



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۳۰۸۵
تجدید نظر اول
۱۳۹۵

INSO
13085

1st. Revision
2017

نمونه برداری از پسماند و خاک برای تعیین
ترکیبات آلی فرار - راهنما

The sampling of waste and soil for
determination of volatile organic
compounds - Guide

ICS: 13.080.05

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

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

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«نمونه‌برداری از پسماند و خاک برای تعیین ترکیبات آلی فرار - راهنما»

رئیس:

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا محل اشتغال:

دانشگاه بوعلی سینا همدان

دبیر:

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسدی، ایرج
(دکتری آلودگی محیط زیست)

سازمان محیط زیست استان همدان

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

بیگدلی، داوود
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

شرکت پارس کیمیا زیست بهسازان

حسینی، مرضیه
(کارشناسی آب و خاک)

آزمایشگاه پیرایه زیست قزوین

صنعتگر دلشاد، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

قاسملو، رقیه
(کارشناسی ارشد مهندسی منابع طبیعی، محیط زیست)

شرکت آب منطقه‌ای استان همدان

نجفی، امیر
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک همدان

ویراستار:

احمدی متمایل، حاجی رضا
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

پژوهشگاه استاندارد

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول کلی
۳	۵ انتخاب روش آماده‌سازی نمونه برای تجزیه VOC
۳	۱-۵ مقدمه
۵	۲-۵ استخراج با متانول
۶	۳-۵ تفکیک جزء به جزء بخار
۷	۶ ابزارها و گنجایه‌های نمونه‌برداری
۱۱	۷ جمع‌آوری نمونه
۱۱	۱-۷ کلیات
۱۴	۸ نگهداری، انتقال و حفظ نمونه
۱۴	۱-۸ نگهداری و انتقال نمونه
۱۴	۱-۱-۸ ملاحظات کلی
۱۴	۲-۸ حفظ نمونه برای بیش از ۴۸ h
۱۵	۹ آماده‌سازی نمونه
۱۶	۱-۹ استخراج با متانول
۱۶	۲-۹ تفکیک جزء به جزء بخار
۱۷	پیوست الف (آگاهی دهنده) اطلاعات اضافی در خصوص جمع‌آوری و جابه‌جایی نمونه برای آنالیز VOC
۲۰	پیوست ب (آگاهی دهنده) اطلاعاتی در خصوص حفظ نمونه‌ها برای نگهداری تحت شرایط دمایی پایین
۲۲	پیوست پ (آگاهی دهنده) روش‌های غربال‌گری و نمونه‌برداری فرعی مغزه‌های خاک زیرسطحی برای آنالیز VOC

صفحه	عنوان
۲۷	پیوست ت (آگاهی دهنده) ارزیابی عملکرد ابزار مغزه گیر دستی برای نگهداری نمونه‌های خاک به منظور آنالیز VOCs
۳۱	پیوست ث (آگاهی دهنده) آزمون برای کربنات‌ها
۳۲	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «نمونه‌برداری از پسماند و خاک برای تعیین ترکیبات آلی فرار - راهنما» که نخستین بار در سال ۱۳۸۹ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یکصد و چهل و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۵/۱۲/۱ تصویب شد. اینک این استاندارد 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.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۰۸۵: سال ۱۳۸۹ می‌شود.

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

ASTM D4547: 2015, Standard Guide for Sampling Waste and Soils for Volatile Organic Compounds

مقدمه

روش جمع‌آوری و جابه‌جایی نمونه برای به حداقل رساندن هدررفت VOCs^۱ در این استاندارد ارائه شده است. فراریت و تجزیه زیستی، دو مکانیسم اصلی در هدررفت VOCs^۲ حین جمع‌آوری، جابه‌جایی و نگهداری نمونه‌ها می‌باشند. حساسیت VOCs^۳ مختلف به این مکانیسم‌ها بستگی به ترکیب و ماتریکس این مواد دارد. به طور کلی، ترکیباتی با فشار بخار بالاتر نسبت به ترکیباتی با فشار بخار پایین‌تر دارای حساسیت بیش‌تری برای فراریت می‌باشند. هم‌چنین اغلب ترکیبات تجزیه‌پذیر به طور هوازی^۴ نسبت به ترکیبات تجزیه‌پذیر به صورت غیرهوازی^۳ در برابر تجزیه زیستی حساسیت بیش‌تری دارند. در برخی 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 نمایانگر و معرف شرایط میدانی (محل)^۴ باشد.

1- Volatile organic compounds
2- Aerobically degradable compounds
3- Anaerobically
4- Field

نمونه‌برداری از پسماند و خاک برای تعیین ترکیبات آلی فرار - راهنما

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

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

- روش‌های جمع‌آوری، جابه‌جایی، نگهداری و نیز آماده‌سازی نمونه‌ها برای آنالیز در این استاندارد ارائه شده است.

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

یادآوری - توصیه می‌شود این استاندارد همراه با استاندارد ASTM D4687 مورد استفاده قرار گیرد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D1193, Specification for Reagent Water

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 3696:1987 تدوین شده است.

