



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۳۰۸۵

چاپ اول

ISIRI

13085

1st. Edition

راهنمای نمونه برداری از پسماند و خاک برای
ترکیبات آلی فرار

**Standard Guide for Sampling Waste and
Soils for Volatile Organic Compounds**

ICS:13.080.05

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 بین المللی 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
«راهنمای نمونه برداری از پسماند و خاک برای ترکیبات آلی فرار»

رئیس:

سالک زمانی ، مریم
(فوق لیسانس علوم تغذیه)

سمت و/ یا نمایندگی
اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان آذربایجان شرقی

دبیر:

سالک زمانی ، علی
(فوق لیسانس مهندسی کشاورزی)

مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع
طبیعی استان آذربایجان شرقی

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

الفت، علیرضا
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
آذربایجان شرقی

روا، افشین
(فوق لیسانس عمران آب)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
آذربایجان شرقی

بدرزاده، زهرا
(دکترای زمین شناسی)

دانشگاه پیام نور شبستر

حضرتی ، راحله
(فوق لیسانس شیمی آلی)

کارشناس استاندارد

رستمی، شهرام
(فوق لیسانس شیمی معدنی)

کارشناس استاندارد

سرایي، مهناز
(دکترای شیمی آلی)

دانشگاه پیام نور تبریز

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
مراغه

طریق نیا، عفت
(لیسانس مهندسی زراعت)

اداره کل حفاظت محیط زیست
آذربایجان شرقی

علی پور، علی
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
آذربایجان شرقی

فرشی حق رو، ساسان
(فوق لیسانس مهندسی عمران)

دانشگاه علوم پزشکی تبریز

گنجعلی زاده، سوسن
(فوق لیسانس علوم بهداشتی در تغذیه)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی ایلام

همتی، مهناز
(لیسانس مهندسی شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ه	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ خلاصه راهنما
۳	۵ انتخاب روش آماده‌سازی نمونه برای تجزیه VOC
۷	۶ ابزارها و گنجایه‌های نمونه‌برداری
۱۰	۷ جمع‌آوری نمونه
۱۵	۸ نگهداری، انتقال و حفظ نمونه
۱۶	۹ آماده‌سازی نمونه
۱۸	پیوست الف (اطلاعاتی) اطلاعات اضافی در خصوص جمع‌آوری و جابه‌جایی نمونه برای آنالیز VOC
۲۱	پیوست ب (اطلاعاتی) اطلاعاتی در خصوص حفظ نمونه‌ها برای نگهداری تحت شرایط دمایی پایین
۲۳	پیوست پ (اطلاعاتی) آزمون برای کربنات‌ها
۲۴	پیوست ت (اطلاعاتی) ارزیابی عملکرد ابزار مغزه‌گیر دستی برای نگهداری نمونه‌های خاک به منظور آنالیز VOCs

پیش گفتار

استاندارد " راهنمای نمونه‌برداری از پسماند و خاک برای ترکیبات آلی فرار " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های فنی مربوط تهیه و تدوین شده و در هفتصد و بیستمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۹/۷/۲۹ 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:

ASTM D 4547:2006, Standard Guide for Sampling Waste and Soils for Volatile Organic Compounds

راهنمای نمونه‌برداری از پسماند^۱ و خاک برای ترکیبات آلی فرار

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد ارائه راهنمایی‌هایی برای جمع‌آوری، جابه‌جایی^۲، و تهیه نمونه‌های مربوط به پسماند جامد، خاک، و رسوب برای اندازه‌گیری ترکیبات آلی فرار^۳ (VOCs) در آنهاست. این گروه از ترکیبات شامل آروماتیک‌ها با وزن مولکولی کم، هیدروکربن‌ها، هیدروکربن‌های هالوژنه، کتون‌ها، استات‌ها، نیتریل‌ها، آکریلات‌ها، اترها، و سولفیدهایی است که نقطه جوش آنها پایین‌تر از 200°C است و کم محلول یا نامحلول در آب هستند.

۱-۲ روش‌های جمع‌آوری، جابه‌جایی، نگهداری و نیز آماده‌سازی نمونه‌ها برای آنالیز در این استاندارد آمده است.

۱-۳ جزئیات طرح نمونه‌برداری، آماده‌سازی گنجایش‌ها^۴ در آزمایشگاه، و تجزیه نمونه‌ها در دامنه کاربرد این استاندارد قرار ندارد.

یادآوری - بهتر است این استاندارد همراه با استاندارد ASTM D 4687 مورد استفاده قرار گیرد.

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 مورد نظراین 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 این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۰۴۲، خاک - جمع‌آوری و حمل خاک‌های به دست آمده از دستگاه‌های نمونه‌برداری با لوله مغزگیر برای تحقیقات محیطی - آئین کار

2-2 ASTM D 3550, Specification for Polyethylene Plastic Pipe and Fittings Materials

2-3 ASTM D 4687, Guide for General Planning of Waste Sampling

2-4 ASTM D 4700, Guide for Soil Sampling from the Vadose Zone

2-5 ASTM D 5058, Test Methods for Compatibility of Screening Analysis of Waste

2-6 ASTM D 5792, Practice for Generation of Environmental Data Related to Waste Management Activities : Development of Data Quality Objectives

1-Waste

2-Handling

3-Volatile organic compounds

4-Container

2-7 ASTM D 6051, Guide for Composite Sampling and Field Subsampling for Environmental Waste Management Activities

2-8 ASTM D 6418, Practice for Using the Disposable En Core Sampler for Sampling and Storing and Storing Soil for Volatile Organic Analysis

2-9 ASTM E 856, Definitions of Terms and Abbreviations Relating to Physical and Chemical Characteristics of Refuse – Derived Fuel

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

نمونه^۱

قسمتی از مواد برداشته شده از یک مجموعه واحد بزرگ‌تر، به منظور تعیین خواص یا ساختار آن مجموعه واحد است.

۲-۳

نمونه فرعی^۲

قسمتی از یک نمونه (۳-۱) که به منظور تعیین خواص یا ساختار کل نمونه برداشته می‌شود.

۴ خلاصه راهنما

۱-۴ در این استاندارد استفاده از ابزارهایی برای جمع‌آوری و انتقال نمونه، شرایط نگهداری نمونه، حفظ^۳ نمونه و دو وسیله معمول برای آماده‌سازی نمونه جهت انجام آنالیز، شرح داده شده است.

۲-۴ روش‌های جمع‌آوری و جابه‌جایی نمونه برای به حداقل رسانیدن هدررفت VOCs در این استاندارد ارائه شده است. فرآریت و تجزیه زیستی دو مکانیسم اصلی در هدررفت VOCs حین جمع‌آوری، جابه‌جایی و نگهداری نمونه‌ها می‌باشند.

حساسیت VOCs مختلف به این مکانیسم‌ها بستگی به ترکیب و ماتریکس این مواد دارد. به طور کلی، ترکیباتی با فشاربخار^۴ بالاتر حساسیت بیشتری برای فرآریت دارند تا ترکیباتی با فشار بخار پایین‌تر. هم‌چنین، ترکیبات تجزیه‌پذیر به طور هوازی^۵، عموماً در برابر تجزیه زیستی حساسیت بیشتری دارند تا ترکیبات تجزیه‌پذیر به صورت غیرهوازی^۶. در بعضی موارد، ممکن است ترکیبات دیگری که به طور طبیعی در مواد وجود ندارند، تشکیل شود. هدررفت یا افزایش VOCs منجر به حصول نتایج تجزیه‌ای می‌شود که نمی‌تواند نمایاگر و معرف شرایط میدانی (محل^۷) باشد.

1-Sample

2-Subsample

3-Preservation

4-Vapor pressure

5-Aerobically degradable compounds

6-Anaerobically

7-Field

- ۴-۳ توجه خاصی برای هر مرحله از جمع‌آوری نمونه تا آنالیز آن با هدف کاهش میزان هدررفت VOCs بر اثر فراریت و تجزیه زیستی^۱ معطوف شده است.
- ۴-۴ نمونه جمع‌آوری شده و تجزیه شده باید نماینده ماتریکس^۲ مواد نمونه‌برداری شده باشد.
- ۴-۵ استخراج با متانول و تفکیک جزء به جزء بخار^۳ (پاکسازی - و - تله^۴ و فضای فوقانی^۵) دو روش آماده‌سازی نمونه‌ها برای انجام آنالیز است.
- ۴-۶ روش آماده‌سازی نمونه برای تجزیه VOC باید با اهداف کیفی همخوان باشد (به استاندارد ASTM D5792 مراجعه کنید).

۵ انتخاب روش آماده‌سازی نمونه برای تجزیه VOC

۵-۱ مقدمه

۵-۱-۱ روش‌های جمع‌آوری، جابه‌جایی و حفظ نمونه‌ها باید با روش آماده‌سازی نمونه‌ها برای آنالیز همخوانی داشته باشد، و همچنین اهداف کیفی مرتبط (داده‌های پروژه) را برآورده سازد (به استاندارد ASTM D 5792 مراجعه شود). آماده‌سازی نمونه برای آنالیز دستگاهی^۶ می‌تواند در محل یا آزمایشگاه آغاز شود. در هر دو حالت، پیش از آنالیز، بهتر است نمونه در ویال یا بطری آنالیز مواد آلی فرار توزین شده^۷ قرار داده شود.

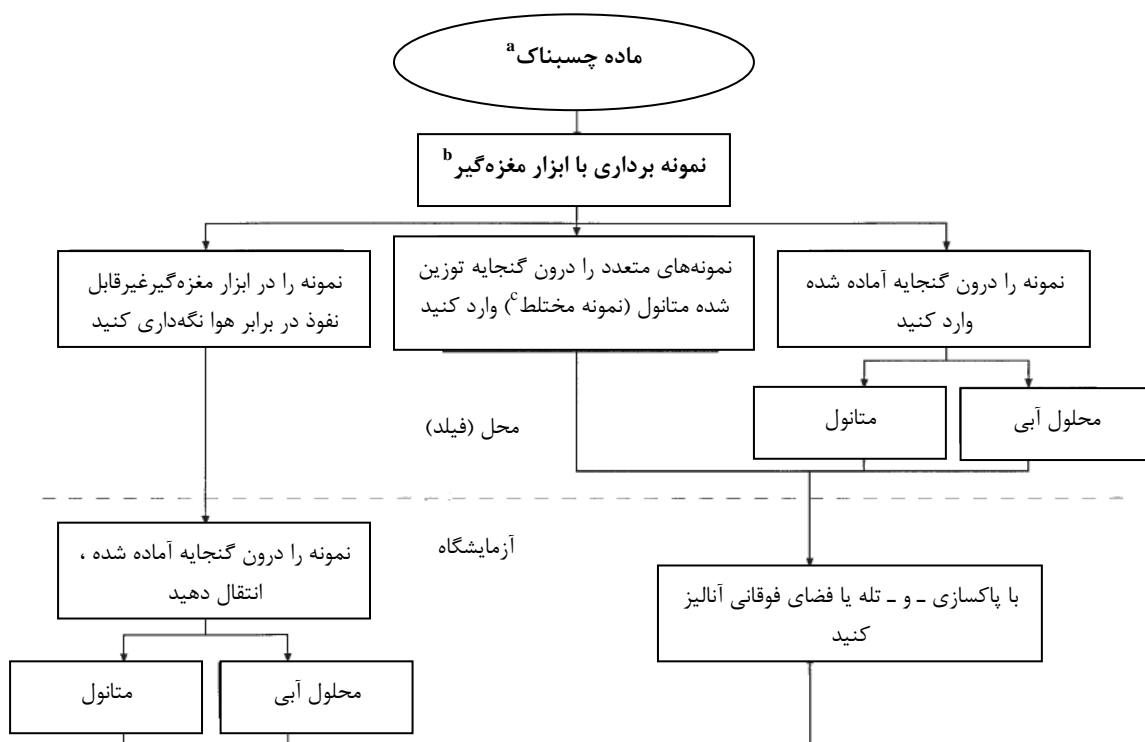
یادآوری - ویژگی‌های ویال یا بطری باید مطابق بند ۶ - ۳ باشد.

