترین
- d₅- فنل

1 - Dichloro methane, glass distilled grade

2 - Grade

• d₆₂- اسکوالان

• d₁₀- پارا زایلین

۵-۱۵ محلول‌های ذخیره استانداردهای داخلی

محلول‌های ذخیره استانداردهای داخلی بصورت زیر از به حجم رساندن مواد بند ۵-۱۴ با استن تهیه می‌شود:

۲/۰±۰/۰۵ mg/ml	• d ₆ - بنزن
۸/۰±۰/۲۰ mg/ml	• d ₂₁ -BHT
۲/۰±۰/۰۵ mg/ml	• d ₅ - کلرو بنزن
۱/۰±۰/۰۲ mg/ml	• d ₃₄ - هگزا دکان
۱/۰±۰/۰۲ mg/ml	• d ₈ - نفتالین
۲/۰±۰/۰۵ mg/ml	• d ₁₀ - فنانتترین
۸/۰±۰/۲۰ mg/ml	• d ₅ - فنل
۱/۰±۰/۰۲ mg/ml	• d ₁₀ - پارا زایلین

یادآوری- بخاطر فراریت بالای d₆- بنزن تهیه محلول استاندارد ذخیره آن با وزن کردن مشکل است، توصیه می‌شود حجم مناسبی (با استفاده از میکرو سرنگ) از d₆- بنزن بر اساس چگالی ۰/۹۵۰ g/ml استفاده شود.

• d₆₂- اسکوالین ۸/۰±۰/۲۰ mg/ml

یادآوری- محلول‌های ذخیره به شرطی که در تاریکی و در دمای ۱۸±۵ °C نگهداری شود، حداقل برای ۶ ماه پایدار خواهد بود.

۵-۱۶ محلول واسطه استانداردهای داخلی

۲/۵±۰/۰۲۵ ml از محلول ذخیره d₆₂- اسکوالان را در یک بالن حجمی ۲۵ ml بریزید. به آرامی با استفاده از جریان گاز نیتروژن دی‌کلرومتان را تبخیر کنید. خروج کامل دی‌کلرومتان را با خشک شدن اولیه تایید کنید.

یادآوری- یک روش تایید این است که محلول تا رسیدن به یک وزن ثابت تبخیر شود.

سپس ۲/۵±۰/۰۲۵ ml از هر کدام از محلول‌های ذخیره استاندارد باقیمانده (بند ۵-۱۵) را داخل بالن حجمی بالا بریزید و با اطمینان از اینکه محلول ذخیره d₆- بنزن در آخر اضافه شده است، محلول را تا خط نشان با استن (بند ۵-۱۲) به حجم برسانید.

یادآوری- به منظور کاهش ناشی از تبخیر محلول ذخیره d₆- بنزن، این محلول در آخر اضافه می‌شود.

یادآوری- محلول‌های ذخیره به شرطی که در تاریکی و در دمای ۱۸±۵ °C نگهداری شود، حداقل برای ۶ ماه پایدار خواهد بود.

۵-۱۷ محلول آزمون ستون GC استانداردهای داخلی

±۰.۲۰ میکرو لیتر از محلول واسطه استانداردهای داخلی (بند ۵-۱۶) را به ۰.۵±۰.۸ میلی لیتر دی کلرومتان (بند ۵-۱۴) موجود در یک بالن حجمی ۱۰ ml اضافه کنید، سپس تا خط نشان با دی کلرو متان (بند ۵-۱۱) به حجم برسانید.

یادآوری- به منظور پرهیز از کاهش وزن ناشی از تبخیر d₆- بنزن، توصیه می شود از یک سرنگ مجهز به یک سوزن به طول کافی که پیش از تخلیه محتوای سرنگ نوک آن زیر سطح دی کلرومتان وارد شود، استفاده کنید.

یادآوری- توصیه می شود هر سه ماه یکبار یا قبل از آن اگر در طی استفاده نشانه‌ایی از تغییر در غلظت‌های استانداردهای داخلی مشاهده شود، این استانداردها تعویض شود.

۵-۱۸ محلول اسپایکینگ^۱ استانداردهای داخلی

۰.۱±۰.۱/۱۰۰ میلی لیتر از محلول واسطه استانداردهای داخلی (بند ۵-۱۶) را به ۰.۵±۰.۸ میلی لیتر استن در یک بالن حجمی ۱۰ ml اضافه کنید و تا خط نشان با استن (بند ۵-۱۲) به حجم برسانید.

یادآوری- توصیه می شود هر سه ماه یکبار یا قبل از آن اگر در طی استفاده نشانه‌ایی از تغییر در استانداردهای داخلی مشاهده شود، این استانداردها تعویض شود.

۵-۱۹ سدیم سولفات (بی آب)

به مدت حداقل ۴ ساعت با حرارت دادن سدیم سولفات در دمای C ° ۵۰±۵۰ مواد آلی و آب آن را خارج کنید و بصورتی که مجدداً آب و آلودگی جذب نکند، ذخیره سازی کنید.

۶ وسایل

۶-۱ ظروف

ظروف باید از موادی مانند شیشه یا پلی تترا فلئورو اتیلن (PTFE)^۲ که تحت شرایط این آزمون بی اثر است، ساخته شده باشد.

۶-۲ تمیزکاری

تمیزکاری باید مطابق با هریک از روش کارهای زیر یا طبق روش کار دیگری که دارای اثرگذاری یکسانی در زدودن کلیه آثار قابل تشخیص ترکیبات آلی از تجهیزات است، انجام شود:
ظروف شیشه‌ایی باید بوسیله شستن با یک ماده شوینده آزمایشگاهی و قابل تجزیه در محیط زیست که ویژه زدودن مواد آلی است تمیز شود، سپس با محلول هیدروکلریک اسید (بند ۵-۶) یا کرمیک اسید (بند ۵-۹) شسته و در انتها بطور کامل با آب مورد استفاده در آزمون آبکشی می شود.

یادآوری- استفاده از هیدروکلریک اسید در تمیزکاری وسایل یا تجهیزات از جنس فولاد زنگ‌نزن توصیه نمی شود.

1 - Spiking solution (محلول اسپایکینگ: محلولی با یک یا چند آنالیت با غلظت ثابت که در مقادیر معلوم به یک محلول افزوده می شود)

2 - Polytetrafluoroethylene

۳-۶ بطری‌های شیشه بوریلیکات یک لیتری

این بطری‌ها باید دارای ظرفیت اسمی ۱ لیتر و مجهز به درپوش شیشه‌ایی یا درپوش‌های پیچی از جنس PTFE یا پوشش لایه داخلی از جنس PTFE باشد.

۴-۶ تجهیزات تغلیظ

تجهیزات تغلیظ باید بطور خاص برای استخراج حلالی (بند ۳-۱۱) و به منظور کاهش حجم آن از ۲۰۰ ml به $50-500 \mu\text{l}$ طراحی شده باشد.

یادآوری- انواع تجهیزات تجاری مانند کودرنا- دانیش^۱ یا تجهیزات مشابه تغلیظ می‌تواند استفاده شود. بهر حال در طی این عملیات (که در چندین مرحله انجام می‌شود)، از دست رفتن ترکیبات فرار باید اساساً کاهش یابد. توصیه می‌شود پاسخ فرارترین استاندارد داخلی (d6- بنزن) برای اطمینان از اینکه کاهش این ترکیب در مرحله تغلیظ از ۵۰٪ تجاوز نکند مورد بررسی قرار گیرد. یکی از روش‌های بررسی این کاهش در پیوست ت درج شده است.

۵-۶ دستگاهی

۱-۵-۶ دستگاه کروماتوگرافی گازی کاپیلاری

این دستگاه مجهز به امکانات لازم برای تغییر دما می‌باشد که از طریق یک حد فاصل به یک طیف‌سنج جرمی (بند ۴-۵-۶) متصل شده است.

۲-۵-۶ ستون کاپیلاری GC

حداقل ۵۰ m از ستون کاپیلاری به قطر داخلی ۰/۲۵ mm یا ۰/۳۲ mm باید از سیلیکای گذاخته^۲ پر و بوسیله یک فاز با اتصالات غیرقطبی و عملکردی معادل با چسب دی‌متیل‌سیلیکون (مانند DB-1 یا BP-1) پوشش داده شده باشد.

یادآوری- در این آزمون استفاده از سایر انواع ستون‌ها با مشخصه کارکردی معادل یا بهتر مجاز است. توصیه می‌شود داده‌های اعتباربخشی مناسب برای بیان دلیل استفاده از این نوع ستون‌ها ارائه شود.

۳-۵-۶ گاز حامل (برای دستگاه GCMS)

گاز هلیوم با خلوص ۹۹/۹۹٪ یا بالاتر باید بعنوان گاز حامل استفاده شود.

۴-۵-۶ طیف‌سنج جرمی

باید از طیف‌سنج جرمی که در شیوه یونش در اثر برخورد الکترون عمل کرده و دامنه m/z ۲۰ تا m/z ۶۵۰ را پوشش می‌دهد، استفاده شود، مشروط بر اینکه قدرت تفکیک طیف‌سنج جرمی (بند ۳-۹) به اندازه کافی باشد تا تفکیک واحد جرم را در بالاترین جرم با یک دوره روبش کوچک‌تر از ۱ ثانیه ثبت کند.

1 - Kuderna-Danish

2 - Fused silica

۶-۵-۵ سامانه داده‌پردازی طیف‌سنجی جرمی

این سامانه باید قادر دریافت داده‌ها از طیف‌سنج جرمی تحت شرایط بند ۶-۵-۴ باشد و بتواند کروماتوگرام‌های مجموع جریان یون (TIC) را رسم، تفریق زمینه میانگین طیف جرمی را انجام و مساحت پیک‌های TIC را محاسبه کند. همچنین این سامانه باید قادر به ایجاد یک خروجی از کروماتوگرام‌ها و طیف‌های جرمی بر روی سخت‌افزار کامپیوتر باشد.

۶-۵-۶ کتابخانه طیف جرمی

یادآوری - اگر بر روی سامانه داده‌پردازی طیف‌سنج (بند ۶-۵-۵) کتابخانه طیف جرمی موجود نیست، باید از مدارک سخت‌افزاری دیگری استفاده شود.

۷ لیجیت

یادآوری - لیجیت‌ها باید طبق پیوست الف تهیه شود.

۱-۷ نگهداری لیجیت آزمون‌ها

آنالیز نمونه‌های لیجیت را به سرعت بعد از جمع‌آوری شروع کنید. اگر ضرورت دارد، نمونه‌های لیجیت را در تاریکی و در دمای $2 \pm 4^{\circ}\text{C}$ حداکثر ۴۸ ساعت قبل از انجام استخراج با حلال نگهداری کنید.

۲-۷ روش اجرای آزمون‌های شاهد

روش کار آزمون شاهد را بصورتی که برای آزمون‌ها مشخص شده است (پیوست الف) با استفاده از شرایط آزمون یکسان (آب مورد استفاده در آزمون، دمای آزمون، دوره‌های لیج، نوع ظرف آزمون، درپوش‌ها و غیره) برای هر کدام از بهره‌های آزمون ولی با حذف آزمون‌ها انجام دهید. زمانیکه از درپوش‌های شیشه‌ای یا صفحات فولاد زنگ‌نزن برای بستن دو طرف تکه لوله‌های مورد آزمون استفاده می‌شود، یک ظرف شیشه‌ای برای اجرای آزمون شاهد مناسب است، زمانیکه از سایر اجزاء مانند درپوش‌ها، اتصالات یا درزگیرها (مانند PTFE، درزگیر سیلیکون و غیره) استفاده می‌شود، این اجزاء را در روش اجرایی شاهد و با همان نسبت مساحت سطح به حجم (S/V) مشابه با معرض قراردادی در ظروف آزمون، بگنجانید.

۸ روش آنالیز

۱-۸ روش استخراج

اخطار - در طی مرحله استخراج با حلال، فشار اضافی (که می‌تواند بر روی درپوش قیف جداکننده ایجاد شود) باید از طریق شیر قیف جداکننده و زمانیکه قیف واژگون می‌شود، تخلیه شود. از آنجایی که بخار دی‌کلرومتان خطرناک است، توصیه می‌شود تخلیه فشار قیف جداکننده در زیر هود انجام شود.

یادآوری - اگر لیجیت‌ها با استفاده از آب کلرینه شده تهیه شده است، توصیه می‌شود کلر باقیمانده با افزودن محلول آسکوربیک اسید (بند ۵-۱۳) خنثی شود.