2-2 ASTM D1586, Test Method for Penetration Test (SPT) and Split-Barrel Sampling of Soils

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۸۴۴۶: سال ۱۳۸۴، خاک - نفوذ استاندارد (S.P.T) در مطالعات ژئوتکنیک روش آزمون، با استفاده از استاندارد ASTM D1586: 1999 تدوین شده است.

2-3 ASTM D3550, Practice for Thick Wall, Ring-Lined, Split Barrel, Drive Sampling of Soils

2-4 ASTM D4687, Guide for General Planning of Waste Sampling

2-5 ASTM D4700, Guide for Soil Sampling from the Vadose Zone

2-6 ASTM D5058, Practices for Compatibility of Screening Analysis of Waste

2-7 ASTM D5681, Terminology for Waste and Waste Management

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۱۵۳: سال ۱۳۹۴، پسماند و مدیریت پسماند - واژه نامه، با استفاده از استاندارد ASTM D5681: 2013 تدوین شده است.

2-8 ASTM D5792, Practice for Generation of Environmental Data Related to Waste Management Activities: Development of Data Quality Objectives

2-9 ASTM D6051, Guide for Composite Sampling and Field Subsampling for Environmental Waste Management Activities

2-10 ASTM D6282, Guide for Direct Push Soil Sampling for Environmental Site Characterizations

2-11 ASTM 6418, Practice for Using the Disposable En Core Sampler for Sampling and Storing Soil for Volatile Organic Analysis

2-12 ASTM D6640, Practice for Collection and Handling of Soils Obtained in Core Barrel Samplers for Environmental Investigations

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۹۰۴۲: سال ۱۳۸۵، خاک - جمع آوری و حمل خاک‌های بدست آمده از دستگاه‌های نمونه‌برداری با لوله مغزه‌گیر برای تحقیقات محیطی - آئین کار، با استفاده از استاندارد ASTM D6640: 2005 تدوین شده است.

2-13 Title 49 Transportation, Code of Federal Regulations (CFR), Part 172, List of Hazardous Substances and Reportable Quantities

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

نمونه

sample

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

۲-۳

نمونه فرعی

subsample

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

۴ اصول کلی

در این استاندارد استفاده از ابزارهایی برای جمع‌آوری و انتقال نمونه، شرایط نگهداری نمونه، حفظ نمونه و دو وسیله معمول برای آماده‌سازی نمونه جهت انجام آنالیز، شرح داده شده است. توجه خاصی برای هر مرحله از جمع‌آوری نمونه تا آنالیز آن با هدف کاهش میزان هدررفت VOCs بر اثر فرار و تجزیه زیستی معطوف شده است. نمونه جمع‌آوری شده و تجزیه شده باید نماینده ماتریکس مواد نمونه‌برداری شده باشد. استخراج با متانول و تفکیک جزء به جزء بخار (پاکسازی و تله، فضای فوقانی و تقطیر در خلا) دو روش آماده‌سازی نمونه‌ها برای انجام آنالیز است. روش آماده‌سازی نمونه برای تجزیه VOC باید با اهداف کیفی همخوانی داشته باشد (به استاندارد ASTM D5792 مراجعه شود).

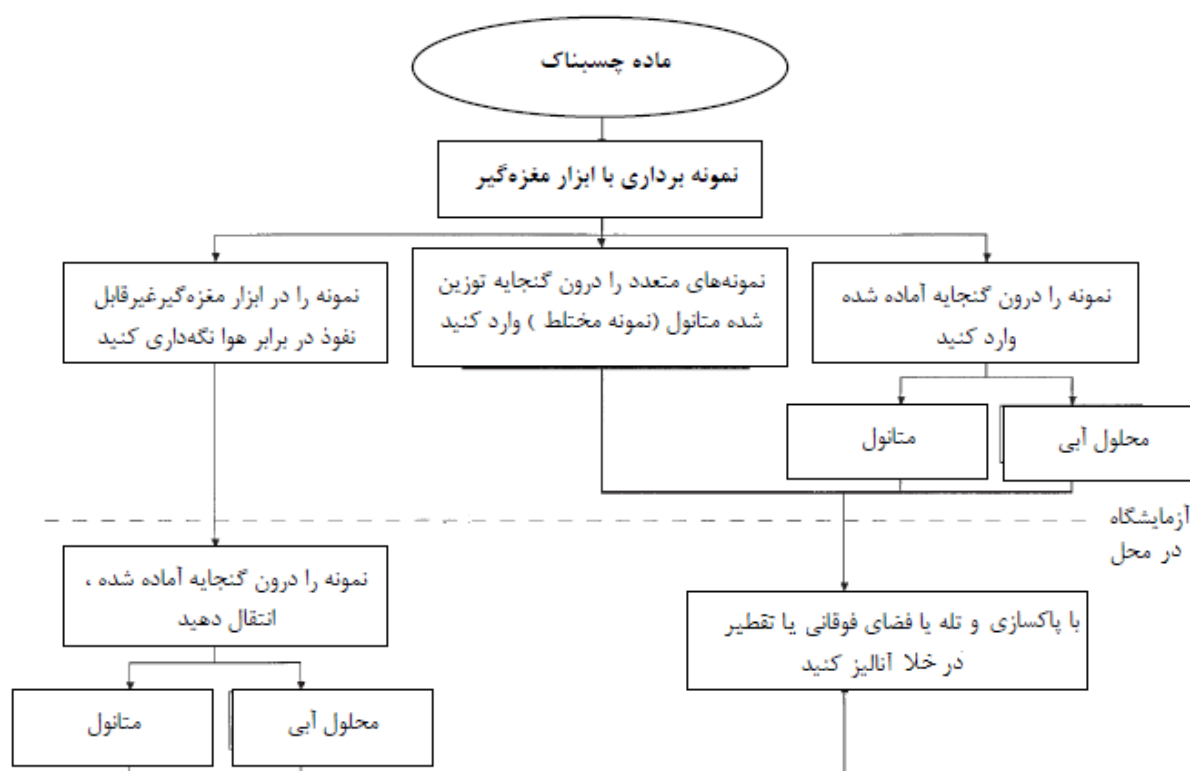
۵ انتخاب روش آماده‌سازی نمونه برای تجزیه VOC