هنگام کار با پسماند جامد با ویژگی‌های نامشخص، توصیه می‌شود که آزمون‌های سازگاری^۸ (به استاندارد ASTM D 5058 مراجعه شود) بین ماده نمونه و محلولی (به بندهای ۵ - ۲ و ۵ - ۳ مراجعه کنید) که برای آماده شدن جهت آنالیز به آن منتقل خواهد شد، انجام شود.

یادآوری ۱ - هنگام جمع‌آوری خاک‌های شدیداً آلوده، یا پسماندی با ترکیبات ناشناخته، قویا توصیه می‌شود که آزمون‌های مقدماتی جهت تشخیص مناسب ترکیب پسماند انجام شود، به گونه‌ای که کاربر هنگام استفاده از روش‌های توصیه شده در این استاندارد، با واکنش شیمیایی خطرناک مواجه نشود.

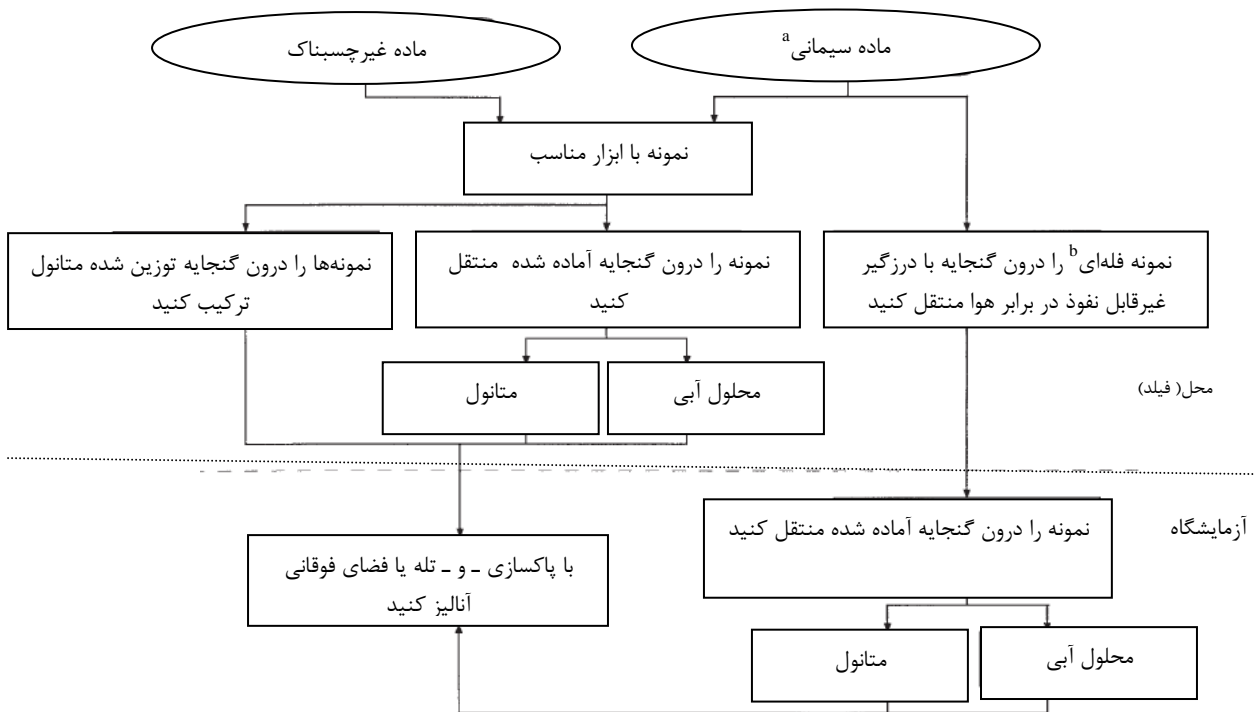
۵-۱-۲ در نمودارهای جریان^۹ در شکل‌های ۱ و ۲، برخی انتخاب‌های متفاوت برای تلفیق روش‌های جمع‌آوری، جابه‌جایی و حفظ نمونه‌ها به منظور آنالیز دستگاهی ارائه شده است.

-
- 1-Biodegradation
 - 2-Matrix
 - 3-Vapor partitioning
 - 4-Purge – and – trap
 - 5-Headspace
 - 6-Instrumental analysis
 - 7-Tared volatile organic analysis vial or bottle
 - 8-Compatibility tests
 - 9-Flow diagrams



- ^a Cohesive
^b Coring device
^c Composite samples

شکل ۱ - گزینه‌های جابه‌جایی نمونه برای مواد چسبناک



^a Cementitious material

^b Bulk sample

شکل ۲ - گزینه‌های جابه‌جایی نمونه برای مواد غیرچسبناک و سیمانی

۲-۵ استخراج با متانول

در این روش، استخراج VOCs از نمونه، با کمک متانول انجام می‌شود و به دنبال آن حجم معینی از نمونه استخراج شده به آب منتقل می‌شود تا از روش پاکسازی - و - تله یا آنالیز فضای فوقانی استفاده شود.

مزایای استخراج با متانول به شرح زیر است:

الف - برای نماینده و معرف بودن نمونه‌ها، امکان برداشت نمونه‌های بزرگ‌تر یا نمونه‌های مختلط وجود دارد (به استاندارد ASTM D 6051 مراجعه کنید).

ب - از تجزیه زیستی جلوگیری به عمل می‌آید.

پ - در این روش به دلیل تمایل زیاد متانول با ترکیبات VOCs و خواص خیس‌کنندگی^۱ مطلوب، امکان استخراج مناسب ترکیبات مذکور از مواد ماتریکس وجود دارد.

ت - یک نمونه فرعی (۲ - ۳) چند بار قابل آنالیز است.

ث - در صورتی که از عدم هدررفت VOCs اطمینان حاصل شود، برخی از نمونه‌های استخراج شده را می‌توان برای مطالعات بعدی نگهداری کرد (به بند ۹ - ۱ - ۱ مراجعه کنید).

1-Wetting properties

۵-۲-۳ معایب عمده روش استخراج با متانول عبارتند از :

الف - ممکن است بسته به میزان متانول موجود در نمونه‌ها، به ناچار هنگام حمل، آن‌ها را به عنوان مایعاتی اشتعال‌پذیر تلقی کرد.

ب - خطرات ناشی از سمیت و اشتعال‌پذیری متانول متوجه کارکنان خواهد بود.

پ - حدود تشخیص به دلیل رقیق شدن گونه مورد آزمون^۱ افزایش می‌یابد.

ت - امکان مزاحمت پیک متانول با VOCs مورد نظر وجود دارد.

ث - اثر نامطلوب متانول بر روی کارایی دستگاه کروماتوگرافی گازی و سیستم‌های آشکارساز محتمل است.

ج - دفع نمونه‌های استخراج شده با متانول باید طبق مقررات مربوط به دفع پسماندها انجام شود.

۵-۲-۴ مشکلات پشتیبانی اجرای این اقدامات در محل، با استخراج نمونه‌ها با متانول، زمان

دریافت نمونه‌ها در آزمایشگاه، مشروط بر اینکه نمونه‌ها در گنجایش‌های کاملاً در بسته و غیر قابل نفوذ در

برابر هوا حمل شده باشند (به بندهای ۶ - ۳ - ۲ و ۸ - ۱ و ۸ - ۲ مراجعه کنید)، قابل حل خواهد بود.

علاوه بر این، اگر میزان VOC نامعلوم باشد، می‌توان نمونه همسان^۲ را تهیه کرد و مورد بررسی قرار داد تا

معلوم شود که آیا استخراج با متانول برای غلظت‌های پیش‌بینی شده آلاینده‌ها مناسب است یا نه.

۵-۳ تفکیک جزء به جزء بخار

۵-۳-۱ تفکیک جزء به جزء بخار در برگیرنده آنالیز مستقیم نمونه با روش پاکسازی - و - تله یا

فضای فوقانی است. در هر دو مورد نمونه درون ویال آنالیز مواد فرار توزین شده و حاوی آب یا محلول

نگه‌دارنده^۳ (برای مثال آب اسیدی شده) قرار داده می‌شود که از آن بخار بدون باز کردن در گنجایش حذف

می‌شود.

۵-۳-۲ مزایای اصلی روش تفکیک جزء به جزء بخار عبارتند از :

الف - در این روش به دلیل اینکه رقیق شدن صورت نمی‌گیرد، حدود تشخیص نسبت به روش استخراج با متانول پائین‌تر است.

ب - هیچ مزاحمتی از ناحیه حلال‌های آلی وجود ندارد.

پ - نیاز به رعایت مقررات خاص مرتبط با حمل، از بین بردن و جابه‌جایی حلال‌های آلی وجود ندارد.

۵-۳-۳ معایب روش تفکیک جزء به جزء بخار به شرح زیر است :

الف - ویال VOA یا آداپتر^۴ مورد استفاده همراه با ویال، یا هردو، اغلب اختصاصی دستگاه هستند.

یادآوری - ویال‌ها برای ابزارهای پاکسازی - و - تله خودکار و فضای فوقانی در اندازه‌های مختلفی یافت می‌شوند.

ب - اندازه نمونه در سیستم‌های خودکار محدود می‌شود (کمتر از ۱۰ g).

پ - استفاده از روش حفظ متناسب با ماتریکس ممکن است ضرورت داشته باشد (به پیوست اطلاعاتی ب مراجعه کنید).

1-Analyte

2-Replicate sample

3-Preservative solution

4-Adapter

ت - تفکیک جزء به جزء بخار در مقایسه با روش استخراج با متانول، کارایی کمتری از نظر بازیابی VOCs از برخی مواد دارد.

ث - هنگام استفاده از پاکسازی - و - تله، فقط یک آنالیز واحد می‌توان از همان نمونه انجام داد؛ همین طور فقط یک آنالیز واحد با آنالیز فضای فوقانی امکان پذیر است مگر اینکه غلظت‌ها امکان استفاده از حجم کوچکی از تزریق را میسر سازد.