۱/۰±۱ لیتر از نمونه لیچیت را به یک قیف جداکننده ۲ لیتری منتقل کنید.
۲±۱۰۰ میکرو لیتر از محلول اسپایکینگ استانداردهای داخلی (بند ۵-۱۸) را با استفاده از یک سرنگ به داخل نمونه اضافه کنید، مطمئن شوید نوک سوزن سرنگ در زیر سطح نمونه قرار دارد. درپوش را بگذارید و محتوای قیف جداکننده را با حرکت چرخشی مخلوط کنید.
pH نمونه را اندازه‌گیری کنید و در صورت نیاز با افزودن قطره قطره محلول سولفوریک اسید (بند ۵-۸) و یا محلول سدیم هیدروکسید (بند ۵-۱۰) بر روی ۲±۰/۲ تنظیم کنید.
۵±۱۰ میلی لیتر دی کلرومتان (بند ۵-۱۱) را به نمونه اسپایکی که pH آن تنظیم شده است در داخل یک قیف جداکننده اضافه کنید و درپوش را بگذارید. قیف جداکننده را در کل برای ۳ min ±۲۰ s تکان دهید. دی کلرومتان (لایه زیرین) را داخل یک بالن (حداقل ۲۵۰ میلی لیتری) تخلیه کنید. ۵±۱۰۰ ml دی کلرومتان دیگر به قیف جداکننده اضافه کنید و مرحله استخراج را تکرار کنید. دومین دی کلرومتان افزوده شده را به داخل بالنی که اولین استخراج حلالی در آن ذخیره شده است اضافه کنید تا دو استخراج مخلوط شود.

مخلوط استخراج حلالی را خشک کنید، سپس آن را به دستگاهی که باید برای تغلیظ این استخراج استفاده شود، منتقل کرده و حجم آن را تا کمترین حجم (۵۰۰-۱۰۰ میکرولیتر) کاهش دهید. تا زمان انجام آنالیز GCMS استخراج تغلیظ شده را در یک یخچال با دمای حداقل ۵±۱۸- ذخیره‌سازی کنید.

یادآوری- بعد از افزودن محلول اسپایکینگ استانداردهای داخلی محتوای قیف جداکننده را بشدت تکان ندهید، این کار (در نبود حلال استخراج که بعداً اضافه می‌شود) منجر به از دست رفتن بیشتر استانداردهای داخلی فرار خواهد شد.

یادآوری- روش‌های مختلفی مانند فریز کردن یا افزودن مقادیر کوچکی از سدیم سولفات (بند ۵-۱۹) برای خشک کردن استخراج‌های حلالی مناسب است. استفاده از هر کدام از این روش‌ها مجاز است به شرطی که بر کارایی این استاندارد اثر معکوس نگذارد.

۸-۲ آنالیز GCMS

اخطار- دستگاه‌های GCMS معمولاً در ولتاژ اصلی برق شهر (۲۴۰-۲۲۰ ولت برق متناوب یا برق سه فاز ۴۱۵ ولت متناوب) کار می‌کند. هرچند بخش‌های خاص یا اجزاء برخی طیف‌سنج‌های جرمی (که از یک میدان مغناطیسی برای تفکیک جرمی بهره‌برداری می‌کند) پتانسیل‌های الکتریکی بسیار بالایی (بیشتر از ۸ کیلوولت) نسبت به زمین دارد. در سایر طیف‌سنج‌های جرمی از تابش فرکانس رادیویی و ولتاژهای مستقیم برای تفکیک جرمی استفاده می‌شود. بنابراین مراقبت در هنگام کار با دستگاه‌های GCMS ضروری است.

۸-۲-۱ پارامترهای عملیاتی طیف‌سنج جرمی

دستورالعمل‌های سازنده طیف‌سنج جرمی را برای تنظیم پارامترهای زیر دنبال کنید:

- شیوه یونش: برخورد الکترون (EI)
- انرژی الکترون: ۷۰ eV
- دامنه جرمی: شامل ۲۰ amu تا ۶۵۰ amu
- سرعت روبش: حداقل یک روبش در ثانیه

- شیوه روبش: مکرر.

۸-۲-۲ تنظیم سامانه داده پردازی طیفسنج جرمی

دستورالعمل‌های سازنده طیفسنج جرمی را در رابطه با بهینه کردن کارایی و حساسیت دستگاه، کالیبراسیون جرم و دریافت و پردازش داده‌ها دنبال کنید.

۸-۲-۳ میزان‌سازی اولیه و کالیبراسیون جرمی طیفسنج جرمی

دستورالعمل‌های سازنده را دنبال کنید. کلیه پیک‌های اصلی مرجع باید در دامنه جرمی جدول کالیبراسیون سامانه داده‌پردازی طیف‌جرمی و در روبش‌هایی که به منظور کالیبراسیون استفاده می‌شود، وجود داشته باشد.

یادآوری- پیک‌های مرجع اصلی پیک‌هایی است که دارای حداقل شدت ۵ درصد از شدت پیک پایه (که طبق قرارداد به آن یک شدت ۱۰۰٪ تخصیص داده می‌شود) ماده کالیبراسیون مورد استفاده، باشد.

۸-۲-۴ تنظیم دستگاه GCMS

ستون GC را طبق دستورالعمل سازنده نصب کنید و عملکرد آن (یعنی برحسب شماره تفکیک و جذب) را نسبت به داده‌های عملکردی این ستون که توسط سازنده تهیه شده است، تایید کنید.

یادآوری- به این منظور محلول‌های استاندارد اختصاصی وجود دارد (پیوست ت).

در صورتی که عملکرد کلی ستون رضایت‌بخش باشد، از استانداردهای داخلی محلول آزمون ستون GC (بند ۵-۱۷) برای اثبات کارکرد اولیه ستون نسبت به استانداردهای داخلی استفاده کنید. همان برنامه گرمایی GC که برای آنالیز GCMS استخراج‌های حلالی تغلیظ شده (بند ۹-۱) بکار می‌رود را استفاده کنید. مطمئن شوید سرعت تنظیم دما در هیچ مرحله‌ای از ۱۲ درجه سلسیوس در دقیقه تجاوز نکند.

مطمئن شوید که کلیه استانداردهای داخلی بر روی کروماتوگرام TIC آشکار می‌شود.

مطمئن شوید که پیک d_6 - بنزن از پیک حلال جدا باشد و زمان بازداری d_{62} - اسکوالان بین ۳۵ تا ۴۵ دقیقه قرار می‌گیرد.

مطمئن شوید که ضریب عدم تقارن، A_s ، پیک‌های حاصل از d_5 - فنل و d_8 - نفتالین در دامنه ۰/۶۷ تا ۲/۰ قرار می‌گیرد. اگر این شرط رعایت نمی‌شود، علت را بررسی و آن را قبل از ادامه آنالیز تصحیح کنید. اگر لازم شد یک ستون GC جدید نصب کنید.

حساسیت طیف‌سنج جرمی را طوری تنظیم کنید که طیف جرمی حاصل از استانداردهای داخلی موجود در بالاترین سطح (۱۶ نانوگرم در میکرو لیتر) در استانداردهای داخلی محلول آزمون ستون GC به اشباع نرسد. طیف‌های جرمی حاصل از آزمون عملکرد دستگاه GCMS را برای اطمینان از انطباق نزدیک این طیف‌های جرمی با طیف‌های جرمی که قبلاً از این استانداردهای داخلی در همان دستگاه GCMS و تحت همان شرایط عملیاتی بدست آمده است، مورد بررسی قرار دهید. مطمئن شوید که مقدار m/z پیک پایه ثابت است

و شدت‌های کلیه پیک‌هایی که دارای شدت بزرگ‌تر از ۱۰٪ از پیک پایه هستند، بیش از ۳۰٪ از شدتشان هنگام مقایسه با طیف‌های جرمی که قبلاً بدست آمده است، تغییر نمی‌کند.

اگر محلول آزمون ستون GC استانداردهای داخلی قبلاً آنالیز نشده باشد، این محلول را یکبار در هر روز با دستگاه GCMS در ۵ روز جداگانه برای رسیدن به طیف نمونه‌ی استانداردهای داخلی، آنالیز کنید. برای اطمینان از صحت جرم اندازه‌گیری شده کالیبراسیون جرمی طیف‌سنج جرمی را با استفاده از مشاهده سنگین‌ترین یون‌ها ($m/z > 300$) در طیف جرمی d_{62} -اسکوالان، مورد بررسی قرار دهید. اگر جرم بطور صحیح اندازه‌گیری نمی‌شود، قبل از ادامه آنالیز طیف‌سنج جرمی را مجدداً کالیبره کنید.

یادآوری- الزامات برنامه اجرایی GC در GCMS را می‌توان با استفاده از یک ستون GC به طول ۵۰ m تا ۶۰ m و قطر داخلی ۰/۳۲ mm با پوشش فاز اتصال یافته معادل با OV-1، دمای اولیه 30°C به مدت ۴ دقیقه، رشد خطی دما با نرخ $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا دمای نهایی 300°C و ثابت نگه‌داشتن در این دما به مدت ۲۰ دقیقه، انجام داد. شرایط دیگر نیز می‌تواند مناسب باشد.

۸-۲-۵ شرایط عملیاتی GCMS برای آنالیز استخراج‌های حلالی

استخراج‌های حلالی تغلیظ شده را با استفاده از شرایط یکسان با آنچه در کنترل عملکرد دستگاه GCMS با استفاده از محلول آزمون ستون GC استانداردهای داخلی استفاده شده است، آنالیز کنید. در انتهای هر دور آزمون روی بهر استخراج‌های حلالی تغلیظ شده و یا اگر بهر مورد آزمون از شش تا بیشتر است، بعد از ششمین استخراج حلالی، عملکرد دستگاه GCMS را کنترل کنید. معیارهای مندرج در بند ۸-۲-۴ را برای اطمینان از اینکه عملکرد دستگاه خراب نشده است، کنترل کنید. اگر دستگاه مطابق با بند ۸-۲-۴ نیست آنالیز را متوقف و قبل از ادامه آنالیز علت این خطا را بررسی و اصلاح کنید.

۸-۲-۶ تهیه خروجی‌های لازم از سامانه داده‌پردازی GCMS

مطمئن شوید که خروجی‌های زیر در هر دور آزمون GCMS که روی استخراج‌های حلالی تغلیظ شده انجام شده است، بدست می‌آید:

- یک کپی سخت‌افزاری از نمودار^۱ TIC (در برگیرنده دامنه جرمی روبشی)،

یادآوری- اگر تاخیر خروج حلال بعنوان بخشی از داده‌های دریافتی در نظر گرفته شده باشد، نمودار TIC در برگیرنده پیک حلال نخواهد بود.

- زمان‌های بازداری که با $\pm 1\text{s}$ تصحیح شده است، یا تعداد رویش سامانه داده‌پردازی GCMS پیک حداکثر در میان پیک‌هایی که در کروماتوگرام TIC آشکار شده است و شامل استانداردهای داخلی می‌شود،
- مساحت پیک کلیه پیک‌های آشکار شده که شامل استانداردهای داخلی می‌شود،
- کپی‌های سخت‌افزاری از طیف‌های جرمی حاصل از هر ترکیبی که از نمونه تولید می‌شود. این کپی باید بهترین طیف قابل دستیابی باشد که بطور معمول از تفریق زمینه و از گرفتن میانگین بین هفت طیف جرمی بدست می‌آید.

یادآوری - ترکیباتی که از نمونه ناشی نمی‌شود یا اینکه جزء استانداردهای داخلی نیست، در الزامات بالا گنجانیده می‌شود. هرچند، توصیه می‌شود نشانه‌ایی از آن ترکیباتی که در این طبقه‌بندی قرار می‌گیرد، به‌مراه منبع احتمالی آنها مانند آلودگی‌هایی که در حلال مورد استفاده در استخراج حلالی وجود دارد یا ترکیباتی که در آب مورد استفاده در آزمون وجود دارد، آورده شود.

۹ بیان نتایج

۹-۱ گزارش نتایج

نتایج حاصل از آنالیز GCMS شامل هر پیکی که بر روی کروماتوگرام TIC آشکار شده است مشروط بر آنکه مساحت آن از ۰.۵٪ مساحت پیک d₈- نفتالین تجاوز کند را بصورت زیر طبقه‌بندی کنید:

الف) زمان بازداری و تعداد روبش،

ب) شناسایی آن،

پ) غلظت تقریبی آن (برحسب میکرو گرم در لیتر)،

ت) استاندارد داخلی که برای آنالیز کمی استفاده شده است،

ث) منبع احتمالی آن.