۱-۵ مقدمه

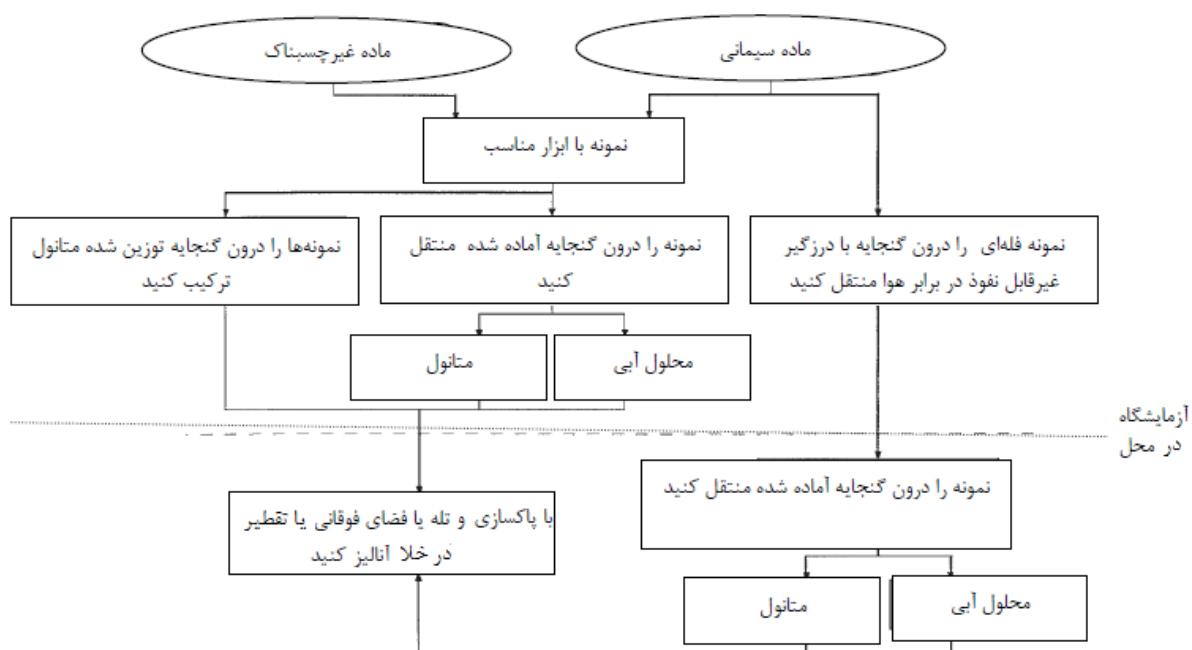
۱-۱-۵ روش‌های جمع‌آوری، جابه‌جایی و حفظ نمونه‌ها باید با روش آماده‌سازی نمونه‌ها برای آنالیز VOC همخوانی داشته باشد و همچنین اهداف کیفی مرتبط را برآورده سازد (به استاندارد ASTM D5792 مراجعه شود). آماده‌سازی نمونه برای آنالیز دستگاهی می‌تواند در محل یا آزمایشگاه آغاز شود. در هر دو حالت، پیش از آنالیز، بهتر است نمونه در ویال یا بطری آنالیز مواد آلی فرار توزین شده (مطابق با زیربند ۳-۶) قرار داده شود. هنگام کار با پسماند جامد با ویژگی‌های نامشخص، توصیه می‌شود که آزمون‌های سازگاری (به استاندارد ASTM D5058 مراجعه شود) بین ماده نمونه و محلولی (به زیربندهای ۲-۵ و ۳-۵ مراجعه شود) که برای آماده شدن جهت آنالیز به آن منتقل خواهد شد، انجام شود. هنگام جمع‌آوری خاک‌های شدیداً

آلوده یا پسماندی با ترکیبات ناشناخته، اکیداً 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.