۴-۳-۵ محدودیت‌های تحمیل شده در روش‌های تفکیک فاز بخار با توجه به تعداد آنالیزهایی که می‌تواند روی نمونه واحد انجام شود، با برداشتن نمونه‌های تکراری رفع می‌شود.

۵-۳-۵ هنگام استفاده از روش‌های تفکیک فاز بخار، می‌توان با آماده‌سازی نمونه در آزمایشگاه و نیز انتقال نمونه به آزمایشگاه در گنجایه‌های غیرقابل نفوذ نسبت به هوا (به بند ۶ - ۲ - ۱ مراجعه کنید) مشکلات پشتیبانی برای آماده‌سازی نمونه در محل را از میان برد (به بند ۶ - ۳ - ۳ مراجعه کنید). اگر میزان VOC نامعلوم باشد، می‌توان یک نمونه همسان تهیه کرد و مناسب بودن روش تفکیک جزء به جزء بخار برای آماده‌سازی نمونه را مورد بررسی قرار داد.

۶ ابزارها و گنجایه‌های نمونه‌برداری

۱-۶ همه ابزارها و ظروف جابه‌جایی نمونه مورد استفاده برای جمع‌آوری و نگهداری نمونه‌ها برای آنالیز بهتر است از مواد غیرواکنش‌پذیر که سبب جذب، فروشویی^۱ یا انتشار ترکیبات مورد نظر نشود، درست شده باشد. موادی که می‌توانند این معیارها را برآورده سازند، عبارتند از: شیشه، فولاد زنگ‌نزن، فولاد و برنج. موادی مانند پلی‌تترافلورواتیلن^۲ (PTFE) و بسیاری از پلاستیک‌های سخت نیز ممکن است به کار رود، با وجود این، باید دانست که این مواد ممکن است تا حدودی دارای خواص جاذب باشند یا انتشار آهسته برخی از VOCs را سبب شوند. از مواد با واکنش‌پذیری محدود موقعی می‌توان استفاده کرد که مدت زمان تماس نمونه با آن‌ها خیلی کوتاه باشد یا زمانی که لازم است برای درزبندی‌های غیرقابل نفوذ در برابر هوا از آن‌ها استفاده شود. ابزارهای جمع‌آوری نمونه و نیز گنجایه‌های نگهداری نمونه که از موادی به جز آن چه ذکر شده، ساخته شده باشند، تنها زمانی قابلیت استفاده دارند که مناسب بودن آن‌ها اثبات شده باشد (به بند ۶ - ۲ - ۱ مراجعه کنید). تمیز کردن ابزار جمع‌آوری نمونه و نیز گنجایه‌های نگهداری آن‌ها باید به گونه‌ای سازگار با استفاده مورد نظر از آن‌ها انجام شود.

۶-۲ ابزارها

نمونه‌برداری‌ها، به ویژه نمونه‌برداری‌ها از مواد فله‌ای که در نواحی زیرسطحی^۳ قرار دارند، اغلب در چندین مرحله انجام می‌شود. بیشتر تجهیزات^۴ که برای تهیه نمونه‌ها از نواحی زیر سطحی زمین استفاده می‌شوند، برای صنعت ژئوتکنیک^۴ تهیه شده‌اند. این سیستم‌های بازیابی^۵ نمونه‌های فله‌ای زیر سطحی برای دستیابی

1-Leach

2-Polytetrafluorethylene

3-Subsurface

4-Geotechnical

5-Retrieval systems

به مغزه‌های استوانه‌ای دست‌نخورده مواد^۱، با قطر ۲/۵۴cm تا ۱۰/۱۶ cm و طول ۳۰/۴۸ cm (و بیش‌تر) طراحی شده‌اند. دو وسیله جمع‌آوری که معمولاً برای جمع‌آوری نمونه زیر سطحی مورد استفاده قرار می‌گیرد، عبارت است از :

الف - مغزه‌گیر قاشقی دو تکه^۲ که باز می‌شود تا به طور کامل با مواد گرفته شده در نمونه‌برداری فرعی تماس یابد و

ب - مغزه‌گیر لوله‌ای^۳ (مغزه‌گیر با لوله استوانه‌ای) که نمونه‌های فرعی را از انتهای باز برمی‌دارد. مغزه‌گیر لوله‌ای در مغزه‌گیر قاشقی به راحتی قرار می‌گیرد و تنوع زیادی از نظر ابعاد و مواد (فولاد زنگ‌نزن، برنج، PTFE، پلاستیک‌های سخت و غیره) دارد. بسته به طرح نمونه‌برداری چندین لوله^۴، یا یک لوله بلند واحد درون لوله نمونه‌برداری قرار داده می‌شوند.

یادآوری - اطلاعات اضافی در خصوص کاربرد و طراحی انواع مختلفی از سیستم‌های جمع‌آوری زیر سطحی در استاندارد ASTM D 4700 شرح داده شده است.

نمونه‌برداری از مواد زیر سطحی برای تعیین ویژگی‌های VOCs باید تا حد ممکن سریع صورت گیرد (لوله‌های نمونه‌برداری پر شوند و به سطح آورده شوند) و تا تقسیم شدن به نمونه‌های فرعی به طور سالم و دست‌نخورده حفظ شوند. تقسیم نمونه حجیم به نمونه‌های فرعی ظرف چند دقیقه از آورده شدنشان به سطح صورت می‌پذیرد (برای راهنمایی‌های اضافی به بندهای ۷-۱ تا ۷-۳ مراجعه کنید).

یادآوری مهم - مغزه‌گیرهای لوله‌ای برای نگهداری نمونه‌های مورد نظر برای آنالیز VOC توصیه نمی‌شوند چون دارای درزبندی محکم و غیر قابل نفوذی در برابر هوا نیستند (به پیوست الف مراجعه کنید).

۶-۲-۱ برای اخذ نمونه‌ها با اندازه مناسب (برای مثال ابزارهای مغزگیر با قابلیت جمع‌آوری نمونه‌های با حجم ۳ cm^۳ تا ۱۵ cm^۳، به ترتیب برای جمع‌آوری نمونه‌های ۵ g و ۲۵ g) برای آنالیز، ابزارهای دستی کوچک‌تری علاوه بر ابزارهای مغزه‌گیری که مقادیر فله‌ای از مواد را بازیابی می‌کنند، وجود دارد (به شکل ۳ مراجعه کنید). چنانچه قرار است از ابزارهای مغزه‌گیر کوچک‌تر برای نگهداری نمونه (به بند ۸-۱-۱ مراجعه کنید) استفاده شود، لازم است که از مواد غیر فعال ساخته شده باشند و درزبندی‌های محکمی داشته باشند و میزان جذب و نفوذ VOCs در آنها محدود باشد. ابزارهای مغزه‌گیر دستی مورد استفاده برای نگهداری نمونه‌ها بهتر است با استفاده از روش شرح داده شده در پیوست ت ارزیابی شوند تا اطمینان حاصل شود که معیارهای لازم با استفاده از این ابزارها تامین خواهد شد. الزامات برای نوع جنس و ابزارها، زمانی که از آنها صرفاً برای انتقال سریع نمونه به ویال VOC استفاده می‌شود، چندان سخت‌گیرانه نیست.

۶-۳ گنجایه‌ها

ویال‌ها و بطری‌های VOA مورد استفاده برای نگهداری و آماده‌سازی نمونه‌ها برای آنالیز باید از شیشه درست شده باشند و درزبندی‌های محکمی داشته باشند. برای این که درزبندی گنجایه‌ها محکم باشد، باید بالشتک

1-Intact cylindrical cores of material
2-Split – spoon corer
3-Core barrel liners
4-Liner

سپتم ضخیمی^۵ بین مواد درزبندی (PTFE) و کلاهک گنجایه (درپوش‌های پیچی از پلاستیک سخت یا انتهای موجدار آلومینیومی) قرار داشته باشد. کلاهک‌های PTFE دار بستر سپتم انعطاف‌پذیری ندارند و اغلب درزبندی غیر قابل نفوذی را در برابر هوا و مایعات، ایجاد نخواهند کرد. ضخامت PTFE مورد استفاده برای سپتم آستردار، باید دست‌کم ۰/۲۵۴ mm باشد.

۱-۳-۶ آماده‌سازی ویال یا بطری VOA

وزن ویال یا بطری VOA را همراه با کلاهک آن پیش از نمونه‌برداری، یادداشت کنید. علاوه بر این، بسته به روش آماده‌سازی و آنالیز نمونه، ویال یا بطری ممکن است حاوی حلال یا آب بدون VOC باشد و یا در صورت نیاز ممکن است حاوی میله هم‌زن PTFE یا شیشه هنگام جمع‌آوری نمونه باشد (به بند ۸ مراجعه کنید).

۲-۳-۶ آماده‌سازی گنجایه‌ها برای استخراج متانول

آماده‌سازی گنجایه‌ها هم برای آماده‌سازی نمونه در محل و هم در آزمایشگاه کاربرد دارد. حجم مناسبی از متانول از نوع تجزیه‌ای (HPLC، اسپکتروگرافی، پاکسازی - و - تله) توسط آزمایشگاه تامین کننده گنجایه، یا توسط نمونه‌بردار یا شخص ثالث به گنجایه بدون مواد آلی اضافه می‌شود. طرف اضافه کننده متانول به گنجایه باید مسئولیت تهیه شاهدهای تریپ^۱ را نیز بر عهده گیرد (به استاندارد ASTM D 4687 مراجعه کنید). اگر متانول در گنجایه نمونه در محل موجود باشد، این گنجایه فقط باید زمانی باز شود که قرار است نمونه به آن اضافه شود. وزن گنجایه همراه با متانول باید پیش از افزوده شدن نمونه به گنجایه یادداشت شود.

جرمی از نمونه برحسب گرم که حجم آن با حجم متانول (mL) همخوانی داشته باشد یا کمتر باشد، بهتر است از پیش تعیین و سپس اضافه شود. نسبت بین دو جزء (معمولاً ۱ به ۱ تا ۱۰ به ۱، متانول به مواد) باید به گونه‌ای باشد که پس از مخلوط شدن کامل، تشکیل لایه شفاف از متانول را بر روی نمونه میسر سازد. تفاوت جرم گنجایه همراه کلاهک، پیش و پس از افزوده شدن نمونه، برای تعیین جرم نمونه مرطوب به کار می‌رود. به دلیل وجود رطوبت در بیشتر نمونه‌ها، برای محاسبه بازیابی غلظت گونه‌های مورد آزمون در نمونه، باید این مقدار رطوبت به عنوان منبع رقیق‌سازی محلول نیز مد نظر قرار گیرد.