یادآوری - اگر پیک d₈- نفتالین واضح نباشد، استفاده از پیک d₃₄- هگزا دکان بعنوان جانشین مجاز است.

۹-۲ شناسایی ترکیباتی که آشکار شده است

از سه طبقه‌ی زیر برای تعریف سطح اطمینان^۱ وابسته به مشخصات ترکیبات شناسایی شده استفاده کنید:

الف) یک شناسایی مثبت (P) نشان می‌دهد که طیف جرمی و زمان بازداری GC با طیف جرمی و زمان بازداری حاصل در یک دور آنالیز GCMS روی استاندارد خالص این ترکیب و تحت شرایط یکسان با آنچه برای آنالیز استخراج حلالی تغلیظ شده استفاده شده است، یکسان است.

ب) یک شناسایی تجربی (T) نشان می‌دهد که یک تشابه احتمالی از جستجوی کامپیوتری در بانک‌های اطلاعاتی پایه طیف‌های جرمی و یا از جستجوی دستی در بانک اطلاعاتی چاپی طیف‌های جرمی و یا بوسیله تفسیر اصول اولیه توسط یک کارشناس طیف‌سنجی جرمی بدست آمده است. هرچند، یک استاندارد خالص نه تحت شرایط GCMS یکسان با دستگاه GCMS که برای آنالیز استخراج حلالی تغلیظ شده اجرا شده باشد و نه اینکه در دسترس باشد.

پ) شناسایی نا معلوم (U) شامل ترکیبی است که در هیچ کدام از طبقه‌بندی‌های بالا قرار نمی‌گیرد. توصیه می‌شود چهار پیک با بیشترین شدت در طیف جرمی به ترتیب کاهش شدت همراه با پیک پایه (۱۰۰٪) که با خط کشیدن زیر آن مشخص می‌شود (مانند، ۱۴۷، ۴۳، ۷۱، ۹۱)، در جدول‌بندی نتایج همراه با زمان بازداری و تعداد روبش یادداشت شود.

یادآوری - اطلاعات بیشتری درباره شناسایی ترکیبات آلی در پیوست پ شرح داده شده است.

۹-۳ اندازه‌گیری کمی ترکیباتی که شناسایی شده است

هر کدام از ترکیبات شناسایی شده را با مقایسه پاسخ آن ترکیب با نزدیک‌ترین استاندارد داخلی (برحسب زمان بازداری GC) موجود در $2 \mu\text{g/l}$ یا $8 \mu\text{g/l}$ بطور کمی اندازه‌گیری کنید (به استثنای d_5 - فنل که در اندازه‌گیری کمی استفاده نمی‌شود).

برای محاسبه غلظت یک ترکیب D از هر ترکیبی که در نمونه لیچیت شناسایی شده است، از معادله زیر استفاده کنید:

$$[D] = \frac{P_D \times I}{P_S}$$

که در آن:

[D] غلظت ترکیب D برحسب میکرو گرم در لیتر،

P_D مساحت پیک ترکیب D،

P_S مساحت پیک استاندارد داخلی،

I غلظت استاندارد داخلی برحسب میکرو گرم در لیتر.

هیچ کوششی برای تنظیم [D] از روی بازده استخراج نکنید.

۹-۴ روش کار تضمین کیفیت^۱ (QA) و کنترل کیفیت^۲ (QC)

۹-۴-۱ کالیبراسیون جرمی طیف‌سنج جرمی

در هر زمان که یک بهر از استخراج‌های حلالی تغلیظ شده آنالیز می‌شود، صحت و دقت آنالیز را بررسی کنید. از کالیبرانتی^۳ که بطور معمول برای کالیبراسیون جرمی استفاده می‌شود، برای این منظور استفاده کنید. اگر هر کدام از جرم‌های کالیبرانت بطور صحیح اندازه‌گیری نشود، مجدداً طیف‌سنج جرمی را کالیبره کنید.

۹-۴-۲ عملکرد دستگاه GCMS

عملکرد دستگاه GCMS را در هر زمان که یک بهر از استخراج‌های حلالی تغلیظ شده باید بوسیله آنالیز محلول آزمون ستون GC استانداردهای داخلی (بند ۵-۱۷) اجرا می‌شود، کنترل کنید. پاسخ (مساحت پیک) حاصل از هر استاندارد داخلی را با آنچه در زمان تنظیم دستگاه GCMS (بند ۸-۲-۴) بدست آمده است، مقایسه کنید. مشروط بر آنکه مساحت پیک‌ها حدود ۳۰٪ باشد و ضرایب عدم تقارن طبق بند ۸-۲-۴ باشد، عملکرد دستگاه مورد قبول در نظر گرفته می‌شود.

۹-۴-۳ عملکرد روش آزمون

به شرطی که معیارهای زیر تامین شود، عملکرد این روش آزمون را قابل قبول در نظر بگیرید:
الف) کلیه استانداردهای داخلی در کروماتوگرام TIC این دستگاه آشکار شده باشد.

1 - Quality assurance
2 - Quality control
3 - Calibrant

ب) بازیافت استانداردهای داخلی d₈- نفتالین، d₁₀- فنانتین و d₆₂- اسکوالان از ۵۰٪ بیشتر باشد.

یادآوری- فقدان هر کدام از استانداردهای داخلی در کروماتوگرام TIC این دستگاه نشان می‌دهد که مرحله استخراج بطور صحیح انجام نشده است یا غلظت استخراج حلالی بطور صحیح انجام نشده است و یا اینکه دستگاه بطور صحیح کار نمی‌کند.

یادآوری- روش محاسبه بازیافت‌های استانداردهای داخلی در پیوست ت-۳ درج شده است.

۱۰ گزارش آزمون

۱-۱۰ کلیات

گزارش آزمون باید دارای آگاهی‌های زیر باشد:

۱-۱-۱۰ عنوان (مانند گزارش آزمون) و تاریخ صدور این گزارش،

۲-۱-۱۰ روش آزمون طبق استاندارد ملی ایران شماره ...،

۳-۱-۱۰ نام و نشانی آزمایشگاه و محلی که آزمون‌ها در آن انجام شده است (در صورت تفاوت نشانی آزمایشگاه با محل آزمون)،

۴-۱-۱۰ شماره گزارش آزمون، علامتی بر روی هر صفحه به منظور اطمینان از اینکه آن صفحه قسمتی از گزارش آزمون می‌باشد و علامتی واضح در پایان گزارش آزمون،

۵-۱-۱۰ نام، نام خانوادگی و نشانی مشتری که این سفارش را داده است،

۶-۱-۱۰ نام، نام خانوادگی و امضاء آزمایش‌کننده،

۲-۱۰ نتایج آزمون گزارش آنالیز GCMS که بر روی لیجیت‌ها انجام می‌شود باید شامل موارد زیر باشد:

۱-۲-۱۰ در هر بار که آنالیز انجام می‌شود یک کپی از کروماتوگرام‌های TIC (بند ۳-۱۳) که برای محلول آزمون ستون GC استانداردهای داخلی بدست آمده است،

۱۰-۲-۲ یک جدول از داده‌های زیر برای هر کدام از نمونه‌ها و مخلوط آزمون ستون GC: مقادیر عدم تقارن برای d_5 -فنل، d_8 -نفتالین و درصدهای بازیافت برای d_8 -نفتالین، d_{10} -فنانتین و d_{62} -اسکوالان،
۱۰-۲-۳ حد آشکارسازی استانداردهای داخلی دوتره و شرحی از روش کارهایی که برای دستیابی به آنها استفاده شده است،

۱۰-۲-۴ شرح و نتایج روش اعتباربخشی^۱ (روش کارآیی) روش GCMS،

۱۰-۲-۵ نتایج حاصل از بررسی GCMS هر کدام از استخراج‌های حلالی که در یک جدول گزارش شده است، همراه با یک کپی از کروماتوگرام TIC برای هر کدام از استخراج‌های حلالی،

۱۰-۲-۶ جداول داده‌ها طبق فهرست زیر:

۱) کلیه پیک‌های آشکار شده، شامل استانداردهای داخلی که در غلظتی معادل با $1 \mu\text{g/l}$ یا بزرگ‌تر در لیچیت‌ها وارد شده است،

۲) پیک‌هایی که ناشی از محصول مورد آزمون نیست و با یک نشانه از منابع احتمالی آنها،

۳) تعداد روبش یا زمان بازداری هر پیکی که فهرست شده است و هویت ترکیب،

۴) غلظت تخمینی هر پیکی که از مواد آزمون ناشی شده است برحسب میکروگرم در لیتر همراه با استانداردهای داخلی که برای این تخمین استفاده شده است،

۵) پیک‌هایی که در گزارش بصورت نامعلوم شناسایی شده است همراه با چهار یون عمده آنها (به ترتیب کاهش شدت).

۶) طیف جرمی چاپ شده برای هر کدام از ترکیبات آشکار شده که ناشی از محصول مورد آزمون در نظر گرفته شده است،

۷) شرحی از اصولی که پیک‌ها بر پایه آن شناسایی می‌شود (بند ۹-۲).

یادآوری - در مواردی که ترکیبات آشکار شده در شاهد‌های آزمایشگاهی یا روش اجرایی در استخراج‌های حلالی حاصل از لیچیت نیز آشکار شود، اگر غلظت ظاهری در شاهد‌ها کمتر از $2 \mu\text{g/l}$ باشد و بیش از ۲۵٪ از بالاترین غلظت تفاوت نکند، این غلظت‌ها و تفاوت‌ها با اهمیت در نظر گرفته نمی‌شود و توصیه می‌شود هیچ غلظتی در جداول داده‌ها نشان داده نشود. در مواردی که غلظت‌های ظاهری چنین ترکیباتی در یک استخراج حلالی کمتر از شاهد آزمایشگاهی یا روش اجرایی باشد، توصیه می‌شود هیچ غلظتی در جداول داده‌ها نشان داده نشود. هرگاه غلظت‌های ظاهری چنین ترکیباتی در استخراج‌های حلالی از شاهد‌های روش اجرایی بزرگ‌تر باشد (بزرگ‌تر از $2 \mu\text{g/l}$)، توصیه می‌شود غلظت منهای شاهد گزارش شود، یعنی غلظت ظاهری در شاهد روش اجرایی یا آزمایشگاهی از غلظت ظاهری استخراج حلالی کم شود.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

روش کار تهیه لیچیت‌ها

الف-۱ مقدمه

توصیه می‌شود تعداد و دوره‌های زمانی لیچ^۱ (مهاجرت)، ماهیت آزمون‌ها، نسبت مساحت سطح به حجم آزمون و دمای تهیه لیچیت^۲ مطابق با این پیوست انتخاب و انجام شود. استفاده از سایر روش‌هایی که توسط مراجع قانونی و ذی‌صلاح^۳ مشخص شده است نیز مجاز است. این روش‌ها شامل الزامات آزمون و شرایط تهیه لیچیت می‌باشد. نمودارهای گردشی شامل مجموعه‌ای از شرایط نوعی تهیه لیچیت برای محصولاتی که در کارخانه ساخته می‌شود (شکل الف-۱) و محصولاتی که در محل اجرا می‌شود (شکل الف-۲)، است. لیچیت‌ها می‌تواند با استفاده از آب مورد استفاده در آزمون عاری از کلر (بند الف-۳-۲) و یا آب مورد استفاده در آزمون کلرینه (بند الف-۳-۳) تهیه شود.

الف-۲ اصطلاحات و تعریف

در این استاندارد اصطلاحات و یا واژه‌ها با تعاریف زیر بکار می‌رود:

الف-۲-۱ محصول

همه یا یک جزء از یک فرآورده ساخته شده، در شکل نهایی آن، که در تماس با آب می‌باشد.

الف-۲-۲ محصولات کامپوزیتی

محصولی که سطح در تماس با آب آن از ماده‌ای ساخته شده است که از دیگر قسمت‌های آن محصول متفاوت است.

الف-۲-۳ آزمون

محصول و یا قسمتی از یک محصول که آزمون تاثیر بر کیفیت آب مصرفی انسان بر روی آن انجام می‌شود.

الف-۲-۴ شاهد روش اجرایی^۴

نمونه آبی که در آزمون‌های آزمایشگاهی استفاده می‌شود و سطح آلودگی آن ناچیز است، وقتی مانند لیچیت بر روی آن کار شود ولی در تماس با مواد مورد آزمون قرار نگیرد، تشکیل یک نمونه شاهد روش اجرایی را می‌دهد که مشابه با لیچیت آنالیز می‌شود.