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



شکل ۱- گزینه‌های جابه‌جایی نمونه از مواد چسبناک



شکل ۲- گزینه‌های جابه‌جایی نمونه برای مواد غیرچسبناک و سیمانی

۲-۵ استخراج با متانول

۲-۵-۱ 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 یا تقطیر در خلأ استفاده شود.

۲-۲-۵ مزایای استخراج با متانول عبارتند از:

- برای نماینده و معرف بودن نمونه‌ها، امکان برداشت نمونه‌های بزرگتر یا نمونه‌های مختلط وجود دارد (به استاندارد ASTM D6051 مراجعه شود).
- از تجزیه زیستی جلوگیری به عمل می‌آید.
- در این روش به دلیل تمایل زیاد متانول با ترکیبات VOCs و خواص خیس‌کنندگی مطلوب، امکان استخراج مناسب ترکیبات مذکور از مواد ماتریکس وجود دارد.
- یک نمونه فرعی چند بار قابل آنالیز است.
- در صورتی که از عدم هدررفت VOCs اطمینان حاصل شود، برخی از نمونه‌های استخراج شده را می‌توان برای مطالعات بعدی نگهداری کرد (به زیربند ۹-۱-۱ مراجعه شود).

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

- ممکن است بسته به میزان متانول موجود در نمونه‌ها، به ناچار هنگام حمل، آن‌ها را به عنوان مایعاتی اشتعال‌پذیر تلقی کرد.
- خطرات ناشی از سمیت و اشتعال‌پذیری متانول متوجه کارکنان خواهد بود.
- حدود تشخیص به دلیل رقیق شدن گونه مورد آزمون افزایش می‌یابد.
- امکان تداخل پیک متانول با VOCs موردنظر وجود دارد.
- اثر نامطلوب متانول بر روی کارایی دستگاه کروماتوگرافی گازی و سامانه‌های آشکارساز محتمل است.
- دفع نمونه‌های استخراج شده با متانول باید طبق مقررات مربوط به دفع پسماندها انجام شود.

۴-۲-۵ مشکلات پشتیبانی اجرای این اقدامات در محل با استخراج نمونه‌ها با متانول، زمان دریافت نمونه‌ها در آزمایشگاه، مشروط بر اینکه نمونه‌ها در گنجایه‌های کاملاً دربسته و غیرقابل نفوذ در برابر هوا حمل شده باشند (به زیربندهای ۲-۳-۶ و ۱-۸ و ۲-۸ مراجعه شود)، قابل حل خواهد بود. علاوه بر این، اگر میزان VOC نامعلوم باشد، می‌توان نمونه همسان را تهیه کرد و مورد بررسی قرار داد تا معلوم شود که آیا استخراج با متانول برای غلظت‌های پیش بینی شده آلاینده‌ها مناسب است یا نه.

۳-۵ تفکیک جزء به جزء بخار^۱

۱-۳-۵ تفکیک جزء به جزء بخار در برگیرنده آنالیز مستقیم نمونه با روش پاکسازی و تله^۲، فضای فوقانی^۳ یا تقطیر در خلأ^۴ است. در هر مورد، نمونه درون ویال VOA^۵ توزین شده یا بالن (برای تقطیر در خلأ)، حاوی آب یا محلول نگه‌دارنده (برای مثال آب اسیدی شده) قرار داده می‌شود که از آن بخار برای آنالیز بدون باز کردن در گنجایه حذف می‌شود.

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

- در این روش به دلیل این که رقیق‌سازی صورت نمی‌گیرد، حدود تشخیص نسبت به روش استخراج با متانول پائین‌تر است.
- هیچ تداخلی از ناحیه حلال‌های آلی وجود ندارد.
- نیاز به رعایت مقررات خاص مرتبط با حمل، دفع و جابه‌جایی حلال‌های آلی وجود ندارد.

۳-۳-۵ معایب روش تفکیک جزء به جزء بخار عبارتند از:

1- Vapor Partitioning
2- Purge-and-trap
3- Headspace
4- Vacuum distillation
5- Volatile organic analysis (VOA) vial