۳-۳-۶ آماده‌سازی گنجایه‌ها برای تفکیک جزء به جزء بخار

آماده‌سازی گنجایه‌ها هم برای آماده‌سازی نمونه در محل و هم در آزمایشگاه کاربرد دارد. در این روش، آنالیز مستقیم نمونه با روش‌های پاکسازی - و - تله یا فضای فوقانی ممکن می‌شود. در هر دو مورد، نمونه به ویال VOA منتقل می‌شود که از آن بخار (فقط بخشی از آن برای آنالیز فضای فوقانی) بدون این که در گنجایه باز شود، برای آنالیز برداشته می‌شود. علاوه بر این، باید پیش از افزوده شدن نمونه حاوی آب عاری از VOCs و نیز، در صورت نیاز، هم‌زن PTFE یا شیشه‌ای باید موجود باشند. در این تجهیزات خودکار برای پاکسازی - و - تله و سیستم‌های فضای فوقانی به ترتیب از ویال‌های VOA ۴۴ mL (یا ۴۰ mL) و ۲۲ mL استفاده می‌شود. حجم آب مورد استفاده برای این دو سیستم متفاوت نوعاً ۱۰ mL یا کمتر است. علاوه بر

5-Thick septum cushion

1-Trip blanks

این جرم گنجایه باید پیش از افزوده شدن نمونه توزین و یادداشت شود. تفاوت در جرم گنجایه ، پیش از افزوده شدن نمونه و پس از آن، برای تعیین جرم نمونه مرطوب استفاده می‌شود.

۶-۳-۴ آماده‌سازی نمونه‌های حمل شده و نگهداری شده در ویال‌ها یا بطری‌های VOA بدون حلال

هنگامی که نمونه‌ها در ویال یا بطری VOA نگهداری می‌شوند، می‌توان متانول را از طریق سوراخ کردن سپتم به گنجایه اضافه کرد. در مواردی که ۵ g نمونه در ویال VOA ۴۰ mL قرار دارد، می‌توان بدون افزایش فشار ۵/۰ mL متانول به آن افزود. وقتی که از نمونه‌های بیشتر و بطری‌های بزرگ‌تر، یا هر دو، استفاده می‌شود، آزمون‌های تجربی باید برای تعیین حجم مورد نیاز از محلول انجام شود. در صورت انجام دستی، سوزن ۲۳ مدرج^۱ یا کوچک‌تر باید برای افزودن متانول مورد استفاده قرار گیرد. پس از افزودن متانول، نمونه خاک باید پخش شود. اگر نمونه بیش‌تر از مدت زمان مجاز (نوعاً ۲۴ ساعت یا کم‌تر) به وسیله آزمایشگاه برای استخراج و آنالیز نگهداری می‌شود، توصیه می‌شود که سپتم دست نخورده روی ظرف نمونه قرار داده شود یا این که حجم معینی از متانول به ظرف مناسبی برای نگهداری انتقال یابد. اگر سپتم تعویض می‌شود، باید با نوع دست نخورده آن تعویض شود و این کار از طریق تعویض کلاهک ویال یا بطری با کلاهک دارای سپتم دست نخورده انجام گیرد. وقتی که در روش استخراج آزمایشگاه از درجه حرارت‌های بالا، یا از صوت، یا هر دو، استفاده می‌شود توصیه می‌شود که سپتم مستعمل پیش از این کار تعویض شود. برای کاهش هدررفت VOCs هنگام تعویض کلاهک یا انتقال حجم معینی از متانول، گنجایه باید تا $^{\circ}C (2 \pm 4)$ خنک شود و این عملیات باید در اولین فرصت ممکن انجام شود. خنک کردن نمونه، فشار بخار گونه مورد آزمون مربوط را کم می‌کند و سبب کاهش فشار در اثر افزایش متانول، می‌شود. با وجود متانول در ظرف جمع‌آوری نمونه پیش از افزوده شدن نمونه، احتیاط‌های بیش‌تر مربوط به سپتم مستعمل لازم نخواهد شد. علاوه بر این، این حالت باعث کاهش احتمال هدررفت VOCs طی مرحله انتقال خواهد شد (که شامل بیرون زدگی قسمتی از خاک از ابزار نمونه‌برداری به داخل ظرف خالی است).

۷ جمع‌آوری نمونه

۷-۱ کلیات

با استفاده از ابزار مغزه‌گیر با اندازه مناسب، نمونه‌ها را از سطوح تازه خاک یا پسماند با کمترین به هم‌خوردگی^۲ جمع‌آوری کنید. خاک یا پسماند مورد نمونه‌برداری، ممکن است سطح ناهموار دست نخورده^۳ یا محتویات به هم نخورده به دست آمده از نمونه‌بردار لوله‌ای شکاف‌دار^۴ یا نمونه‌بردار مغزه‌گیر لوله‌ای باشد. پیش از نمونه‌برداری چند سانتی‌متر از مواد را بردارید تا سطح تازه مورد استفاده قرار گیرد. نمونه را با فشردن انتهای ابزار مغزه‌گیر درون سطح ناهموار یا از انتها یا طرف بزرگ‌تر نمونه مغزی بزرگ‌تر بردارید. ابزار مغزه‌گیر را خارج کنید. قطر بهینه ابزار مغزه‌گیر به موارد زیر بستگی دارد :

الف - اندازه منفذ ویال یا بطری جمع‌آوری (ابزار باید با دهانه جور باشد) ،

1-23 – gage needle

2-Disturbance

3-Intact pit face

4-Split – barrel sampler

ب - اندازه ذرات مواد جامد (برای مثال، ذرات بزرگتر نیاز به نمونه‌بردارهای بزرگتر دارند)،

پ - حجم نمونه مورد نیاز برای آنالیز.

مثال - هنگامی که ۵ g نمونه خاک لازم است، فقط حجم 3 cm^3 لازم است جمع‌آوری شود (با فرض این که چگالی خاک 1.7 g/cm^3 باشد).

اگر ناهمگونی^۱ ماده زیاد باشد، استفاده از نمونه‌های بزرگتر یا نمونه‌های مختلط ارجحیت دارد.

۷-۱-۱ نمونه‌برداری از مواد چسبناک غیر سیمانی با استفاده از ابزار طراحی شده برای به دست

آوردن نمونه مناسب برای آنالیز

نمونه با اندازه مناسب را برای آنالیز با استفاده از ابزار مغزه‌گیر فلزی یا پلاستیک سخت (به شکل‌های ۳ و ۴ مراجعه کنید) جمع‌آوری کنید. برای مثال، ابزارهای مغزه‌گیر برای انتقال نمونه، می‌تواند از سرنگ‌های پلاستیکی یک‌بار مصرف با بریدن انتهای دوزنقه‌ای جلویی و برداشتن کلاهک پلاستیکی از پیستون تهیه شود (به یادآوری مراجعه کنید). این ابزارهای مغزه‌گیر کوچک‌تر، به حفظ ساختار نمونه در طی جمع‌آوری و انتقال به ویال VOA یا بطری بزرگ‌تر کمک می‌کنند. هنگام فرو کردن ابزار مغزه‌گیر تمیز درون سطح تازه برای جمع‌آوری نمونه، هوا نباید پشت نمونه محبوس شود. در صورت حبس هوا، ممکن است که هوا از نمونه عبور کند و سبب هدررفت VOCs شود یا منجر به خروج نمونه از ابزار مغزه‌گیر در اثر فشار هوا شود. برای سهولت بیشتر برای وارد کردن ابزارهای مغزه‌گیر درون ماتریکس جامد، لبه جلویی آن‌ها تیز می‌شود.

یادآوری مهم - این نوع ابزار مغزه‌گیر برای نگهداری نمونه مناسب نیست.

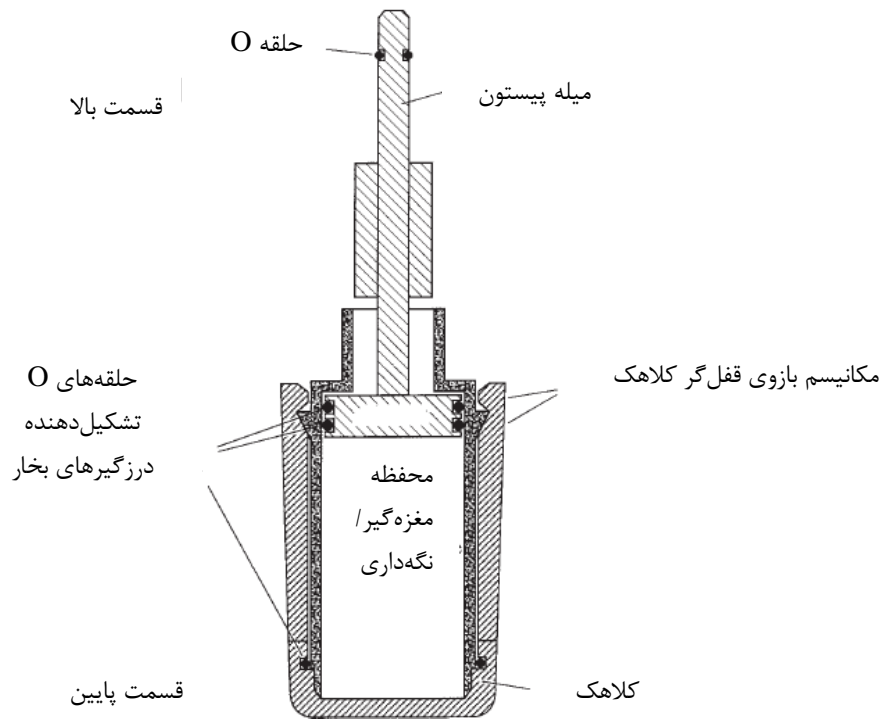
۷-۱-۲ یک نمونه به هم نخورده را با فشار دادن لوله^۲ ابزار مغزه‌گیر درون سطح تازه برداشته و مغزه‌گیر را پس از پر شدن خارج کنید. قسمت بیرونی لوله را با کمک حوله یک‌بار مصرف تمیز کنید. اگر ابزار مغزه‌گیر از نوع ابزارهای نمونه‌برداری مغزه‌گیر En^۳ باشد، و به عنوان گنجایه نگهداری استفاده شود، انتهای باز را پس از حصول اطمینان از تمیز شدن سطوح درزبندی با کلاهک ببندید (به بند ۸-۱-۱ مراجعه کنید). چنانچه ابزار صرفاً برای برداشتن نمونه کاربرد داشته باشد و نه نگهداری آن، بلافاصله نمونه را از طریق فشردن آرام پیستون وارد ویال یا بطری VOA کنید. حین انتقال نمونه به گنجایه، مراقبت‌های لازم را به منظور جلوگیری از تماس نمونه با سطوح درزبندی که می‌تواند این سطوح را بگیرد و مانع از درزبندی کامل شود، به عمل آورید. حجم نمونه جمع‌آوری شده نباید سبب ایجاد فشاری مضاعف بر ابزار مغزه‌گیر حین ورود به درون مواد شود، یا به قدری بزرگ باشد که نمونه به سهولت پس از بیرون آوردن، جدا شود. برداشتن و انتقال نمونه باید به سرعت انجام شود (کمتر از ۱۰ ثانیه) تا هدررفت ناشی از فراریت را کاهش دهد. اگر ویال یا بطری حاوی متانول یا مایع دیگری باشد، باید هنگام وارد نمودن نمونه به گنجایه از زاویه‌ای نگهداری شود که پاشش کاهش یابد. درست پیش از گذاشتن کلاهک، با چشم