یادآوری- از شاهد‌های روش اجرایی در طی کل فرآیند آزمون از تهیه لیچیت تا آنالیز برای بررسی امکان آلودگی در لیچیت یا استخراج‌های حلالی استفاده می‌شود.

1 - Leaching

2 - Leachate

۳- مراجع قانونی و ذی‌صلاح کشور در حال حاضر وزارت نیرو و وزارت بهداشت درمان و آموزش پزشکی است.

4 - Procedural blank

الف-۳ مواد و وسایل لازم

الف-۳-۱ آب شبکه آبرسانی

آبی که از شیر متصل به شبکه آبرسانی در فشارهای اصلی شبکه تهیه می‌شود و دارای کلر باقیمانده کمتر از 0.2 mg/l است.

الف-۳-۲ آب مورد استفاده در آزمون

آب با هدایت الکتریکی کمتر از 2 mS/m با محتوای کل کربن آلی کمتر از 0.2 mg/l کربن و عاری از آلودگی‌های آلی که ممکن است با تجزیه GCMS لیچیت تداخل کند.

یادآوری- آب مورد استفاده در آزمون مناسب را می‌توان از تقطیر، یون‌زدایی و یا اسمز معکوس تهیه کرد.

توصیه می‌شود از یک بهر آب مورد استفاده در آزمون برای تهیه کلیه استخراج‌ها و شاهد‌های روش اجرایی حاصل از هر کدام از بهرهای آزمون و هر کدام از دوره‌های لیچ استفاده شود. اگر امکان‌پذیر نباشد، شاهد‌های روش اجرایی آزمایشگاهی را از هر بهر از آب‌های مورد استفاده در آزمون انتخاب کنید.

الف-۳-۳ آب مورد استفاده در آزمون کلرینه

آب مورد استفاده در آزمون کلرینه مطابق با بند الف-۳-۲ با میزان کلر باقیمانده $1 \pm 0.2 \text{ mg/l}$ (بند الف-۳-۴). توصیه می‌شود میزان کلر باقیمانده آزاد مطابق با استاندارد بند ۲-۲ اندازه‌گیری شود.

الف-۳-۴ سدیم هیپوکلریت

سدیم هیپوکلریت که از محلول تجاری سدیم هیپوکلریت (NaOCl) تهیه می‌شود و دارای غلظت مشخص حدود 0.1% وزنی کلر آزاد است.

یادآوری- محلول سدیم هیپوکلریت ناپایدار است و بهتر است روزانه تهیه و استفاده شود.

الف-۳-۵ ظروف آزمون

ظروف آزمون باید از جنس موادی مانند شیشه یا پلی‌تترافلورو اتیلن (PTFE) باشد که تحت شرایط آزمون بی‌اثر است. توصیه می‌شود تمیزکاری ظروف مطابق با روش کار زیر و یا روش کاری که دارای اثربخشی معادلی در زدودن لکه‌های قابل تشخیص مواد آلی از روی ظروف می‌باشد، انجام شود.

بهتر است ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی، فولاد زنگ‌نزن و صفحات شیشه‌ای توسط شستشو با شوینده‌های قابل تخریب در محیط زیست بویژه آنهایی که برای زدودن مواد آلی طراحی شده است، تمیزکاری شود، سپس در محلول هیدروکلریک اسید (بند ۴-۵) (بجز برای فولاد زنگ‌نزن)، محلول نیتریک اسید (بند ۵-۶) یا کرمیک اسید (بند ۵-۹) خیسانده و در نهایت بطور کامل با آب مورد استفاده در آزمون (بند ۵-۲) آبکشی شود.

الف-۴ آزمون‌ها

الف-۴-۱ کلیات

توصیه می‌شود لیجیت‌های بیشتر محصولات از غوطه‌ورسازی نمونه‌هایی از آن محصول در آب مورد استفاده در آزمون تهیه گردد. در مورد آزمون لوله‌ها، بهتر است لیجیت‌ها از پر کردن کامل آنها با آب مورد استفاده در آزمون تهیه شود.

الف-۴-۲ نسبت مساحت سطح به حجم (S/V)

نسبت مساحت سطح به حجم (S/V) معمول این آزمون 1 cm^2 مساحت سطح نمونه در 1 cm^3 آب مورد استفاده در آزمون (که می‌تواند بصورت 1 cm^{-1} یا 10 dm^{-1} بیان شود) می‌باشد. این نسبت آزمون بسته به نوع محصول و کاربرد مورد نظر تغییر می‌کند. بنابراین مشورت با کارشناسان ذی‌صلاح قبل از تهیه لیجیت ضروری است.

در مورد برخی از نمونه‌ها، ممکن است رسیدن به یک نسبت S/V مشخص امکان‌پذیر نباشد، در این موارد توصیه می‌شود از نزدیک‌ترین نسبت قابل دستیابی استفاده گردد و این نسبت در گزارش آزمون مشخص شود (بند الف-۶).

یادآوری- نسبت S/V نمونه‌های لوله از روی قطر داخلی لوله (بند الف-۴-۲ و الف-۴-۳) تعیین می‌شود. توصیه می‌شود از نسبت S/V یکسانی برای آزمون‌هایی که با هم مقایسه می‌شود، استفاده گردد.

الف-۴-۳ انواع آزمون‌های خاص

الف-۴-۳-۱ لوله‌ها و پوشش‌های داخلی لوله‌هایی که در کارخانه اجرا می‌شود

برای تهیه لیجیت‌ها توصیه می‌شود از کوچک‌ترین قطر لوله برای تایید آن استفاده شود.

الف-۴-۳-۲ لوله با قطر داخلی کمتر از 100 mm

باید طولی از لوله استفاده شود که حجم کافی از لیجیت را برای آنالیز فراهم سازد.

یادآوری- در پیوست ب جزئیات دو روشی که برای بستن دو انتهای لوله مورد آزمون استفاده می‌شود، درج شده است. همینطور از درپوش‌های مناسب (بند الف-۳-۵) نیز می‌توان برای بستن دو انتهای لوله مورد آزمون استفاده کرد.

الف-۴-۳-۳ لوله با قطر داخلی بزرگ‌تر از 100 mm

برای لوله‌هایی که از مواد یکنواخت ساخته شده است، لیجیت را می‌توان از غوطه‌ورسازی قطعاتی از لوله در آب مورد استفاده در آزمون بطوری که به نسبت S/V لازم برسد، تهیه کرد.

برای لوله‌های کامپوزیتی یا لوله‌هایی که دارای پوشش داخلی است، می‌توان یکی از مقدمات تهیه آزمون که جزئیات آن در پیوست پ درج شده است را برای رسیدن به نسبت S/V مشخص شده، استفاده کرد.

یادآوری- در صورتی که لوله با قطر داخلی بزرگ‌تر از 100 mm از آب مورد استفاده در آزمون پر شود، نسبت S/V آن کمتر از 1 cm^{-1} خواهد شد.

الف-۴-۴ محصولات سیمانی

آزمونه‌ها باید طبق استاندارد بند ۲-۳ (بندهای ۵-۱۵ یا ۶-۸) تهیه شود. مساحت سطح آزمونه‌ها باید طبق الزامات این استاندارد باشد. آزمونه‌ها را قبل از اینکه لیچ کردن آغاز شود، حداکثر سه دوره ۲۴ ساعته در تماس با آب غیر تهاجمی پیش تثبیت کنید.

الف-۴-۵ ذخیره‌سازی آزمونه

آزمونه‌ها بهتر است در تاریکی و دمای 21 ± 4 °C و در یک محیط عاری از آلودگی مانند جعبه‌ها یا ظروف فلزی و یا پیچیدن در دستمال کاغذی بدون رنگ‌دانه، ذخیره‌سازی شود.

الف-۵ تهیه لیچیت

الف-۵-۱ پیش آماده‌سازی^۱ آزمونه‌ها

در همان روزی که آزمون شروع می‌شود، توصیه می‌شود آزمونه‌ها را در جریانی از آب شبکه آبرسانی (بند الف-۳-۱) به مدت ده دقیقه بشوید و سپس در آب مورد استفاده در آزمون مربوطه (بند الف-۳-۲ یا الف-۳-۳) به مدت ۲ تا ۵ دقیقه فرو برید.

الف-۵-۲ لیچ کردن

توصیه می‌شود تهیه لیچ فوراً بعد از پیش آماده‌سازی آزمونه (بند الف-۵-۱) شروع گردد. ظروف آزمون یا قطعات لوله مورد آزمون باید با آب مورد استفاده در آزمون مربوطه (بندهای الف-۳-۲ یا الف-۳-۳) بطوری که هیچ فضای خالی در بالای آن باقی نماند، بطور کامل پر شود. سایر آزمونه‌ها باید در دوره‌ها و دمای لیچ کردن مربوطه در آب مورد استفاده در آزمون (بند الف-۳-۲ و الف-۳-۳) غوطه‌ور شود. تعداد و دوره زمانی لیچ کردن توسط مراجع ذی‌صلاح مشخص خواهد شد (یادآوری ۲ ملاحظه شود).

در انتهای دوره لیچ کردن، لیچیت‌ها برای آنالیز جمع‌آوری می‌شود (بند الف-۵-۳).

یادآوری ۱- مخازن کروماتوگرافی لایه نازک (حجم ۳/۵ تا ۴ لیتر) با دری‌های شیشه‌ای برای استفاده در تهیه لیچیت‌ها مناسب است.

یادآوری ۲- در بسیاری از موارد ممکن است توسط مراجع ذی‌صلاح جمع‌آوری و آنالیز ۴۸ ساعته و یا ۷۲ ساعته لیچیت علاوه بر لیچیت‌های ۲۴ ساعته الزام شود. در این موارد روش کار لیچ کردن مجدداً با استفاده از آب مورد استفاده در آزمون تازه برای هر دوره لیچ کردن، تکرار می‌شود. لیچیت‌های ۴۸ ساعته آنهایی است که از غوطه‌ورسازی مجدد مواد آزمون در انتهای اولین دوره لیچیت ۲۴ ساعته به مدت 48 ± 2 ساعت و دمای 23 ± 2 °C در آب مورد استفاده در آزمون تازه تهیه می‌شود. بطور مشابه دو لیچیت ۷۲ ساعته آنهایی است که از غوطه‌ورسازی مجدد مواد آزمون در انتهای دومین دوره لیچ ۴۸ ساعته به مدت 72 ± 3 ساعت و دمای 23 ± 2 °C در آب مورد استفاده در آزمون تازه تهیه می‌شود.

الف-۵-۳ جمع‌آوری لیچیت‌ها

هنگام جمع‌آوری نمونه‌های لیچیت، پیش از جمع‌آوری آنها برای آنالیز، بطری شیشه‌ای نمونه‌گیری (بند ۳-۶) را با قسمتی از لیچیت بشویید. بطوری که در بالای بطری فضای خالی باقی نماند، بطور کامل از نمونه پر کنید.

یادآوری - این کار به منظور جلوگیری از تبخیر مواد فرار از نمونه انجام می‌شود.

هنگام جمع‌آوری نمونه‌های لیچیتی که با استفاده از آب کلرینه (بند الف-۳-۳) تهیه می‌شود و بعد از آنکه بطری با قسمتی از لیچیت شسته شد، ۲ ml محلول اسکوربیک اسید (بند ۵-۱۳) پیش از آنکه نمونه مانند بالا جمع‌آوری شود، به بطری نمونه‌گیری اضافه کنید.

یادآوری - برای نمونه‌های لیچیتی که با استفاده از آب مورد استفاده در آزمون (بند الف-۳-۲) تهیه می‌شود، هیچ الزامی در خصوص افزودن اسکوربیک اسید وجود ندارد.

الف-۶ گزارش آزمون

الف-۶-۱ کلیات

اضافه بر الزامات بند ۱۰، گزارش آزمون باید دارای آگاهی‌های زیر باشد:

الف-۶-۱-۱ شرح و علامت‌گذاری واضحی از موارد آزمون شده بصورتی که در زیر تنظیم می‌شود،

الف-۶-۱-۲ ارجاع به نمونه‌برداری یا روش کار تهیه آزمون که توسط آزمایشگاه یا سایر اشخاص استفاده شده است و جزئیات زنجیره کنترل، انتقال و دسترسی^۱ آن،

الف-۶-۱-۳ تاریخ دریافت موارد آزمون و تاریخ انجام آزمون‌ها،

الف-۶-۱-۴ انحراف اضافی یا نقصانی از روش آزمون،

الف-۶-۱-۵ جزئیات کامل تهیه لیچیت شامل نسبت مساحت سطح به حجم مورد استفاده در آزمون، دمای لیچ کردن، تعداد و دوره‌های زمانی لیچ کردن و نوع آب مورد استفاده در آزمون،

الف-۶-۱-۶ جزئیات کامل نتایج آزمون حاصل از لیچیت‌ها که باید مطابق با حداقل الزامات مندرج در بند ۱۰-۲ باشد.