- ویال VOA یا رابط مورد استفاده همراه با ویال VOA، یا هر دو، اغلب مختص دستگاه هستند.
- یادآوری- ویال های VOA برای ابزارهای پاکسازی و تله خودکار و فضای فوقانی در اندازه های مختلفی یافت می شوند.
- اندازه نمونه در سامانه های خودکار محدود می شود (کمتر از ۱۰ g).
- استفاده از روش حفظ متناسب با ماتریکس ممکن است ضرورت داشته باشد (به پیوست ب مراجعه شود).
- تفکیک جزء به جزء بخار در مقایسه با روش استخراج با متانول، کارایی کمتری از نظر بازیابی VOCs در برخی مواد دارد.
- هنگام استفاده از پاکسازی و تله یا تقطیر در خلا، فقط یک آنالیز واحد از همان نمونه را می توان انجام داد، همچنین فقط یک آنالیز واحد با آنالیز فضای فوقانی امکان پذیر است، مگر اینکه غلظت ها امکان استفاده از حجم کوچکی از تزریق را امکان پذیر سازند.
- ۵-۳-۴ محدودیت های تحمیل شده در روش های تفکیک فاز بخار با توجه به تعداد آنالیزهایی که می تواند روی نمونه واحد انجام شود، با برداشتن نمونه های تکراری رفع می شود.
- ۵-۳-۵ هنگام استفاده از روش های تفکیک فاز بخار، می توان با آماده سازی نمونه در آزمایشگاه و نیز انتقال نمونه به آزمایشگاه در گنجایه های غیرقابل نفوذ نسبت به هوا (به زیربند ۶-۲-۱ مراجعه شود) مشکلات پشتیبانی برای آماده سازی نمونه در محل را رفع نمود (به زیربند ۶-۳-۳ مراجعه شود). اگر میزان VOC نامعلوم باشد، می توان یک نمونه همسان تهیه کرد و مناسب بودن روش تفکیک جزء به جزء بخار برای آماده سازی نمونه را مورد بررسی قرار داد.

۶ ابزارها و گنجایه های نمونه برداری

- ۶-۱ توصیه می شود همه ابزارها و ظروف جابه جایی نمونه مورد استفاده برای جمع آوری و نگهداری نمونه ها جهت آنالیز از مواد غیر واکنش پذیر که سبب جذب، فروشویی یا انتشار ترکیبات مورد نظر نشود، ساخته شوند. موادی که می توانند این معیارها را برآورده سازند، عبارتند از: شیشه، فولاد زنگ نزن، فولاد و برنج. موادی مانند پلی تترافلورو اتیلن (PTFE)^۱ و بسیاری از پلاستیک های سخت نیز ممکن است استفاده شوند، با این حال، باید تشخیص داد که این مواد ممکن است تا حدودی دارای خواص جاذب باشند یا انتشار آهسته برخی از VOCs را سبب شوند. از مواد با واکنش پذیری محدود هنگامی که مدت زمان تماس نمونه با این مواد خیلی کوتاه باشد یا مدت زمانی که برای درزبندی های غیرقابل نفوذ در برابر هوا لازم است، می توان استفاده کرد. ابزارهای جمع آوری نمونه و نیز گنجایه های نگهداری که از موادی به غیر از مواد ذکر شده ساخته شده اند، تنها زمانی استفاده می شوند که مناسب بودن آنها اثبات شده باشد (به زیربند ۶-۲-۱ مراجعه کنید).

1- Polytetrafluoroethylene

مراجعه شود). توصیه می‌شود تمیز کردن ابزار جمع‌آوری نمونه و نیز گنجایه‌های نگهداری به گونه‌ای سازگار با استفاده موردنظر از آن‌ها انجام شود.

۶-۲ ابزارها، نمونه‌برداری‌ها، به ویژه نمونه‌برداری از مواد فله‌ای که در نواحی زیرسطحی قرار دارند، اغلب در چندین مرحله انجام می‌شود. بیشتر تجهیزاتی که برای تهیه نمونه‌ها از نواحی زیرسطحی زمین استفاده می‌شوند، برای صنعت ژئوتکنیک تهیه شده‌اند. با این حال چندین وسیله به ویژه برای نمونه‌برداری محیطی با روش‌های فشاری مستقیم تهیه شده‌اند (به استاندارد ASTM D6282 مراجعه شود). سامانه‌های بازیابی نمونه‌های فله‌ای زیرسطحی برای دستیابی به مغزه‌های استوانه‌ای دست نخورده مواد، با قطر ۲٫۵ cm تا ۱۰٫۲ cm و طول ۳۰٫۵ cm (و بیشتر) طراحی شده‌اند. دو وسیله جمع‌آوری که معمولاً برای جمع‌آوری نمونه زیرسطحی مورد استفاده قرار می‌گیرند، عبارتند از:

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

- مغزه‌گیر لوله‌ای (مغزه‌گیر با لوله استوانه‌ای) که نمونه‌های فرعی را از انتهای باز برمی‌دارد.

مغزه‌گیرهای لوله‌ای برای نگهداری نمونه‌های موردنظر جهت آنالیز VOC توصیه نمی‌شوند، زیرا دارای درزبندی محکم و غیرقابل نفوذی در برابر هوا نمی‌باشند (به پیوست الف مراجعه شود). وسایل نمونه‌برداری دو لوله و تک لوله برای نمونه‌برداری‌های محیطی استفاده می‌شوند و به طور معمول با روش‌های فشاری مستقیم عمل می‌کنند. 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. اطلاعات اضافی در خصوص کاربرد و طراحی انواع مختلفی از سامانه‌های جمع‌آوری زیرسطحی در استانداردهای ASTM D4700 و ASTM D6282 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 دست نخورده حفظ شوند. نمونه‌برداری فرعی نمونه‌های توده‌ای، ظرف چند دقیقه از آورده شدنشان به سطح صورت می‌پذیرد (برای راهنمایی‌های بیشتر به زیربندهای ۷-۱ تا ۷-۳ مراجعه شود).