1- Heterogeneity

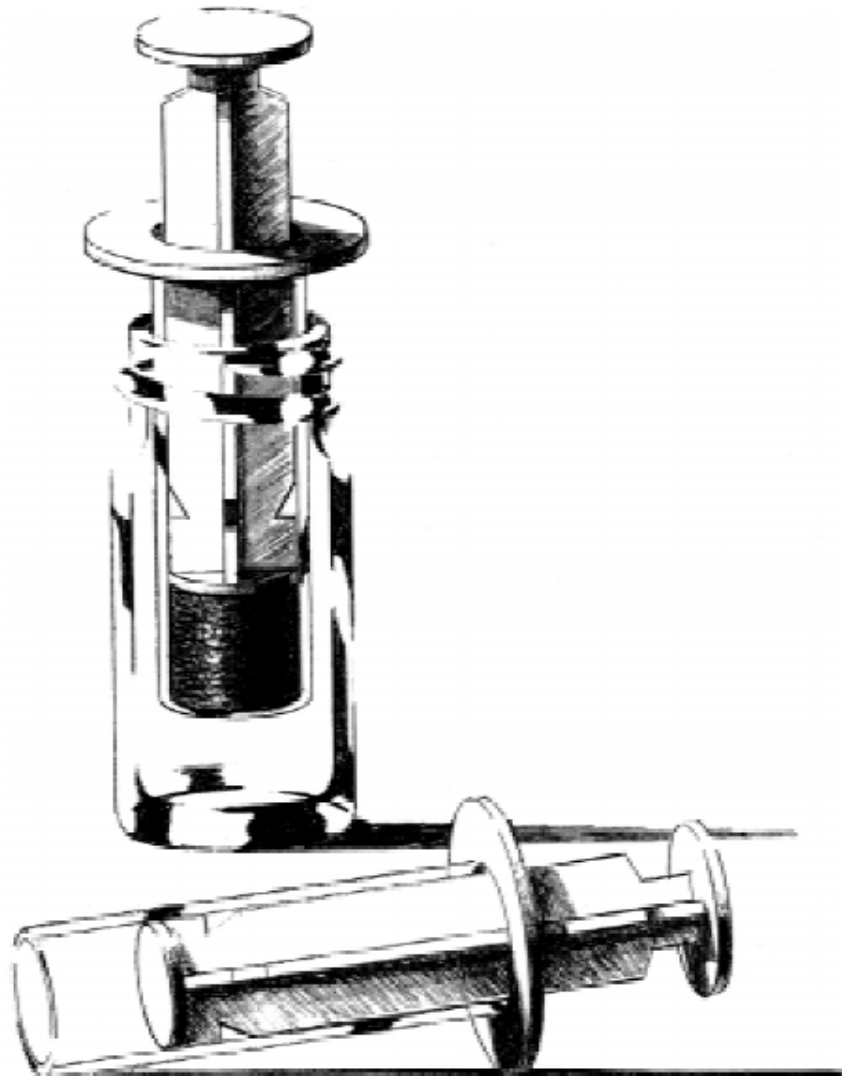
2-Barrel

3-En Core sampler

لبه و شیارهای^۱ ظرف نمونه را بررسی کنید. در صورت وجود ذرات خارجی، نسبت به حذف آنها با حوله‌ای تمیز اقدام کنید تا درزبندی به طور کامل انجام شود.



شکل ۳ - اجزای ابزار نمونه‌بردار مغزه‌گیر En



شکل ۴ - ابزار مغزه‌گیر تهیه شده از سرنگ پلاستیکی

۲-۷ ابزارهای مورد استفاده برای نمونه برداری مواد سیمانی

نمونه‌های مربوط به مواد سخت یا سیمانی را می‌توان با تقسیم بخش بزرگ‌تری از مواد با استفاده از قلم^۱ تمیز انجام داد تا کلوخه‌هایی^۲ با اندازه متناسب برای قرار دادن در ویال یا بطری VOA از پیش توزین شده حاصل شود. هنگام انتقال کلوخه‌ها باید دقت کرد تا سطوح درزبندی و شیارهای گنجایه با کلوخه‌ها آلوده نشود. هدررفت VOCs در این روش به مکان آلاینده نسبت به سطح ماده نمونه برداری شده، بستگی دارد. از این رو، در تفسیر نتایج حاصل از این مواد باید دقت لازم مبذول داشت. اگر امکان این عمل در محل میسر نباشد، می‌توان نمونه‌ای بزرگ‌تر را در گنجایه مقاوم در برابر بخار برداشت و برای عملیات بعدی به آزمایشگاه انتقال داد (به بندهای ۸-۱ و ۸-۲ مراجعه کنید). جمع‌آوری، تقسیم نمونه به اجزای کوچک‌تر، و افزودن نمونه به گنجایه باید در کوتاه‌ترین زمان ممکن انجام شود.

۳-۷ ابزارهایی که برای نمونه برداری مواد غیر چسبناک به کار می‌رود.

در مورد نمونه برداری موادی مانند ریگ و مخلوطی از ریگ و ذرات ریزتر که امکان برداشتن و انتقال سهل آن‌ها با ابزارهای مغزه‌گیر وجود ندارد، می‌توان از قاشقک یا قاشق برای جمع‌آوری نمونه مورد آنالیز VOC استفاده کرد (به پیوست اطلاعاتی الف مراجعه کنید). در صورتی که ویال یا بطری از پیش توزین شده حاوی متانول یا محلول آبی دیگری باشد، نمونه را بدون کمترین پاشش به ویال یا بطری انتقال دهید و دقت کنید که قاشقک یا قاشق با محتویات مایع تماس نیابد. در مورد برخی مواد جامد، ممکن است لازم باشد که از قیف ته‌پهن^۳ یا ابزارهای مشابه دیگر برای تسهیل انتقال به گنجایه استفاده شود و از آلوده شدن سطوح درزبندی گنجایه جلوگیری شود. هنگام تفسیر داده‌های حاصل از مواد با این روش باید دقت کافی به کار گرفته شود. از آن جایی که ماهیت روش نمونه برداری و ماهیت مواد غیر چسبناک باعث می‌شود در مقایسه با سایر روش‌های نمونه برداری، سطح بیش‌تری در معرض هوا قرار گیرد، بنابراین احتمال هدررفت VOCs وجود دارد. دیگر منبع بالقوه خطا حین فرایند نمونه برداری، جدا شدن مواد درشت‌تر از مواد ریزتر است، که می‌تواند به خاطر تفاوت در اندازه ذرات و سطوح متفاوت آن‌ها باعث اریبی (سوگیری) در داده‌های غلظت شود.

۴-۷ ویژگی‌های فیزیکی مکان نمونه برداری

یک نمونه جداگانه در چند سانتی‌متری همان محل نمونه برداری و از همان لایه^۴ بردارید و در گنجایه مناسبی برای تعیین میزان درصد رطوبت پسماند یا خاک قرار دهید. این نمونه باید در گنجایه مناسب برای حفظ رطوبت قرار داده شود. مکان مجاور به جایی که نمونه برای آنالیز VOC جمع‌آوری شده بود، باید بررسی و ویژگی‌های آن ثبت شود. این مواد از مکان مجاور را می‌توان برای تعیین سایر ویژگی‌های مربوط، مانند ظاهر عمومی، رنگ، وجود روغن‌ها، سایر علائم آلودگی، توزیع اندازه ذرات، میزان کربن آلی و غیره

1-Chisel
2-Aggregate
3-Wide- bottom funnel
4-Stratum

نگهداری کرد. جمع‌آوری این نمونه‌های کمکی^۱ بهتر است پس از جمع‌آوری نمونه‌ها برای آنالیز VOC انجام شود.

۸ نگهداری، انتقال و حفظ نمونه

۸-۱ نگهداری و انتقال نمونه

۸-۱-۱ ملاحظات کلی

در ۴۸ ساعت اولیه مدت زمان نگهداری و انتقال نمونه، همه نمونه‌ها برای آنالیز VOC، باید در گنجایش‌های غیر قابل نفوذ در برابر هوا، نگهداری شود و دست‌کم تا $(2 \pm 4)^\circ\text{C}$ خنک شود. برای مدت زمان‌های نگهداری طولانی‌تر، این ظروف غیرقابل نفوذ در برابر هوا (برای مثال، ویال VOA یا نمونه‌بردار مغزه‌گیر En) باید حاوی مواد نگهدارنده شیمیایی باشند و یا تحت شرایطی نگهداری شوند که حفظ مناسب گونه‌های مورد آزمون را تضمین کند (به بند ۸-۲ مراجعه کنید).

یادآوری - نمونه‌بردار مغزه‌گیر En یک‌بار مصرف ابزاری است که برای جمع‌آوری، نگهداری، و انتقال نمونه‌های خاک به کار می‌رود. ویژگی‌های این ابزار مطابق بندهای ۶-۲-۱، و ۷-۱-۱ است. راهنمایی در خصوص استفاده از این ابزار در استاندارد ASTM D6418 ذکر شده است.

۸-۲ حفظ نمونه برای بیش‌تر از ۴۸ ساعت

۸-۲-۱ امروزه پیشنهاد می‌شود که نمونه‌های نگهداری شده در گنجایش غیرقابل نفوذ به هوا، نباید بیش از ۴۸ ساعت در دمای $(2 \pm 4)^\circ\text{C}$ برای آنالیز یا حفظ، نگهداری شوند. اگر ثابت شود که غلظت VOC تحت تاثیر قرار نخواهد گرفت، یا داده‌های تولید شده در زمان آنالیز، اهداف کیفی مربوط به داده‌ها را برآورده می‌کنند، مدت نگهداری در دمای $(2 \pm 4)^\circ\text{C}$ می‌تواند طولانی‌تر شود. می‌توان با استفاده از روش‌های حفظ فیزیکی یا شیمیایی، مدت زمان نگهداری را طولانی کرد. حفظ نمونه از هنگام جمع‌آوری نمونه یا پس از ورود به آزمایشگاه شروع می‌شود.