الف-۶-۲ کلیه نمونه‌های محصولات مورد آزمون

توصیه می‌شود برای کلیه نمونه‌های محصول، گزارش آزمون دارای آگاهی‌های زیر باشد:

الف-۶-۲-۱ ترکیب کلی محصول،

الف-۶-۲-۲ نشانی کامل تولیدکننده و یا علامت تجارتي آن،

الف-۶-۲-۳ ماهیت ماده، مانند لاستیک نیتریل، پلی اتیلن،

الف-۶-۲-۴ تاریخ تولید (به ماه و سال)،

الف-۶-۲-۵ تاریخ انقضا قابلیت مصرف (به ماه و سال)،

الف-۶-۲-۶ سازماني که محصول را برای آزمون تحویل داده است،

الف-۶-۲-۷ سازمان مسئول در تهیه نمونه‌ها (اگر با بند ۹-۲-۶ متفاوت است)،

الف-۶-۲-۸ شرحی از فرآیند نمونه‌برداری (اگر معلوم است)،

الف-۶-۲-۹ شرایط وصول توسط آزمایشگاه، شامل بسته‌بندی در تماس با محصول مورد آزمون،

الف-۶-۲-۱۰ شرایط نگهداری در فاصله بین زمان تحویل نمونه و زمان آغاز آزمون،

الف-۶-۲-۱۱ شرح کاملی از آزمون شامل نوع ماده، رنگ، شکل، ابعاد (بر حسب میلی‌متر)، ظاهر، ماتی و نوع اجزاء تشکیل دهنده (اگر لازم باشد)،

الف-۶-۲-۱۲ مساحت سطح یک نمونه از این محصول که در معرض آب مورد استفاده در آزمون قرار می‌گیرد و از روی ابعاد واقعی محاسبه شده است،

الف-۶-۲-۱۳ تعداد نمونه‌هایی از این محصول که برای رسیدن به مساحت سطح لازم در یک آزمون (بر حسب cm^2) لازم می‌شود،

الف-۶-۲-۱۴ حجم آب آزمونی (بر حسب لیتر) که برای یک تک آزمون استفاده می‌شود و

الف-۶-۲-۱۵ نسبت مساحت سطح به حجم (S/V) آزمون (بر حسب dm^{-1}).

الف-۶-۳ محصولات سیمانی

توصیه می‌شود برای محصولات سیمانی گزارش آزمون دارای آگاهی‌های زیر باشد:

الف-۶-۳-۱ جزییات هرگونه پیش‌تثبیت شامل شاخص تهاجمی آب پیش‌تثبیت، همراه با مقادیر pH لیچیت‌های پیش‌تثبیت متوالی و

الف-۶-۳-۲ اجزاء اختلاطی^۱، حجم جزء اختلاطی که به جرم مشخصی از سیمان اضافه می‌شود.

الف-۶-۴ محصولات که به شکل پوشش در کارخانه اجرا می‌شود و آزمون‌ها توسط تولیدکننده یا تامین‌کننده تهیه می‌شود

توصیه می‌شود برای محصولات که به شکل پوشش در کارخانه اجرا می‌شود و آزمون‌ها توسط تولیدکننده یا تامین‌کننده تهیه می‌شود، گزارش آزمون دارای آگاهی‌های زیر باشد:

الف-۶-۴-۱ روش اجرا یا اعمال محصول،

الف-۶-۴-۲ دمای محیط در زمان تهیه،

الف-۶-۴-۳ تاریخ تهیه نمونه،

الف-۶-۴-۴ شرایط سخت شدن،

الف-۶-۴-۵ زیرآیندی که محصول بر روی آن اجرا شده است و اینکه

الف-۶-۴-۶ آیا محصول مطابق با دستورالعمل‌های اجرا تهیه شده است.

الف-۶-۵ محصولات که در سوار کردن قطعات در کارخانه استفاده می‌شود، مانند گریس‌ها، روان‌سازها و سیمان‌های حلالی که آزمون توسط آزمایشگاه مطابق با استاندارد BS 6920-2.1 (بند ۲-۱) تهیه شده است

توصیه می‌شود برای محصولاتی که در سوار کردن قطعات در کارخانه استفاده می‌شود مانند گریس‌ها، روان‌سازها و سیمان‌های حلالی که آزمون توسط آزمایشگاه مطابق با استاندارد BS 6920-2.1 (بند ۲-۱) تهیه می‌شود، گزارش آزمون باید دارای آگاهی‌های زیر باشد:

الف-۶-۵-۱ روش تهیه آزمون (اگر معلوم باشد)، مانند اینکه آیا نمونه مطابق با دستورالعمل‌های اجرا تهیه شده است و

الف-۶-۵-۲ شرایط سخت شدن چنانچه قبل از آغاز آزمون، استفاده شده باشد.

الف-۶-۶ محصولات که در محل اجرا می‌شود

توصیه می‌شود برای محصولاتی که در محل اجرا می‌شود، گزارش آزمون شامل موارد زیر باشد:

الف-۶-۶-۱ کاربردهای محصول،

الف-۶-۶-۲ شماره بهر محصولاتی که در محل اجرا می‌شود (همینطور سایر محصولات). اگر این اطلاعات در دسترس نباشد، باید در گزارش نهایی ذکر شود،

الف-۶-۶-۳ شرایط واقع‌بینانه و قابل دستیابی در محل، در مورد دماهای سخت شدن بالای 7°C یا 12°C (بسته به مورد) و چگونه این شرایط در محل بطور قابل اعتمادی بدست خواهد آمد،

الف-۶-۶-۴ روش تهیه آزمون، و اینکه آیا نمونه مطابق با دستورالعمل‌های کاربر تهیه شده است، به اضافه تعداد و ماهیت پوشش اجرا شده، شرایط سخت شدن و غیره،

الف-۶-۶-۵ جزئیات کامل تهیه نمونه شامل نسبت‌های اختلاط اجزاء (اگر لازم باشد)، زمان و دمای سخت شدن و شرح نمونه. اگر از شرایط سخت شدن غیر استاندارد برای این محصول استفاده شده است باید جمله‌ی مشخصی که این شرایط را بیان می‌کند در گزارش آورده شود و

الف-۶-۶-۶ برای نمونه‌هایی که در محلی غیر از آزمایشگاه تهیه شده است، توصیه می‌شود شامل اطلاعات اضافی زیر باشد:

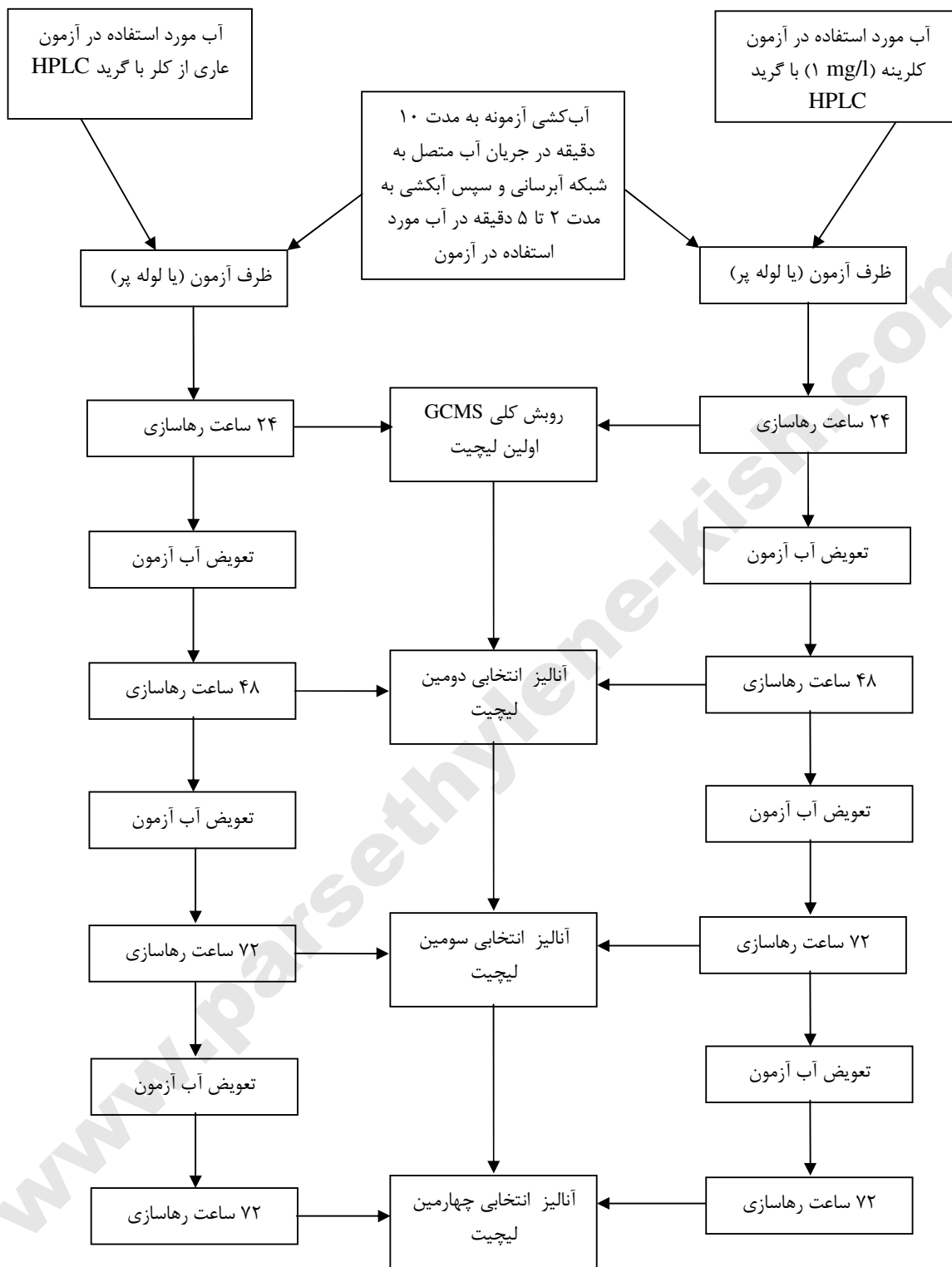
الف-۶-۶-۶-۱ محل،

الف-۶-۶-۶-۲ شرحی از تجهیزات مورد استفاده و ناحیه‌ایی که نمونه‌ها در آنجا تهیه شده است و