۶-۲-۱ برای اخذ نمونه‌ها با اندازه مناسب برای مثال ابزارهای مغزگیر با قابلیت جمع‌آوری نمونه‌های با حجم 3 cm^3 تا 15 cm^3 ، به ترتیب برای جمع‌آوری نمونه‌های ۵ g و ۲۵ g جهت آنالیز، ابزارهای دستی کوچک‌تری علاوه بر ابزارهای مغزه‌گیری که مقادیر فله‌ای از مواد را بازیابی می‌کنند، وجود دارد (به شکل ۳ مراجعه شود). در صورتی که از ابزارهای مغزه‌گیر کوچک‌تر برای نگهداری نمونه (به زیربند ۸-۱-۱ مراجعه شود) استفاده شود، لازم است که از مواد واکنش‌ناپذیر ساخته شده 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.

۳-۶ گنجایه‌ها، ویال‌ها و بطری‌های VOA مورد استفاده برای نگهداری و آماده‌سازی نمونه‌ها جهت آنالیز باید از شیشه ساخته شده باشند و دارای درزبندی‌های محکم باشند. برای این که درزبندی گنجایه‌ها محکم باشد، باید بالشتک سپتم^۱ ضخیمی بین مواد درزبندی (PTFE) و کلاهک گنجایه (درپوش‌های پیچی از پلاستیک سخت یا انتهای موجداری آلومینیومی) قرار داشته باشد. کلاهک‌های PTFE دارای بستر سپتم انعطاف‌پذیری ندارند و اغلب درزبندی غیرقابل نفوذی را در برابر هوا و مایعات ایجاد نخواهد کرد. ضخامت PTFE مورد استفاده برای سپتم آستردار، 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 عاری از VOC باشد و در صورت لزوم ممکن است حاوی میله هم‌زن PTFE یا شیشه هنگام جمع‌آوری نمونه باشد (به بند ۸ مراجعه شود).

۲-۳-۶ آماده‌سازی گنجایه‌ها برای استخراج متانول، آماده‌سازی گنجایه‌ها برای آماده‌سازی نمونه در محل و در آزمایشگاه کاربرد دارد. حجم مناسبی از متانول از نوع تجزیه‌ای (HPLC) توسط آزمایشگاه تامین‌کننده گنجایه یا توسط نمونه‌بردار یا شخص ثالث به گنجایه بدون مواد آلی اضافه می‌شود. طرف اضافه‌کننده متانول به گنجایه باید مسئولیت تهیه شاهدهای تریپ^۲ را نیز بر عهده گیرد (به استاندارد ASTM D4687 مراجعه شود). 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، قبل و بعد از افزودن نمونه، برای تعیین جرم نمونه مرطوب در نمونه استفاده می‌شود. به دلیل وجود آب (رطوبت) در اغلب نمونه‌ها، برای محاسبه بازیابی غلظت گونه‌های مورد آزمون در نمونه، باید این مقدار رطوبت به عنوان منبع رقیق‌سازی محلول نیز مدنظر قرار گیرد.

۳-۳-۶ آماده‌سازی گنجایه‌ها برای تفکیک جزء به جزء بخار، آماده‌سازی گنجایه‌ها برای آماده‌سازی نمونه در محل و در آزمایشگاه کاربرد دارد. در این روش، آنالیز مستقیم نمونه با روش‌های پاکسازی و تله یا فضای فوقانی ممکن می‌شود. در هر مورد، نمونه به ویال VOA منتقل می‌شود که از آن بخار (فقط بخشی از آن

1- Septum cushion
2- Trip blanks

برای آنالیز فضای فوقانی) بدون این که 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 در ویال VOA قبل از اضافه کردن نمونه موجود باشند. در تجهیزات خودکار برای پاکسازی و تله و سامانه‌های فضای فوقانی به ترتیب از ویال‌های VOA، ۴۴ ml (یا ۴۰ ml) و ۲۲ ml استفاده می‌شوند. حجم آب مورد استفاده برای این دو سامانه متفاوت به طور نوعی ۱۰ ml یا کمتر است. علاوه بر این، وزن گنجایه باید پیش از افزوده شدن نمونه توزین و یادداشت شود. تفاوت در وزن گنجایه، پیش از افزوده شدن نمونه و پس از آن، برای تعیین وزن نمونه مرطوب استفاده می‌شود.