۸-۲-۲ حفظ فیزیکی

نمونه‌های نگهداری شده در ویال VOA، بطری، یا ابزارهای مغزه‌گیر، با نگهداری در دمای پایین به طور فیزیکی حفظ می‌شوند (برای مثال، ترجیحاً در دستگاه فریزر $(5 \pm 12)^\circ\text{C}$)، یا با مواد خنک‌کننده موقتی^۲ مثلاً مخلوطی از نمک و یخ یا یخ خشک (به پیوست ب مراجعه کنید). تحت این شرایط، نگهداری نمونه (مدت زمان کامل شروع شده از آغاز جمع‌آوری) تا ۱۴ روز افزایش می‌یابد. زمان‌های طولانی‌تر برای نگهداری در دمای پایین به شرطی مقدور است که ثابت شود بر غلظت VOC تاثیر نخواهد گذاشت یا داده‌های تولید شده در زمان آنالیز، اهداف کیفی مربوط به داده‌ها را برآورده می‌کنند. هنگامی که نگهداری نمونه مورد نظر برای آنالیز با تفکیک جزء به جزء بخار، در دمای پایین انجام می‌شود، آب بدون VOC و در صورت نیاز میله هم‌وزن PTFE یا شیشه‌ای باید پیش از افزودن نمونه، در محل موجود باشند (به بند ۶-۳-۳ مراجعه کنید). احتیاط‌های لازم ممکن است ضرورت یابد، برای مثال، قرار دادن ظرف نمونه از پهلو، هنگام استفاده از شرایط دمایی پایین با ویال‌های VOA کوچک‌تر از ۴۰ mL، یا هنگامی که بیش از

1-Ancillary

2-Temporary refrigerant

۵ mL آب موجود است، به خاطر احتمال شکست ایجاد شده بر اثر تشکیل یخ. هنگامی که نمونه برای استخراج با متانول آماده می‌شود، این حلال، را می‌توان از طریق سپتم ظرف نگهداری پس از نگهداری در دمای پایین (به بند ۶ - ۳ - ۴ مراجعه کنید) وارد کرد. در هر حالت، بلافاصله به دنبال نگهداری نمونه‌ها در ویال‌ها یا بطری‌های VOA در دمای پایین، کلاهک‌های گنجاها باید بررسی و در صورت لزوم سفت شود. برای ابزار نمونه‌برداری مغزه‌گیر En، نمونه به درون ویال VOA آماده شده پس از نگهداری در دمای پایین منتقل می‌شود (به استاندارد ASTM D 6418 مراجعه کنید).

۸-۲-۳ حفظ شیمیایی

نمونه‌های غوطه‌ور در متانول به طریق شیمیایی حفظ می‌شوند. تحت این شرایط، مدت زمان نگهداری (مدت کامل از آغاز جمع‌آوری شروع می‌شود) در دمای $C^{\circ} (2 \pm 4)$ تا ۱۴ روز قابل افزایش است. اگر ثابت شود که بر غلظت VOC تاثیرگذار نیست یا داده‌های تولید شده هنگام آنالیز، برآورده کننده اهداف کیفی مربوط به داده‌ها هستند، حفظ با متانول تا مدت زمان‌های طولانی‌تر نیز می‌تواند انجام گیرد. روش حفظ شیمیایی برای نمونه‌های مورد نظر برای آنالیز با تفکیک جزء به جزء بخار، عبارت است از اسیدی کردن در pH ۲ یا کم‌تر با سدیم‌بی‌سولفات یا هیدروکلریک‌اسید. با وجود این، نمونه‌های VOC حاوی کربنات‌ها، به خاطر جوشیدن و کف کردن، نباید به محلول اسیدی افزوده شوند (به پیوست اطلاعاتی پ برای آگاهی از آزمون کربنات‌ها و استفاده از این اسیدها برای حفظ نمونه مراجعه کنید). احتیاط‌های لازم باید هنگام حفظ نمونه به روش اسیدی کردن رعایت شود، چرا که ترکیبات خاصی از گروه‌های اولفین، کتون، استر، اتر، و سولفیدها تحت شرایط pH پایین واکنش خواهند داد (به پیوست اطلاعاتی ب برای آگاهی از سایر مشکلات احتمالی مراجعه کنید). نگهداری نمونه اسیدی شده (مدت زمان کامل از زمان جمع‌آوری نمونه شروع می‌شود) در دمای $C^{\circ} (2 \pm 4)$ تا ۱۴ روز قابل افزایش است. زمان‌های طولانی‌تر برای نگه‌داری نمونه اسیدی شده قابل استفاده است مشروط بر آن‌که بر غلظت VOC تاثیر نگذاشته باشد و داده‌های تولید شده هنگام آنالیز برآورده کننده اهداف کیفی مربوط به داده‌ها باشند.

۹ آماده‌سازی نمونه

۹-۱ استخراج با متانول

نمونه را، در صورت امکان، با تکان دادن، چرخش یا با صوت به طور کامل در متانول پراکنده کنید. بگذارید مواد ذره‌ای معلق ته نشین شود به گونه‌ای که بتوان حجم معینی از مواد رویی شفاف را برای آنالیز برداشت. در بعضی از موارد آزاد شدن VOCs در متانول به آهستگی انجام می‌شود؛ از این رو، غلظت VOC حل شده ممکن است با افزایش زمان استخراج افزایش یابد (به پیوست اطلاعاتی الف مراجعه کنید). افزایش استخراج VOCs طی زمان ممکن است به خاطر مواد سیمانی یا موادی که VOCs را با شدت جذب کرده‌اند، باشد. انتقال حجم معینی نمونه برای آنالیز، باید با استفاده از سرنگ تمیز (متشکل از شیشه و فلز) انجام شود تا میزان حجم را از سپتم گنجاها نمونه خارج کند. در صورت لزوم، کلاهک گنجاها نمونه را می‌توان برداشت و میزان حجم را با سرنگ یا پی‌پت جمع‌آوری کرد. با وجود این، مدت زمانی که کلاهک از گنجاها برداشته می‌شود، باید تا حد امکان کوتاه باشد تا هدررفت ناشی از فرار حلال و VOCs محدود گردد. برای آنالیز

پاکسازی - و - تله، حجم‌های معینی از متانول کمتر از ۰/۲ mL به ظرف حاوی ۵ mL آب عاری از مواد آلی منتقل می‌شود. برای آنالیز فضای فوقانی، حجم‌های معین متانول به اندازه ۱/۰ mL، بسته به آشکارساز و گونه مورد آزمون، قابل انتقال به ویال‌های VOA حاوی ۱۰ mL آب عاری از مواد آلی است. هنگامی که آنالیز مجدد نمونه استخراج شده محتمل باشد، حجم معینی از نمونه استخراج شده باید با انتقال به ویال مقاوم در برابر نفوذ هوا با کلاهک PTFE نگهداری شود.

۹-۱-۱ برای اطمینان از سفت بودن درپوش گنجایه نگهداری و عدم هدررفت متانول، بهتر است هر چند وقت یک بار گنجایه نمونه توزین شود.

۹-۲ تفکیک جزء به جزء بخار

نمونه را، در صورت امکان، با تکان دادن، چرخش، یا با صوت به طور کامل در آب پراکنده کنید. این مخلوط کردن مواد جامد با محلول آبی نه تنها از بسته شدن سوزن افشانه^۱ به کار رفته در سیستم پاکسازی - و - تله جلوگیری می‌کند، بلکه به حفظ حالت تعادل به وسیله تماس نمونه با محلول تفکیک نیز کمک خواهد کرد. برای افزایش تفکیک در فاز بخار، سیستم‌های پاکسازی - و - تله و آنالیز فوقانی، نمونه را پیش از برداشتن بخارات برای آنالیز تا دمای مناسب گرم می‌کنند (معمولاً ۴۰ °C برای پاکسازی - و - تله، همین اندازه یا بالاتر برای فضای فوقانی).

پیوست الف

(اطلاعاتی)

اطلاعات اضافی در خصوص جمع‌آوری و جابه‌جایی نمونه برای آنالیز VOC

الف - ۱ ترکیبات آلی فرار از جمله آلاینده‌های شناخته شده خاک در بعضی مکان‌هایی هستند که در آن‌ها پسماندهای خطرناک وجود دارد. از آنجایی که بعضی از ترکیبات VOC بالقوه جهش‌زا^۱، سرطان‌زا^۲ و ناقص‌الخلقه‌زا^۳ هستند، اغلب از جمله عوامل کلیدی در فرایند ارزیابی ریسک در این مکان‌ها محسوب می‌شوند. این ارزیابی‌های ریسک و سایر تصمیمات اصلاحی بستگی به درک صحیح از میزان و وسعت آلودگی با VOC در خاک و سایر مواد دارد.

الف - ۲ در اغلب مواد، VOCs همراه با فازهای گازی، مایع، و جامد هستند (جذب شده‌اند). تعادل VOC که بین این فازها وجود دارد، با خواص فیزیکوشیمیایی، خواص ماده و عوامل محیطی کنترل می‌شود. هدررفت نامشخص گونه‌های مورد آزمون از هر فاز باعث می‌شود که نمونه، نماینده موادی که از آن انتخاب و برداشته شده است، نباشد. به این دلیل، جمع‌آوری نمونه، جابه‌جایی و نیز آنالیز آن باید تحت شرایطی انجام شود که همه فازهای موجود در آن شرایط در نظر گرفته شده است.

الف - ۳ به طور کلی، هدررفت کنترل نشده VOCs از مواد از طریق دو مکانیسم زیر انجام می‌گیرد: فراریت و تجزیه زیستی.

هدررفت ناشی از فراریت زمانی اتفاق می‌افتد که مولکول‌های گازی، که ضریب انتشاری آن‌ها تا ۴ برابر بیشتر از ضرایب انتشار مایع است، آزادانه امکان تحرک می‌یابند. از این رو، هنگامی که سطح جدیدی در تماس قرار می‌گیرد، هدررفت VOC روی می‌دهد. میزان هدررفت VOC به میزان فاز بخار (فشار بخار گونه مورد آزمون)، مساحت سطح تماس یافته، مدت زمان تماس، خلل و فرج ماتریکس و احتمالاً شرایط آب و هوایی بستگی دارد.

الف - ۴ تجزیه زیستی VOCs در نمونه‌ها معمولاً با فرایندهای هوازی زیاد می‌شود چرا که بیش‌تر روش‌های مرسوم جمع‌آوری نمونه باعث تماس نمونه با اتمسفر می‌شوند. میزان تجزیه زیستی به عوامل مختلفی به ویژه جمعیت میکروبی بومی (آب و خاک)، خواص شیمیایی VOCs، و درجه حرارت بستگی دارد. در صورت وجود مقادیر کافی از گیرنده‌های الکترون، مواد غذایی و رطوبت، میکروبی‌های بومی به تجزیه هوازی ترکیبات، حتی در صورت نگهداری در دمای 4°C ادامه می‌دهند. در ترکیبات آروماتیک غیر هالوژنه، این مکانیسم هدررفت نمود بیش‌تری دارد. برای جلوگیری از تجزیه زیستی در این ترکیبات، نمونه را می‌توان در متانول، غوطه‌ور کرد، یا منجمد نمود، یا تا رسانیدن pH آن به ۲ یا کمتر، اسیدی کرد.

1-Mutagenic
2-Carcinogenic
3-Teratogenic

الف - ۵ روشی که همه فازهای VOC را در نظر نمی‌گیرد، عبارت است از جمع‌آوری نمونه انبوه با استفاده از ابزار قاشقک مانند^۱ که یک بطری را به طور کامل برای نگهداری و انتقال نمونه پر می‌کند. نمونه‌های جمع‌آوری شده و انتقال یافته با ابزارهای قاشقک مانند، نمی‌توانند میزان سطح تماس را کنترل کنند. علاوه بر این، در فرایند پر کردن نمونه انبوه تا ظرفیت کامل بطری، سطوح درزگیری اغلب آلوده می‌شود و حین نگهداری نمونه، مانع از درزبندی محکم در مقابل بخار می‌شود. بنا به این دلایل در این روش غلظت‌های به دست آمده کمتر از ۱۰٪ میزان آلودگی مکان می‌باشند.