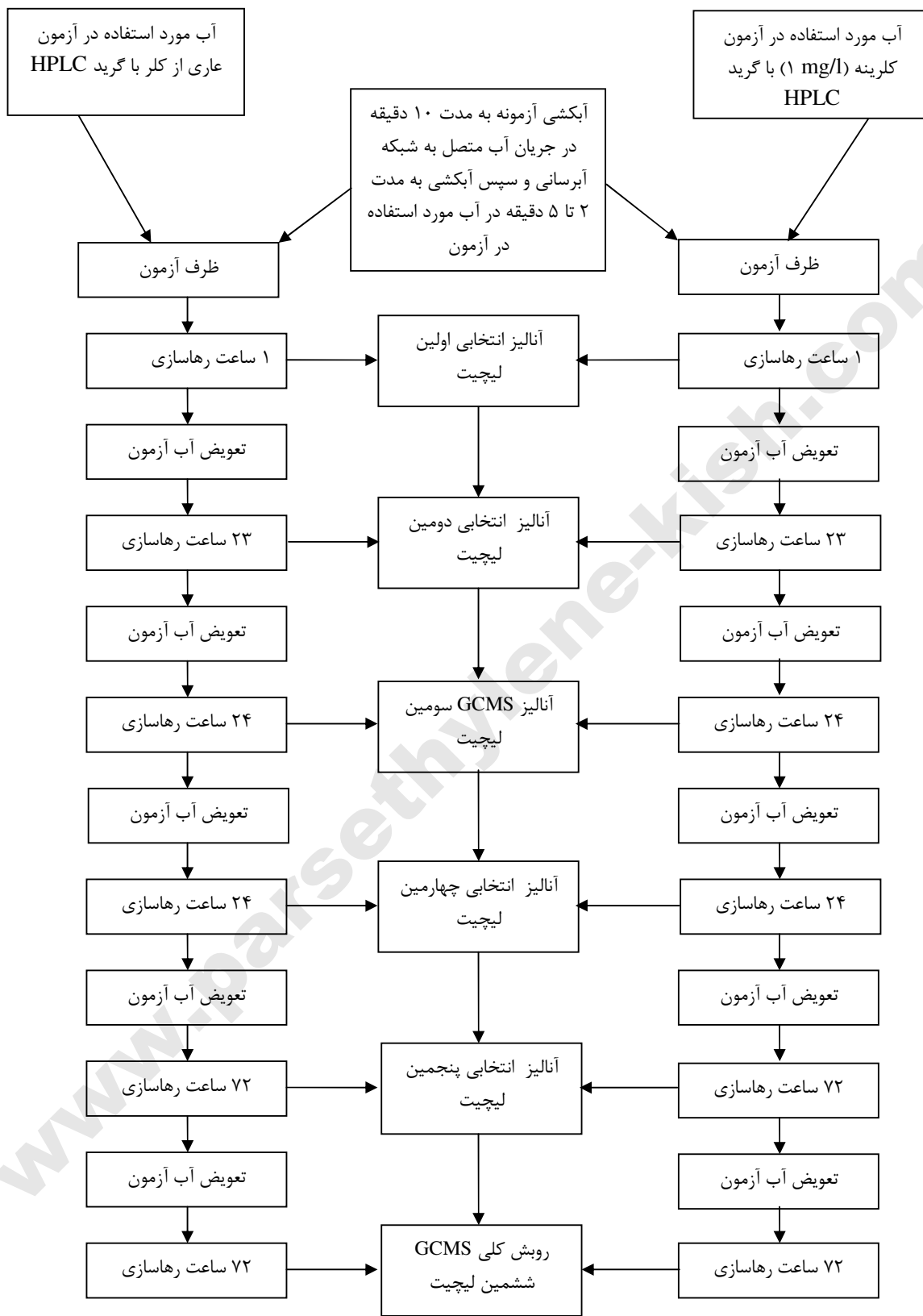
الف-۶-۶-۶-۳ شرح کاملی از تهیه نمونه، نسبت‌های اختلاط و شماره‌های بهر،

الف-۶-۶-۶-۴ زنجیره کنترل و انتقال و دسترسی به نمونه و روش انتقال به آزمایشگاه و نمودار تغییرات دمای نمونه در هنگام انتقال به آزمایشگاه جهت سخت شدن نهایی،

الف-۶-۶-۶-۵ زمان و دمای سخت شدن نهایی.



شکل الف-۱- مراحل آزمون محصولاتی که در کارخانه ساخته می‌شود



شکل الف-۲- مراحل آزمون برای محصولات که در محل اجرا می‌شود

پیوست ب

(اطلاعاتی)

روش غیر قابل نفوذ کردن دو مقاطع لوله

ب-۱ غیر قابل نفوذ کردن با استفاده از بست و صفحات فلزی (مطابق با شکل ب-۱)

ب-۱-۱ وسایل لازم

ب-۱-۱-۱ صفحات فولاد زنگ‌نزن

توصیه می‌شود از صفحات مربعی که فولاد زنگ‌نزن صیقلی ساخته شده است، استفاده شود. طول هر طرف از این صفحات باید حداقل ۱۰ mm تا ۲۰ mm بزرگ‌تر از قطر خارجی لوله باشد. صفحات باید دارای ضخامت کافی برای جلوگیری از خمش آنها تحت فشار در هنگام بسته شدن دو انتهای مقاطع لوله باشد و چهار سوراخ برای عبور میله‌های اتصال رزوه‌دار در آنها ایجاد شده باشد.

صفحه بالایی باید دارای دو روزنه درپوش‌دار برای امکان پر و تخلیه کردن باشد. صفحات (بند الف-۳-۵) را تمیز کنید. صفحات را با آب متصل به شبکه آبرسانی (بند الف-۳-۱) آبکشی کنید و در آزمایشگاه با آب مطابق با الزامات گرید ۳ استاندارد بند ۲-۴ و سپس با آب مورد استفاده در آزمون (بند الف-۳-۲) بشویید. اجازه دهید آب صفحات چکیده و در هوا خشک شود. فقط صفحاتی که باید فوراً استفاده شود را تمیزکاری کنید، توصیه می‌شود صفحاتی که ذخیره‌سازی شده است مجدداً با استفاده از این روش کار و قبل از استفاده تمیزکاری شود.

ب-۱-۱-۲ مقطع لوله

مطمئن شوید که انتهای مقاطع لوله که باید غیرقابل نفوذ گردد، بصورت گرد و صاف باشد.

ب-۱-۱-۳ درزگیر^۱ سیلیکونی

توصیه می‌شود از درزگیر سیلیکونی با سمیت پایین مورد استفاده در آکواریومها استفاده گردد.

ب-۱-۲ سوار کردن مجموعه^۲

مقطع لوله خشک و تمیز را بر روی مرکز صفحه فولاد زنگ‌نزن قرار دهید. صفحه بالایی (با دو روزنه بر روی بالای مقطع لوله) را قرار دهید، سپس پیچ و مهره‌های اتصال را وارد و محکم کنید تا بین مقطع لوله و صفحه پایینی نسبت به آب غیر قابل نفوذ شود.

یادآوری - برای جلوگیری از نشت آب، استفاده از مقدار کمی درزگیر سیلیکونی در خارج اتصال پایینی بین لوله و صفحه فلزی (بند ب-۱-۱-۳) مجاز است.

1 - Sealant

2 - Unit assembly

ب-۲ غیرقابل نفوذ کردن با استفاده از صفحات شیشه‌ایی

ب-۲-۱ وسایل لازم

ب-۲-۱-۱ صفحات شیشه‌ایی

توصیه می‌شود صفحات شیشه‌ایی چارگوش از شیشه فلوت عاری از نقائص قابل تشخیص تهیه شده باشد. طول هر طرف از این صفحات باید حداقل ۱۰ mm تا ۲۰ mm از قطر خارجی لوله بزرگ‌تر باشد. صفحات (بند الف-۳-۵) را تمیز کنید. صفحات را با آب شیر متصل به شبکه آبرسانی (بند الف-۳-۱) آبکشی کنید و در آزمایشگاه با آب مطابق با الزامات گرید ۳ استاندارد بند ۲-۴ و در انتها با آب مورد استفاده در آزمون (بند الف-۳-۲) آبکشی کنید. اجازه دهید آب صفحات چکیده و در هوا خشک شود. فقط صفحاتی که باید فوراً استفاده شود را تمیزکاری کنید، توصیه می‌شود صفحاتی که ذخیره‌سازی شده است مجدداً با استفاده از این روش کار و قبل از استفاده تمیزکاری شود.

ب-۲-۱-۲ مقطع لوله

مطمئن شوید که انتهای مقاطع لوله‌هایی که باید غیرقابل نفوذ گردد، بصورت گرد و صاف باشد. گردی و صافی مقطع لوله با ایستاده قرار دادن لوله از انتهای بالایی آن تایید می‌شود، به این صورت که انتهای آماده‌سازی شده را با آب مورد استفاده در آزمون خیس کنید و سپس یک صفحه شیشه‌ایی به ابعاد مناسب بر روی این انتها قرار دهید. دور تا دور صفحه شیشه‌ایی را نگاه کنید و سطح انتهای لوله را از نظر وجود هرگونه شواهدی از بی‌نظمی و یا فضای خالی مورد بررسی قرار دهید.

یادآوری - استفاده از این روش غیرقابل نفوذسازی در مقاطع لوله‌هایی که بی‌نظمی یا فضای خالی در محل برش لوله وجود دارد، مناسب نیست.

ب-۲-۱-۳ چسب اپوکسی

توصیه می‌شود از چسب‌های تجاری دو جزئی با گرانروی پایین استفاده شود.

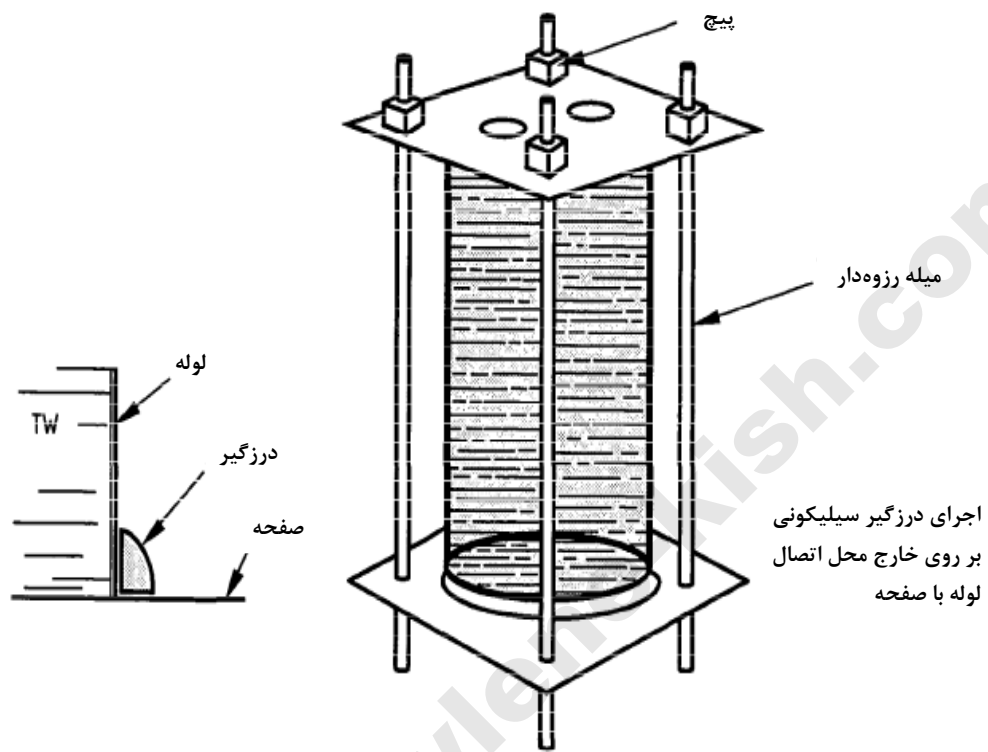
ب-۲-۲ سوار کردن مجموعه

مطمئن شوید که انتهای لوله خشک و تمیز است. مقطع لوله را روی مرکز صفحه شیشه‌ایی قرار دهید. مقدار کمی از رزین اپوکسی را طبق دستورالعمل‌های تولیدکننده تهیه کنید و سپس به آرامی مقداری از آن را دور تا دور خارج محل اتصال شیشه و لوله پخش کنید.

یادآوری - اگر هنگام کار یک جابجایی جزئی بین مقطع لوله و صفحه شیشه‌ایی رخ دهد، این احتمال وجود دارد که رزین در تماس با آب مورد استفاده در آزمون قرار گیرد، بنابراین چنین مجموعه‌ایی برای این کاربرد مناسب نخواهد بود.

مجموعه سوار شده را تا سخت شدن کامل طبق دستورالعمل‌های سازنده چسب رها کنید.

مجموعه سوار شده را سر و ته کنید و اتصال با شیشه را بررسی کنید. اگر هر مقدار از رزین در اثر خاصیت موینگی یا از طریق فضاهای خالی بداخل لوله نفوذ کرده باشد، این مجموعه سوار شده برای کاربرد در این آزمون مناسب نیست.