۴-۳-۶ آماده‌سازی نمونه‌های حمل 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. هنگامی که از نمونه‌های بیشتر و بطری‌های بزرگ‌تر، یا هر دو، استفاده می‌شود، آزمون‌های تجربی باید برای تعیین حجم موردنیاز از محلول انجام شود. در صورت افزودن متانول به صورت دستی می‌توان از سوزنی با قطر خارجی ۰/۶۳۵ mm و قطر داخلی ۰/۳۱۸ mm یا سوزن کوچکتر (به یادآوری ۱ مراجعه شود) استفاده کرد. پس از افزودن متانول، نمونه خاک باید پخش شود. اگر نمونه، بیش‌تر از مدت زمان مجاز (به طور نوعی 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 دست‌نخورده انجام گیرد. هنگامی که در آزمایشگاه از روش استخراج در دماهای بالا، یا 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 $2 \pm 4^{\circ}\text{C}$ خنک شود و این عملیات باید در اولین فرصت ممکن انجام شود. خنک کردن نمونه، فشار بخار گونه مورد آزمون مربوطه را کم می‌کند و سبب کاهش فشار در اثر افزایش متانول می‌شود. با وجود متانول در ظرف جمع‌آوری نمونه پیش از افزوده شدن نمونه، اقدامات احتیاطی بیش‌تری 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 جمع‌آوری کنید. خاک یا پسماند مورد نمونه‌برداری، ممکن است سطح ناهموار دست نخورده یا محتویات به هم نخورده به دست آمده از نمونه‌بردار لوله‌ای شکاف‌دار، لاینر^۱ (به پیوست پ مراجعه شود) مغزه‌گیر لوله‌ای یا لاینر سامانه نمونه‌برداری فشاری مستقیم تک لوله یا دو لوله 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 از طرف بزرگ‌تر نمونه مغزی بزرگ‌تر بردارید. ابزار مغزه‌گیر را خارج کنید. قطر بهینه ابزار مغزه‌گیر به موارد زیر بستگی دارد:

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

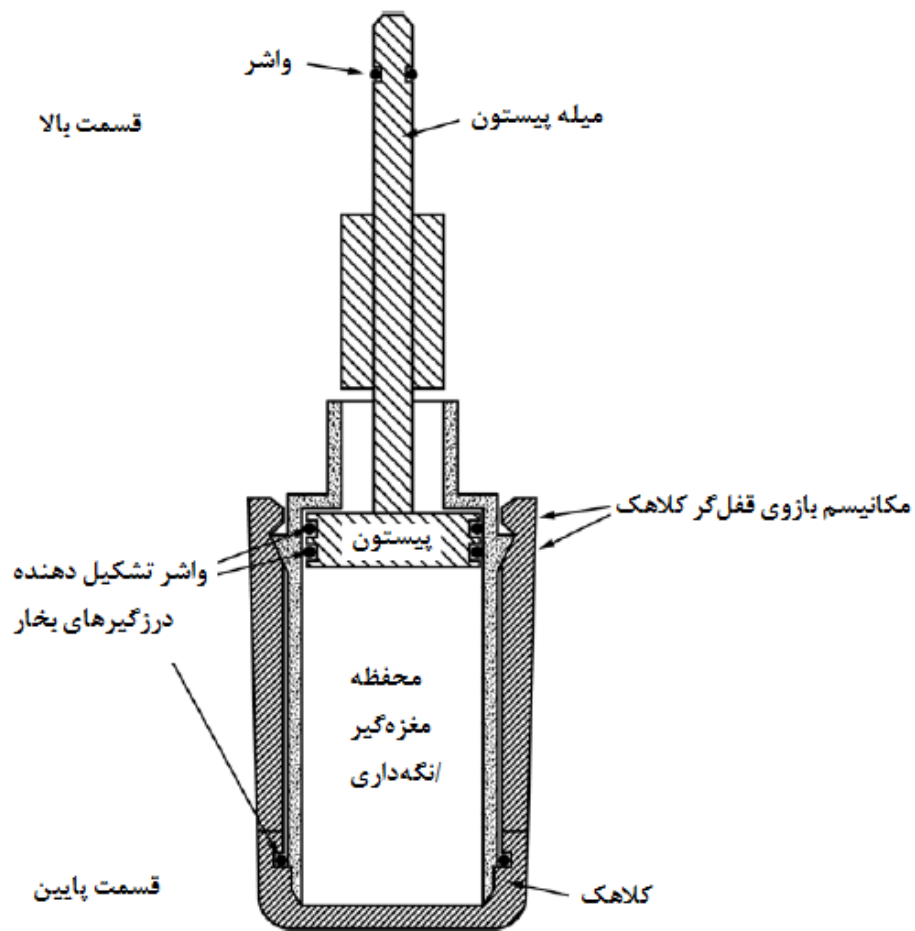
- اندازه ذرات مواد جامد (برای مثال، ذرات بزرگ‌تر نیاز به نمونه‌بردارهای بزرگ‌تر دارند)؛

- حجم نمونه مورد نیاز برای آنالیز.