الف - ۶ روش دیگری که اغلب به طور کم‌تر اجرا می‌شود، عبارت است از استفاده از نمونه‌بردارهای لوله‌ای مغزه‌گیر پوشش دار با PTFE یا فویل آلومینیوم برای انتقال و ذخیره. که البته این پوشش‌ها مانع از درزبندی‌های غیر قابل نفوذ نسبت به هوا می‌شوند. ورقه‌های PTFE که ۰/۰۵۰۸ mm تا ۰/۰۷۶۲ mm ضخامت دارند به سهولت در مقابل بخارات VOC نفوذ پذیر هستند. فرمولاسیون‌های الاستیکی PTFE (برای مثال، نوار لوله‌کشی سفید) در مقایسه با فرمولاسیون‌های نیمه شفاف و غیر الاستیکی نفوذپذیری بیش‌تری دارند. فویل آلومینیوم نیز خوب نیست و به دلیل این که مواد در انتهای مغزه‌گیر چین می‌خورند و حفرات کوچکی تشکیل می‌شود، امکان درزبندی غیر قابل نفوذ در برابر هوا فراهم نمی‌شود. اضافه کردن کلاهدک‌های پلاستیکی و نوارهای درزبندی باعث بهتر شدن عملکرد PTFE یا فویل آلومینیوم نمی‌شود چرا که پلاستیک‌های انعطاف‌پذیر، VOCs را جذب می‌کنند، چسب و نوارهای درزبندی اغلب حاوی VOCs هستند، که به عنوان منبع بالقوه کاذب عمل می‌کند.

الف - ۷ روش‌های مورد بحث در این استاندارد، برای کاهش هدررفت VOCs بر اثر فراریت یا تجزیه زیستی طراحی شده‌اند. به شیوه‌های زیر این کار انجام می‌گیرد:

الف - ۷ - ۱ نمونه‌ها فقط از سطوح تازه مواجهه یافته جمع‌آوری می‌شوند.

الف - ۷ - ۲ جمع‌آوری و انتقال نمونه بدون کم‌ترین میزان به هم خوردگی حالت فیزیکی آن، به سرعت انجام می‌شود.

الف - ۷ - ۳ نمونه‌ها تحت شرایطی نگهداری می‌شوند که بازیابی گونه‌های آزمون مورد نظر را تضمین می‌کنند.

الف - ۷ - ۴ در صورت جمع‌آوری نمونه برای تفکیک جزء به جزء بخار با آنالیزها (پاکسازی - و - تله و فضای فوقانی) درزگیر غیر قابل نفوذ در برابر هوای VOA هرگز پیش از آنالیز برداشته نمی‌شود.

الف - ۸ منبع اضافی دیگری که موجب عدم صحت آنالیزهای VOC می‌شود، عبارت است از استخراج ناکامل آن‌ها از مواد نمونه‌برداری شده. این منبع خطا یا ناشی از تفاوت‌ها بین روش‌های آماده‌سازی نمونه (به عبارتی، استخراج متانول در مقابل تفکیک جزء به جزء بخار) یا سینیتک فرایندهای جذب سطحی^۲ است. عموماً هر چه میزان کل کربن طبیعی در یک ماتریکس افزایش می‌یابد، بازیابی‌ها با استفاده از روش‌های تفکیک جزء به جزء بخار در مقایسه با روش استخراج با متانول، به ویژه برای گونه‌های مورد آزمون آب‌گریزتر کاهش می‌یابد. حرارت دهی یا صوت، یا هردو، سبب افزایش فرایندهای جذب سطحی (به

1-Spatula-type devices

2- Desorption

عبارتی، انتقال جرم گونه مورد آزمون از ماتریکس نمونه‌برداری شده به فاز بخار یا متانول) می‌شوند؛ بنابراین، این مراحل استخراج باید هنگامی که غلظت کل VOC هدف اندازه‌گیری باشد، مورد توجه قرار گیرد. در بعضی موارد، استخراج ناکامل ناشی از روش به کار رفته، یا سینتیک همراه با آزاد شدن VOCs از ماتریکس معین، می‌تواند منجر به برآورد کم (شاید یک برابر) غلظت کل VOC موجود در نمونه شود.

پیوست ب (اطلاعاتی)

اطلاعاتی در خصوص حفظ نمونه‌ها برای نگهداری تحت شرایط دمایی پایین

- ب- ۱ هدررفت VOCs ناشی از تجزیه زیستی را می‌توان با نگهداری نمونه‌ها در درجه حرارت‌های پایین، برای مثال در فریزر در 5 ± 12 °C منفی ساخت. در این روش مزایای چندی در مقایسه با روش حفظ شیمیایی به شرح زیر عاید می‌شود:
- آگاهی قبلی از غلظت VOC لازم نیست،
 - وجود مقررات خیلی کمتر در خصوص انتقال لازم است،
 - کارکنان در محل مجبور نیستند با محلول‌های شیمیایی کار کنند یا نمونه‌ها را وزن کنند.
 - علاوه بر این، انجماد، بیشتر از اسیدی کردن برای حفظ VOCs در خاک‌های کربنی کاربرد دارد.
 - نگرانی دیگری که هنگام اسیدی کردن نمونه ایجاد می‌شود این است که در مورد بعضی ماتریس‌های خاک، تشکیل استون، که کاربری آن تابع مقررات است، مشاهده شده است.
- ب- ۲ درجه حرارت‌های پایین‌تر که سبب انجماد نمونه خاک می‌شود، در فریزر، با مخلوط کردن نمک طعام با یخ، یا با استفاده از یخ خشک قابل دستیابی است. توصیه می‌شود که در صورت امکان از فریزر همراه با سایر روش‌های انجماد موقتی استفاده شود. این روش‌های دستیابی به حرارت‌های پایین که باعث انجماد خاک می‌شود، برای استفاده کوتاه مدت (روز تا ۳ روز) منظور شده‌اند و باید فقط زمانی مورد استفاده قرار گیرند که موارد احتیاطی زیر انجام شود:
- هنگام استفاده از نمک و یخ، این مخلوط باید در کیسه‌های پلاستیکی قرار داده شوند.
 - یک خنک‌کننده با کیفیت بالا باید به کار رود.
 - خنک‌کننده باید وقتی که دمای خنک‌کننده زیر 5 °C - می‌رسد عوض شود.
- از یک خنک‌کننده با دیواره‌های ضخیم استایروفومی^۱ طوری که دوسوم حجم آن با کیسه‌های حاوی نمک و یخ با نسبت وزنی ۱ به ۳/۶ پر شده است استفاده شود؛ در ابتدا درجه حرارت 3 ± 14 °C - را برقرار کنید، و زیر 5 °C - تا ۲۰ ساعت نگه دارید. با وجود این، مدت زمان کوتاه‌تر نگه داری در یخچال با دمای زیر 5 °C - موقعی حاصل می‌شود که خنک‌کننده اغلب برای برداشتن یا گذاشتن نمونه‌ها باز شده باشد. در صورت استفاده از یخ خشک، آن باید زیر و بالای گنجایه‌های نمونه قرار داده شود و در تماس مستقیم با نمونه‌ها قرار نگیرد. موقعی می‌توان این کار را انجام داد که گنجایه‌های نمونه درون یک جعبه مقوایی قرار داده شوند و سپس درون یخچال قرار گیرند و بسته‌های یخ خشک دور جعبه نمونه قرار گرفته باشند.
- یادآوری - رعایت این نکته احتیاطی هنگامی ضرورت می‌یابد که یخ خشک در تماس مستقیم با بعضی مواد پلاستیکی است و به دلیل تفاوت در خواص انقباضی مواد، باعث ترک خوردن آن‌ها می‌شود، یا ممکن است سبب ایجاد اختلال در درزبندی (شیشه و پلاستیک) شود.

حرارت درون خنک کننده بسته بندی شده با یخ خشک با دماسنج‌های معمولی قابل اندازه‌گیری نیست، چرا که اغلب زیر 20°C است. این دمای خیلی پایین ممکن است بر انسجام (بی‌عیبی)^۱ درزگیر گنجایه نمونه تاثیر بگذارد. در صورت استفاده از این دو خنک کننده موقتی، ملاحظات برای حمل نمونه‌ها باید به کار گرفته شود. برای مخلوط نمک و یخ، مدت و شرایط حمل باید کنترل شود تا دمای خنک کننده زیر 5°C - باقی بماند. هنگام استفاده از یخ خشک به عنوان خنک کننده، یک برگه باید قسمت بیرونی خنک کننده نصب شود تا وجود این خنک کننده و وزن آن را، مشخص کند.

پیوست پ

(اطلاعاتی)

آزمون برای کربنات‌ها

پ-۱ نمونه‌های خاک یا پسماند ممکن است حاوی کربنات‌هایی باشد که هنگام تماس با نگه‌دارنده‌های اسیدی گاز کربن دی‌اکسید تولید کند. تولید این گاز ممکن است سبب خروج VOCs شود و باعث شود گنجایه‌های نمونه به خاطر افزایش فشار درون خراب شوند. برای تعیین وجود کربنات‌ها در خاک یا پسماند، آزمون زیر باید انجام شود.

پ-۲ حدود ۱ g ماده نمونه را با آب در شیشه ساعتی یا سطح مشابه دیگری قرار دهید. به هم بزنید تا هوای محبوس حذف شود.

پ-۳ یک قطره محلول سرد ۴ N HCl روی ماده مرطوب، بریزید تولید گاز را با استفاده از ذره‌بین مشاهده کنید. در صورت ایجاد گازها (تشکیل سریع حباب‌ها) استفاده از اسیدی کردن برای حفظ نمونه مناسب نیست. در صورت عدم تولید گاز، می‌توان برای حفظ نمونه، از اسیدی کردن استفاده کرد. برای تعیین مقدار هیدروکلریک‌اسید یا سدیم‌بی‌سولفات مورد نیاز برای رسانیدن pH به ۲ یا کمتر از ۲، مقدار نمونه (معمولاً ۵ g) را در ظرف حاوی ۵ mL آب بریزید، به خوبی مخلوط کنید، سپس به آرامی یکی از این اسیده‌ها را ضمن پایش pH اضافه کنید. حجم یا وزن اسید مورد نیاز برای رسیدن به pH ۲ یا کمتر باید تعیین و سپس آن مقدار از اسید به ویال حاوی ۵ mL آب، پیش از افزودن نمونه‌ها اضافه شود.

پیوست ت (اطلاعاتی)

ارزیابی عملکرد ابزار مغزه‌گیر دستی برای نگهداری نمونه‌های خاک به منظور آنالیز VOCs

ت - ۱ ابزارهای مغزه‌گیر دستی مورد استفاده برای نگهداری نمونه‌های خاک حاوی VOCs، باید طبق روش مشروح زیر ارزیابی شوند، تا اطمینان حاصل شود که قسمت اصلی ابزار، از مواد واکنش‌ناپذیری ساخته شده است، که درزبندی غیر قابل نفوذ در برابر هوا دارد و میزان جذب سطحی و عبور انتشاری VOCs در آن محدود است.