شکل ب-۱- شمایی از بست فلزی برای غیرقابل نفوذ کردن مقاطع لوله

پیوست پ

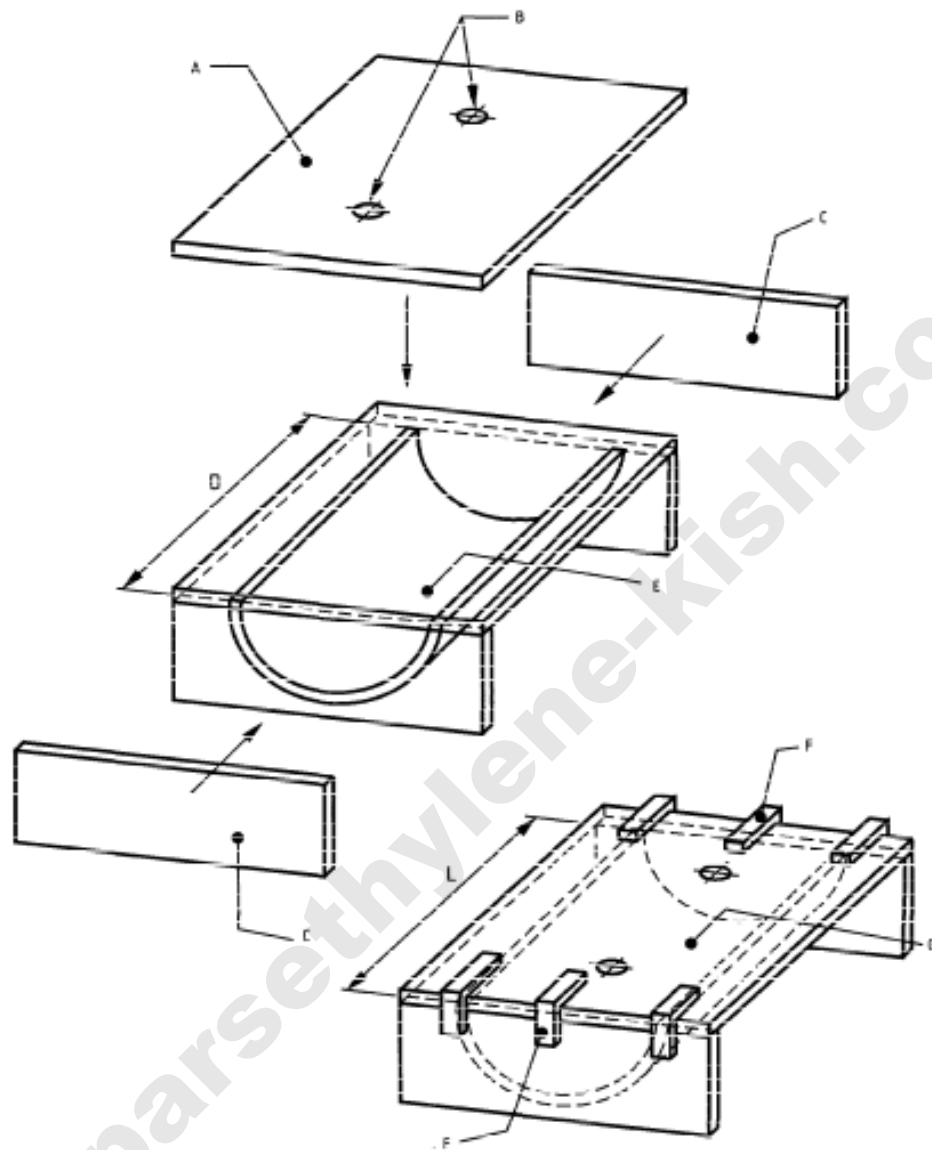
(اطلاعاتی)

روش‌های مناسب برای تهیه استخراج از لوله‌هایی با قطر بزرگ

شکل‌های پ-۱ و پ-۲ روش‌های مناسب تهیه استخراج از تکه‌ها و قطعات لوله‌هایی با قطر بزرگ (بزرگ‌تر از ۱۰۰ mm) را نشان می‌دهد.

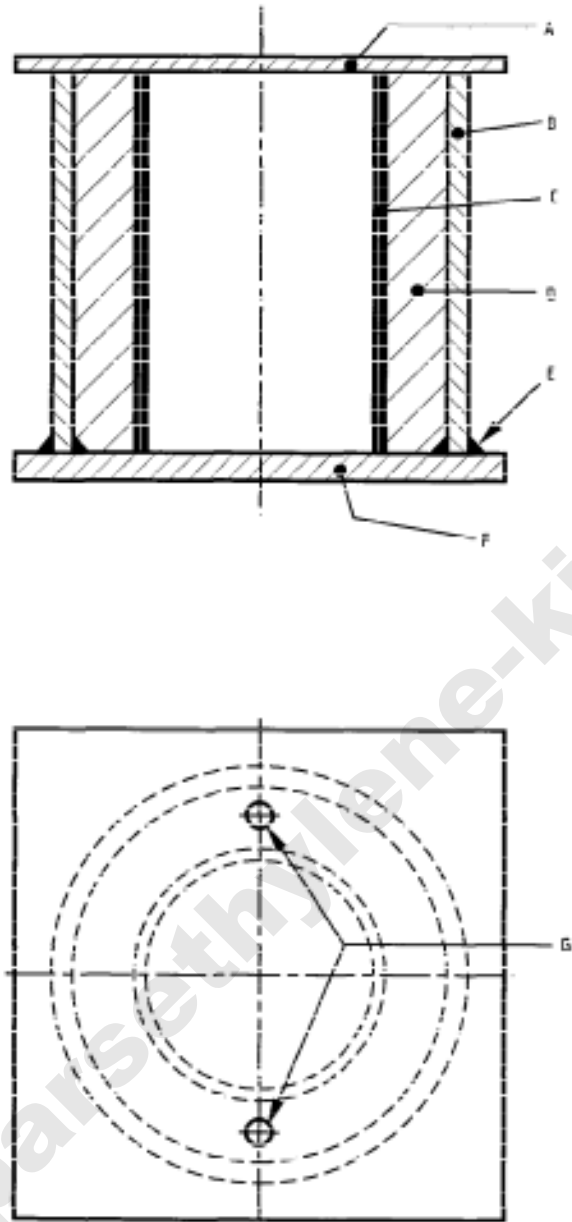
وسایل آزمون^۱ را با تجهیزات مکانیکی (پیچ و مهره) غیرقابل نفوذ کنید. اگر این کار قابل انجام نیست، از لایه یا نوار پلی تترا فلئورو اتیلن (PTFE) استفاده کنید و یا با یک درزگیر مناسب خارج (سمتی که با آب تماس ندارد) آزمون را غیرقابل نفوذ کنید.

وسایل آزمون را بطور کامل از آب مورد استفاده در آزمون (بند الف-۳ یا الف-۳-۳) پر کنید و آنها را با درپوش‌های مناسب غیرقابل نفوذ کنید.



- A: پوشش شیشه‌ای یا فولاد زنگ‌نزن
 B: روزنه پر کردن و یا تخلیه هوا
 C: قطعه انتهای از جنس فولاد زنگ‌نزن
 D: طول آزمون = L
 E: آزمون
 F: بست یا پیچ
 G: آزمون‌هایی که بطور کامل از مایع آزمون پر شده است

شکل پ-۱- طرح آزمون ۱



A: صفحه بالایی از جنس شیشه یا فولاد زنگ‌نزن

B: دیواره لوله

C: استوانه از جنس شیشه یا فولاد زنگ‌نزن

D: مایع آزمون که بطور کامل پر شده است

E: واشر PTFE بین مقطع لوله و صفحه

F: صفحه پایینی از جنس شیشه یا فولاد زنگ‌نزن

G: روزنه پر کردن یا تخلیه هوا در صفحه بالایی

شکل پ-۲- طرح آزمون ۲

پیوست ت

(اطلاعاتی)

جزئیات تکمیلی اجرایی^۱

ت-۱ رئوس روش‌های کلی شناسایی ترکیبات آشکار شده

داده‌هایی که در طی کار دستگاه GCMS برای هر یک از استخراج‌های حلالی بدست می‌آید، عموماً بر روی سامانه داده‌پردازی طیف‌سنج جرمی بصورت یک فایل داده‌ای جداگانه ذخیره می‌شود و در هنگام دریافت داده‌ها یا بعد از تکمیل دریافت داده‌ها مورد بررسی قرار می‌گیرد.

معمولاً این داده‌ها بر روی نمایشگر سامانه داده‌پردازی (VDU)^۲ بصورت کروماتوگرام مجموع جریان یون (TIC) و یا بصورت کروماتوگرام یون مجدداً ساخته شده (RIC)^۳ نمایش داده می‌شود. هر ترکیب آشکار شده بصورت یک پیک در کروماتوگرام TIC یا RIC ظاهر می‌شود و طیف‌های جرمی حاصل از هر ترکیب می‌تواند با استفاده از دستور مربوطه بر روی VDU نمایش داده شود.

بطور معمول، طیف جرمی که برای نمایش انتخاب می‌شود، زمانی تولید خواهد شد که غلظت ترکیب مورد نظر در نقطه حداکثر آن پیک باشد (یعنی در قله‌ی پیک). هرچند اگر این احتمال وجود داشته باشد که پیک مورد نظر یک پیک مخلوط است (یعنی دو یا چند ترکیب که بخوبی توسط ستون GC جدا نشده‌اند)، یا اگر طیف جرمی اشیاع شده باشد (بدین خاطر که از دامنه دینامیک طیف جرمی تجاوز کرده است)، انتخاب نمایش سایر طیف‌ها مجاز است.

یک نشانه آشکار از به اشیاع رسیدن یا اضافه بار یک طیف جرمی وجود بیش از یک پیک با شدت ۱۰۰٪ در طیف جرمی است. توصیه می‌شود از طیف‌های جرمی حاصل از روبش‌هایی که قبل یا بعد از شدت‌های حداکثر بدست آمده است برای رسیدن به یک طیف جرمی نماینده برای ترکیب مورد نظر استفاده شود، هرچند اگر یک تک طیف انتخاب شود، باید معلوم باشد که این طیف واپیچیده^۴ نیست.

اگر غلظت ترکیب ورودی به طیف‌سنج جرمی بطور قابل ملاحظه در ضمن یک تک روبش طیف‌سنج جرمی تغییر کند، برای کاهش واپیچشی که در طیف‌های جرمی ممکن است رخ دهد، میانگین‌گیری بر روی سرتاسر یک پیک (به شرطی که آن پیک ناشی از یک ترکیب منفرد باشد) مجاز است. این کار زمانی که پیک GC خیلی تیز است (یعنی فقط دارای عرض ۲ S تا ۳ S است) می‌تواند رخ دهد. هرچند توصیه می‌شود قبل از میانگین‌گیری روی چندین طیف برای یک پیک، برای هر طیف معلوم شود که آیا هیچ یک اشیاع شده است و اگر هر کدام اشیاع شده است، هنگام ارزیابی نتایج میانگین‌گیری طیف‌ها فوق‌العاده از دست رفته^۵ ایجاد شود.

1 - Additional procedural details

2 - Data system visual display unit

3 - Reconstructed ion chromatogram

4 - Distorted

5 - Due allowance

همچنین توصیه می‌شود به منظور حذف پیک‌های مزاحمی که از هوای باقیمانده داخل طیف‌سنج جرمی یا ستون GC تولید می‌شود، تفریق زمینه هم بر روی طیف جرمی حاصل از یک تک روبش و هم بر روی طیف میانگین انجام شود.

بطور کلی طیف جرمی حاصل از هر پیک آشکار شده ابتدا بطور چشمی مورد بررسی قرار می‌گیرد. بسته به تجربه کارشناس طیف‌سنج جرمی، امکان شناسایی ترکیب بر اساس طیف بدون مراجعه به مراجع طیف‌های جرمی که در کتابخانه (بر روی سامانه داده‌پردازی یا کتب مرجع) نگهداری می‌شود، وجود دارد.

اگر طیف جرمی با چشم قابل شناسایی نباشد، معمولاً یک جستجوی کتابخانه‌ای بر روی سامانه داده‌پردازی انجام می‌شود. توصیه می‌شود از روش کار معکوس استفاده شود. معمولاً میزان انطباق بین طیف‌های کتابخانه‌ای و ناشناخته برحسب سه متغیر جفت^۱، خالص و نا جفت^۲ بیان می‌شود. هرچند بهترین انطباقی که توسط سامانه داده‌پردازی انتخاب می‌شود، الزاماً منجر به شناسایی یک ترکیب ناشناخته نمی‌شود و کارشناس طیف‌سنجی جرمی باید قضاوت خود را اعمال و از فاکتورهایی مانند زمان بازداری GC به منظور تصمیم‌گیری در این خصوص که آیا شناسایی که بوسیله جستجو در بانک اطلاعاتی پیشنهاد شده است مورد قبول می‌باشد یا خیر، بهره‌برداری کند.

اگر هرگونه تردیدی در رابطه با یک شناسایی وجود دارد، از آن شناسایی باید بعنوان یک شناسایی تجربی^۳ یاد کرد و اگر تایید این شناسایی ضروری است، باید یک استاندارد خالص از ترکیب مورد سوال تهیه شود و برای مقایسه طیف جرمی و زمان بازداری GC آن به دستگاه GCMS داده شود. در شناسایی نتایج حاصل از بررسی دستی مجموعه طیف‌های جرمی موجود در کتب مرجع باید از اصول یکسانی استفاده شود.