ت - ۱ - ۱ بهتر است دست‌کم یک نوع خاک با ساختار معلوم (درصد شن، لیمون^۱، رس، مواد آلی، میزان کربن، میزان رطوبت) برای ارزیابی مورد استفاده قرار گیرد.

ت - ۱ - ۲ نگهداری نمونه در ابزار مغزه‌گیر دستی در دمای $C^{\circ} (2 \pm 4)$ برای ۴۸ h باید مورد ارزیابی قرار گیرد (به بند ۹ - ۱ مراجعه کنید).

ت - ۱ - ۳ خاک باید کمینه در ده ابزار مغزه‌گیر جمع‌آوری شود. ابزارهای مغزه‌گیر حاوی خاک پیش از مضاف شدن^۲ باید تا $C^{\circ} 40$ خنک شود تا هدررفت VOCs طی مضاف تقلیل یابد. توصیه می‌شود آب اشباع از بنزین^۳ برای تهیه محلول استفاده شود؛ چرا که VOCs را بهتر از آب خالص، نگه می‌دارد و بنابراین از هدررفت حین مضاف شدن جلوگیری می‌شود. محلول آبی^۴ باید برای مضاف کردن نمونه‌های خاک به کار رود، چرا که محلول آلی^۵ مانند محلول متانول، تمایل خیلی قوی برای VOCs دارد و ممکن نیست که این ترکیبات در ابزار نمونه‌برداری از بین بروند، حتی اگر ابزار از ماده واکنش‌پذیر ساخته شده باشد یا فاقد درزبندی غیر قابل نفوذ در برابر هوا باشد (یا هر دو مورد). استفاده از یک محلول مضاف متشکل از آب خالص مضاف شده با VOCs در این روش ارزیابی، مشکل است چرا که آب تمایل کم‌تری برای VOCs دارد و VOCs طی مضاف شدن با آب هدر می‌روند. بنزن و تولوئن با آب اشباع از بنزین، به خاک مضاف شده اضافه می‌شوند. ده ترکیب VOCs دیگر بهتر است به محلول مضاف اضافه شود تا غلظت‌های پایین VOC (کم‌تر از $200 \mu\text{g}/\text{kg}$) در خاک مضاف به دست آید. VOCs مورد استفاده باید VOCs بر پایه نفت^۶ و VOCs بر پایه حلال‌های کلرینه^۷ را که معمولاً در خاک آلوده با VOC یافت می‌شود، در بر گیرد. VOCs توصیه شده برای ارزیابی عملکرد ابزارهای مغزه‌گیر دستی برای نگهداری نمونه‌ها برای آنالیز VOC در جدول ت - ۱ نشان داده شده است (به استاندارد ASTM D 6418 مراجعه کنید).

-
- 1-Silt
 - 2-Spike
 - 3-Gasoline-saturated water
 - 4-Aqueous based solution
 - 5-Organic based solution
 - 6-Petroleum – based
 - 7-Chlorinated solvent based

جدول ت - ۱ - گونه‌های مورد آزمون توصیه شده به منظور ارزیابی عملکرد ابزارهای مغزه‌گیر دستی برای نگه‌داری نمونه‌ها برای آنالیز VOC

شماره ردیف	گونه‌های مورد آزمون
۱	Vinyl Chloride وینیل کلراید
۲	Methylene Chloride (MeCl ₂) متیلن کلراید (MeCl ₂)
۳	Methyl Tert-Butyl Ether (MTBE) متیل ترشیو - بوتیل اتر (MTBE)
۴	1,1-Dichloroethane ۱، ۱ - دی کلرو اتیلن
۵	cis-1,2-Dichloroethylene (CDCE) سیس - ۱، ۲ - دی کلرو اتیلن (CDCE)
۶	Chloroform کلروفرم
۷	Benzene بنزن
۸	Trichloroethylene (TCE) تری کلرو اتیلن (TCE)
۹	Toluene تولوئن
۱۰	Tetrachloroethylene (PCE) تتراکلرو اتیلن (PCE)
۱۱	Ethyl Benzene اتیل بنزن
۱۲	o-Xylene ارتو- زایلین

ت - ۱ - ۴ تهیه واکنشگرها

ت - ۱ - ۴ - ۱ تهیه آب اشباع از بنزین

۲۵۰ µl بنزین را به حدود ۸۰ ml آب درجه ۲ طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۸۲ در بالن حجمی ۱۰۰ ml اضافه کنید و محلول را با همان آب به حجم برسانید. مخلوط را به مدت ۲۴ h با هم زن مغناطیسی به هم بزنید، سپس با استفاده از قیف جداکننده، بنزین را از آب جدا کنید. تقریباً ۳۹ ml از آب اشباع از بنزین را به ویال ۴۰ ml VOA اضافه کنید، به گونه‌ای که آب اشباع از بنزین، ویال VOA را پر کند (حجم ۱ ml از فضای فوقانی در بالای ویال خالی بماند).

ت - ۱ - ۴ - ۲ تهیه محلول ذخیره

محلول ذخیره حاوی گونه‌های آزمون مورد نظر، غیر از بنزن و تولوئن را، در متانول آماده کنید به گونه‌ای که غلظت هر گونه مورد آزمون در محلول تقریباً ۵۰۰ µg/ml باشد. بنزن و تولوئن با آب اشباع از بنزین به خاک مضاف اضافه می‌شوند و نباید به محلول ذخیره اضافه شوند.

ت - ۱ - ۴ - ۳ تهیه محلول مضاف

۴۰۰ µl محلول ذخیره را از سپتم ویال ۴۰ ml VOA، حاوی آب اشباع از بنزین تزریق کنید. ویال VOA را تکان دهید تا محلول مخلوط شود. محلول مضاف را پیش از افزودن به نمونه‌های خاک، خنک

کنید تا دمای آن به 4°C برسد. با این عمل، از هدررفت VOCs در محلول طی روش مضاف‌سازی جلوگیری می‌شود.

ت-۱-۵ مضاف کردن نمونه، نگهداری و آنالیز آن

ت-۱-۵-۱ برای ارزیابی ابزارهای مغزه‌گیر دستی که برای جمع‌آوری نمونه‌های تقریباً ۵ g طراحی شده‌اند، لازم است که وسط هر مغزه‌گیر خاک $100\ \mu\text{l}$ محلول مضاف، با استفاده از سرنگ غیرقابل نفوذ در برابر گاز اضافه شود. برای جمع‌آوری محلول مضاف از ویال VOA ۴۰ ml، سوزن سرنگ را از سیستم در کلاهک ویال VOA فرو کنید و حجم معینی از محلول مضاف را بردارید. حجم محلول مضاف در سرنگ را تا $100\ \mu\text{l}$ تنظیم کنید و سوزن سرنگ را در مرکز خاک در ابزار مغزه‌گیر فرو کنید. محلول مضاف را درون خاک تزریق کنید، با دقت و با سرعت سوزن را از خاک جدا کنید، ابزار نمونه‌برداری را خشک کنید تا عاری از هر گونه ذراتی که ممکن است با درزگیر، کلاهک و ابزار تداخل پیدا کنند. گردد. برای ارزیابی ابزارهای مغزه‌گیر دستی که برای جمع‌آوری نمونه‌های ۲۵ g طراحی شده‌اند، $0.5\ \text{ml}$ محلول مضاف باید به کار رود تا نمونه‌ها طبق روش مذکور مضاف گردد.

ت-۱-۵-۲ مضاف کردن ابزارهای ۵ g با $100\ \mu\text{l}$ محلول مضاف و ابزارهای ۲۵ g با $0.5\ \text{ml}$ محلول مضاف، غلظت تقریبی $100\ \mu\text{g} / \text{kg}$ را برای هر گونه مورد آزمون مورد نظر در نمونه‌ها، به استثنای بنزن، تولوئن و احتمالاً ارتو-زایلین و اتیل بنزن، به دست خواهد داد. به خاطر حضور این ترکیبات در آب اشباع از بنزین، غلظت‌های آن‌ها احتمالاً بیش‌تر از $100\ \mu\text{g} / \text{kg}$ خواهد بود.

ت-۱-۵-۳ پس از تهیه نمونه‌های مضاف، نیمی از نمونه‌ها باید به طور تصادفی برای خارج کردن و آنالیز انتخاب شوند تا غلظت‌های گونه‌های مورد آزمون مورد نظر زمان - صفر^۱ به دست آید. نمونه‌های باقی‌مانده بایستی در $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ برای ۴۸ h نگهداری شوند. دمای نگهداری باید پایش شود تا اطمینان حاصل شود که طی مدت نگهداری، دمای $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ حفظ خواهد شد. پس از نگهداری نمونه‌ها برای ۴۸h، آن‌ها باید با استفاده از همان روش استفاده شده برای نمونه‌های زمان - صفر خارج و آنالیز شوند.

ت-۱-۶ ارزیابی داده‌ها

ت-۱-۶-۱ برای ارزیابی داده‌ها بهتر است میانگین غلظت گونه مورد آزمون مورد نظر محاسبه شده با کمک داده‌های حاصل از نمونه‌های نگهداری شده، با میانگین غلظت گونه مورد آزمون مورد نظر محاسبه شده با استفاده از داده‌های به دست آمده از نمونه‌های زمان - صفر مقایسه و میانگین درصد بازیابی طبق معادله (ت-۱) محاسبه شود.

$$\text{Ave. \% rec} = (\bar{x}_{\text{stored}} / \bar{x}_{T=0})100\% \quad \text{معادله (ت-۱)}$$

که در آن

Ave. \% rec میانگین درصد بازیابی گونه مورد آزمون مورد نظر از نمونه نگهداری شده؛
 \bar{x}_{stored} میانگین غلظت گونه مورد آزمون مورد نظر در نمونه‌های نگهداری شده؛

1- Time-zero

$$\bar{x}_{T=0}$$

میانگین غلظت گونه‌های مورد آزمون مورد نظر در نمونه‌های زمان - صفر.

ت - ۱ - ۶ - ۲ ارقام میانگین درصد بازیابی برای VOCs نگهداری شده در خاک در ابزارهای مغزه‌گیر دستی باید ۸۰ درصد یا بیش‌تر از آن باشد.

ت - ۱ - ۶ - ۳ درصد انحراف استاندارد نسبی ارقام غلظت در مجموعه نمونه‌های زمان - صفر و نگهداری شده، باید برای گونه مورد آزمون مورد نظر محاسبه شود تا تغییرات بین ارقام غلظت استفاده شده برای محاسبه میانگین غلظت برای هر مجموعه نمونه را نشان دهد. درصد انحراف استاندارد نسبی باید طبق معادله (ت - ۲) محاسبه و نوعاً باید ۱۰ درصد یا کم‌تر باشد.

$$\% \text{rel. std. dev.} = (s / \bar{x}) / 100\%$$

معادله (ت - ۲)

که در آن

%rel.std.dev. درصد انحراف استاندارد نسبی ارقام غلظت در مجموعه نمونه برای گونه مورد آزمون؛

s انحراف استاندارد ارقام غلظت در مجموعه نمونه گونه مورد آزمون مورد نظر؛

\bar{x} میانگین غلظت مجموعه نمونه برای گونه مورد آزمون مورد نظر.