در صورتی که این احتمال وجود دارد که پیک TIC مخلوطی از دو یا چند ترکیب است، کروماتوگرافی جرمی می‌تواند در تصمیم‌گیری اینکه آیا چنین احتمالی صحیح است، مورد استفاده قرار گیرد و با انتخاب دقیق طیف‌های جرمی این امکان وجود دارد که طیف‌های متناظر با هریک از اجزایی که با هم شویس^۴ پیدا کرده است ایجاد شود. هرچند درجایی که دو ترکیب دارای زمان‌های بازداری یکسانی هستند، این کار امکان‌پذیر نیست و جداسازی دقیق‌تر بستگی به تجربه کارشناس طیف‌سنجی جرمی دارد.

بطور اجتناب‌ناپذیری در بسیاری از آزمون‌های GCMS بخش زیادی از ترکیبات آشکار شده فقط بطور تجربی شناسایی می‌شود و برخی از آنها ناشناخته باقی می‌ماند، بطوری که مجموعه طیف‌های جرمی مرجعی که تاکنون در دسترس است سهم بسیار کوچکی (کمتر از ۱۰٪) از ترکیبات آلی شناخته شده‌ای که در آنالیز GCMS قابل دریافت است را شامل می‌شود.

ت-۲ بررسی قابلیت تجهیزات مورد استفاده در تغلیظ استخراج‌های حلالی

کاهش حجم استخراج‌های حلالی دی‌کلرومتان از حدود ۲۰۰ ml به ۵۰ تا ۵۰۰ میکرو لیتر بدون کاهش عمده در ترکیبات فراری که ممکن است در نمونه لیچ وجود داشته باشد، ضروری است.

1 - Fit

2 - Reverse fit

3 - Tentative identification

4 - Co-eluting

برای تایید انجام رضایتمندانه‌ی این کار، توصیه می‌شود مقدار $500 \mu\text{l}$ از محلول آزمون ستون GC استانداردهای داخلی (بند ۵-۱۷) را با دی کلرومتان تا 200 ml رقیق کنید و محلول حاصل را با استفاده از وسایل یا تجهیزات مربوطه تا $500 \mu\text{l}$ تغلیظ کنید. این مایع تغلیظی را به دستگاه GCMS تحت دقیقاً همان شرایطی که هنگام استفاده از محلول استاندارد آزمون ستون GC به منظور بررسی رضایت‌بخشی عملکرد GC استفاده شده است، وارد کنید و کروماتوگرام TIC و RIC حاصل را با کروماتوگرام TIC و RIC حاصل هنگامی که استاندارد آزمون ستون GC وارد می‌شود، مقایسه کنید. به شرطی که کاهش فرارترین استاندارد داخلی (d_6 -بنزن) از 50% بیشتر نباشد، این تجهیزات برای استفاده در تغلیظ استخراج‌های حلالی مناسب در نظر گرفته می‌شود.

ت-۳ روش محاسبه بازیافت استانداردهای داخلی

هرگاه حجم نهایی استخراج حلالی تغلیظ شده $500 \mu\text{l}$ باشد، غلظت‌های انواع محلول‌های استاندارد داخلی، حجم لیچیت آنالیز شده و حجم‌های تزریقی شده به دستگاه GCMS بصورتی است که کروماتوگرام‌های TIC تولیدی از استانداردهای داخلی محلول آزمون ستون GC (بند ۵-۱۷) و استخراج تغلیظ شده (بند ۸-۱) مستقیماً قابل مقایسه می‌شود و معادله زیر می‌تواند برای محاسبه درصد بازیافت‌ها استفاده شود:

$$R = \frac{P_e \times 100}{P_s}$$

که در آن:

R بازیافت استاندارد داخلی بر حسب درصد،

P_e مساحت پیک استاندارد داخلی انتخابی برای مقایسه در استخراج،

P_s مساحت پیک استاندارد داخلی انتخابی برای مقایسه در استاندارد است.

ت-۴ محلول‌های استاندارد برای بررسی عملکرد ستون GC

چندین شرکت سازنده دستگاه‌های کروماتوگرافی مخلوط‌های ویژه‌ای برای ارزیابی کارایی ستون‌های GC شامل بازده ستون و موقعیت‌های جاذب یا فعال ستون، تولید کرده‌اند. این مخلوط‌ها بیشتر اوقات مخلوط‌های گروپ^۱ نامیده می‌شود. اگر ستون GC مورد استفاده از سازنده‌ایی است که آزمون کروماتوگرام مناسبی ندارد، این ستون باید پیش از استفاده برای استخراج‌های حلالی لیچیت‌ها با استفاده از این گونه مخلوط‌های آزمون مورد ارزیابی قرار گیرد.

ت-۵ کارایی داده‌های آزماینده این استاندارد

خلاصه‌ایی از داده‌های حاصل از آزمون عملکردی^۲ درون آزمایشگاهی^۳ و بین آزمایشگاهی^۴ روش کارهای تجزیه‌ایی که در این استاندارد شرح داده شده در جداول ت-۱ و ت-۲ درج شده است. آزمایشگاه‌های دارای صلاحیتی که قصد استفاده از این استاندارد را دارند باید قادر به تولید داده‌هایی نظیر این داده‌ها باشند.

1 - Grob mixtures
2 - Performance testing
3 - Within-laboratory
4 - Inter-laboratory

جدول ت ۱- داده‌های عملکردی درون آزمایشگاهی برای استانداردهای داخلی

مساحت پیک									نمونه الف
d ₆₂ -اسکوالان	d ₁₀ -فنانترین	d ₃₄ -هگزا دکان	BHT-d ₂₁	d ₈ -فتالین	d ₅ -فنل	d ₁₀ -پارا زایلن	d ₅ -کلرو بنزن	d ₆ -بنزن	
۹۰۶۷۲	۱۴۵۸۳	۲۷۳۹	۵۶۱۵۳	۲۷۳۹	۹۸۴۴	۲۹۸۱	۸۵۲۲	۷۲۱۱	PE-TW (1)
۱۰۰۵۹۹	۱۹۳۲۸	۴۶۶۸	۵۶۴۲۳	۳۷۰۰	۱۰۶۳۵	۱۸۱۵	۱۰۶۳۳	۵۵۸۸	PE-TW-CI (1)
۹۹۳۵۴	۱۶۱۳۴	۳۱۶۰	۶۱۵۸۱	۲۷۵۳	۱۳۰۹۷	۳۶۸۵	۹۹۲۳	۵۷۵۴	GRP-TW (1)
۱۰۱۳۲۸	۲۱۱۲۱	۴۵۶۷	۵۷۳۳۵	۳۳۶۹	۱۴۹۷۳	۳۸۲۰	۱۰۴۰۱	۸۹۹۴	GRP-TW-CI (1)
۸۵۷۳۰	۱۶۰۴۸	۳۶۳۸	۴۸۱۷۱	۲۳۰۲	۷۱۵۶	۱۳۱۸	۶۳۲۷	۵۶۰۳	BIT-TW (1)
۵۴۳۴۸	۱۶۹۰۱	۴۴۶۹	۵۷۶۶۹	۴۴۰۲	۹۶۲۷	۲۹۶۹	۱۱۰۷۴	۶۹۱۶	BIT-TW-CI (1)
۱۰۲۳۶۶	۱۵۵۴۶	۴۷۲۸	۶۵۹۳۱	۴۰۲۹	۱۰۹۱۶	۲۸۸۷	۱۳۰۰۵	۱۲۱۹۰	PB-TW (1)
۷۸۰۷۰	۱۴۲۴۰	۴۵۲۳	۴۸۳۷۴	۳۷۴۴	۸۳۵۱	۲۶۷۱	۱۰۲۵۹	۹۲۱۵	PB-TW-CI (1)
۸۵۷۶۶	۱۴۲۷۶	۳۵۳۱	۸۳۷۰۷	۳۸۶۸	۷۳۳۵	۳۳۱۱	۹۳۲۹	۶۴۹۸	PE-TW (2)
۱۱۳۱۵۵	۱۷۷۲۸	۴۴۳۵	۶۲۶۵۸	۲۹۲۹	۶۱۹۷	۳۱۸۸	۹۱۸۳	۴۶۶۵	PE-TW-CI (2)
۸۷۴۳۹	۱۶۹۶۵	۵۲۱۲	۵۰۳۶۲	۲۵۳۱	۱۲۳۵۷	۲۰۸۷	۷۹۸۶	۵۷۶۶	GRP-TW (2)
۱۰۰۳۷۹	۲۰۴۸۰	۶۲۸۳	۶۲۷۹۹	۲۳۷۵	۱۳۸۰۴	۳۴۷۳	۱۱۷۶۲	۵۴۱۰	GRP-TW-CI (2)
۳۶۷۹۹	۱۳۳۶۳	۲۰۳۷	۳۹۷۶۸	۲۵۳۴	۹۶۹۱	۴۱۹۴	۶۰۰۸	۴۷۱۴	BIT-TW (2)
۵۴۲۳۹	۱۵۲۹۳	۳۴۷۹	۴۷۸۵۳	۲۶۰۹	۱۴۷۹۶	۳۳۴۵	۹۱۸۴	۵۷۰۲	BIT-TW-CI (2)
۸۸۰۹۵	۱۴۰۲۴	۴۸۷۵	۴۹۱۳۹	۲۷۶۵	۶۸۴۶	۳۱۶۳	۱۱۰۷۳	۷۲۰۷	PB-TW (2)
۸۵۸۹۳	۱۵۴۹۰	۶۰۱۳	۵۴۵۵۳	۲۱۷۵	۷۰۹۷	۲۷۰۲	۷۸۶۲	۶۴۴۴	PB-TW-CI (2)
۸۵۲۶۵	۱۶۳۴۵	۴۲۷۴	۵۴۴۶۷	۳۰۵۲	۱۰۱۷۰	۳۰۳۸	۹۵۳۳	۶۷۴۲	میانگین
۲۰۵۷۹	۲۳۱۱	۱۱۲۵	۶۸۸۲	۶۹۵	۲۹۳۴	۶۸۱	۱۸۹۰	۱۹۵۵	SD
%۲۴	%۱۴	%۲۶	%۱۳	%۲۳	%۲۹	%۲۲	%۲۰	%۲۹	% RSD

الف) نمونه‌ها بصورت زیر نامگذاری می‌شود: PE= پلی اتیلن، GRP= پلی استر تقویت شده با الیاف شیشه، BIT= پوشش داخلی بر روی چدن نشکن، PB= شاهد روش اجرایی، TW= آب مورد استفاده در آزمون، TW-CI= آب مورد استفاده در آزمون کلرینه، (۱)= بهر ۱، (۲)= بهر ۲.

ب) BHT= ۲و۶- دی ترشیاری بوتیل ۴- متیل فنل.

جدول ۲- واریانس (%RSD) آزمون‌های عملکردی بین آزمایشگاهی برای استانداردهای داخلی الف

%RSD مساحت پیک‌های استانداردهای داخلی									شماره بهر	آزمایشگاه
d ₆₂ -اسکوالان	d ₁₀ -فنانتترین	d ₃₄ -هگزا دکان	d ₂₁ -BHT	d ₈ -نفتالین	d ₅ -فنل	d ₁₀ -پارا زایلن	d ₅ -کلرو بنزن	d ₆ -بنزن		
۲۶	۱۵	۵۲	۲۳	۱۸	۲۴	۳۷	۱۵	۱۶	۱	۱
۲۱	۱۹	۲۱	۱۶	۴۲	۵۱	۲۷	۱۹	۲۵	۲	
۱۹	۱۴	۱۹	۱۱	۲۱	۲۴	۲۶	۱۹	۳۰	۱	۲
۳۰	۱۵	۳۲	۱۴	۱۹	۳۵	۱۹	۲۰	۱۵	۲	
۳۳	۱۰	۲۴	۳۶	۲۷	۳۲	۶۸	۱۵	-	۱	۳
۹۶	۳۶	۸۴	۵۳	۴۴	۶۳	۲۷	۳۵	-	۲	
۴۷	۹	۱۵	۱۴	۱۲	۱۲	۸	۱۰	-	۱/۲	۴
الف) هر آزمایشگاه لیچیت‌ها حاصل از سه نمونه دوتایی همراه با شاهد‌های روش اجرایی را آنالیز کرده است. هر بهر از هشت آنالیز تشکیل شده است. ب) آزمایشگاه ۳ از دستورالعمل‌های مربوط به شرایط آنالیز GCMS پیروی نمی‌کند.										

www.parsethylene-kish.com

ICS: 13.060.20 ; 13.060.50

صفحه : ۳۹