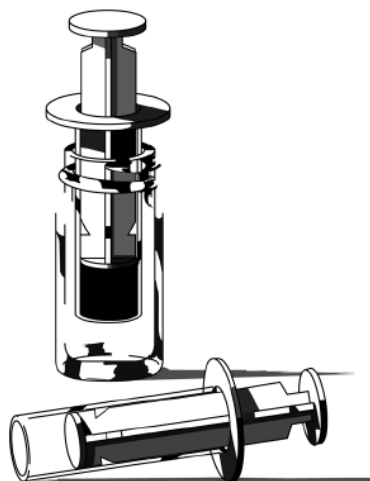
مثال: هنگامی که ۵ g نمونه خاک لازم است، فقط حجم 3 cm^3 لازم است جمع‌آوری شود (با فرض این که چگالی خاک 1.7 g/cm^3 باشد).

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

۷-۱-۱ نمونه‌برداری از مواد چسبناک غیرسیمانی با استفاده از ابزار طراحی شده برای به دست آوردن نمونه مناسب جهت آنالیز، نمونه با اندازه مناسب را برای آنالیز با استفاده از ابزار مغزه‌گیر فلزی یا پلاستیک سخت (به شکل‌های ۳ و ۴ مراجعه شود) جمع‌آوری کنید. برای مثال، ابزارهای مغزه‌گیر برای انتقال نمونه، می‌توانند از سرنگ‌های پلاستیکی یک‌بار مصرف با بریدن انتهای دوزنقه‌ای جلویی و برداشتن کلاهک پلاستیکی از پیستون تهیه شوند. این نوع ابزار مغزه‌گیر برای نگهداری نمونه مناسب نیستند. 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.



شکل ۳- اجزای ابزار نمونه بردار مغزه گیر



شکل ۴- ابزار مغزه گیر تهیه شده از سرنگ پلاستیکی

۲-۱-۷ یک نمونه به هم نخورده را با فشار دادن لوله 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 به عنوان گنجایه نگهداری استفاده شود، انتهای باز را پس از حصول اطمینان از تمیز شدن سطوح درزبندی با کلاهک ببندید (به زیربند ۸-۱-۱ مراجعه شود). در صورتی که ابزار صرفاً برای جمع‌آوری نمونه کاربرد داشته باشد و نه نگهداری آن، بلافاصله نمونه را از طریق فشردن آرام پیستون وارد ویال یا بطری VOA کنید. در طی 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 s) 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. قبل از گذاشتن کلاهک به صورت بصری، لبه و شیارهای 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.

۲-۷ ابزارهای مورد استفاده برای نمونه‌برداری مواد سیمانی، نمونه‌های مربوط به مواد سخت یا سیمانی را می‌توان با تقسیم بخش بزرگ‌تری از مواد با استفاده از قلم تمیز انجام داد تا کلوخه‌هایی 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 نمونه‌برداری شده، بستگی دارد. از این رو، در تفسیر نتایج حاصل از این مواد باید دقت لازم را در نظر داشت. در صورتی که 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 زیربندهای ۸-۱ و ۸-۲ مراجعه شود). جمع‌آوری، تقسیم نمونه به اجزای کوچک‌تر و افزودن نمونه به گنجایه باید در کوتاه‌ترین زمان ممکن انجام شود.

۳-۷ ابزارهایی که برای نمونه‌برداری مواد غیرچسبناک به کار می‌رود، در مورد نمونه‌برداری موادی مانند ریگ و ذرات ریزتر که امکان برداشتن و انتقال آسان آن‌ها با ابزارهای مغزه‌گیر وجود ندارد، می‌توان از قاشق یا قاشق برای جمع‌آوری نمونه مورد آنالیز VOC استفاده کرد (به پیوست الف مراجعه شود). 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 قاشق یا قاشق با محتویات مایع تماس نیابد. در مورد برخی مواد جامد، ممکن است لازم باشد که از قیف ته پهن یا ابزارهای مشابه دیگری 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

نمونه‌برداری و ماهیت مواد غیرچسبناک باعث می‌شود در مقایسه با سایر روش‌های نمونه‌برداری، سطح بیش‌تری در معرض هوا قرار گیرد، بنابراین احتمال هدررفت VOCs وجود دارد. دیگر منبع بالقوه خطا در طی فرایند نمونه‌برداری، جدا شدن مواد درشت‌تر از مواد ریزتر است که می‌تواند به خاطر تفاوت در اندازه ذرات و سطوح متفاوت آن‌ها باعث اریبی در داده‌های غلظت شود.

۴-۷ ویژگی‌های فیزیکی مکان نمونه‌برداری، یک نمونه جداگانه در چند سانتی‌متری همان محل نمونه‌برداری، از همان لایه 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 است، باید بررسی و ویژگی‌های آن ثبت شود. مواد حاصل 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 نگهداری کرد. جمع‌آوری این نمونه‌های کمکی بهتر است پس از جمع‌آوری نمونه‌ها برای آنالیز VOC انجام شود.

۸ نگهداری، انتقال و حفظ نمونه^۱

۱-۸ نگهداری و انتقال نمونه

۱-۱-۸ ملاحظات کلی

در ۴۸ h اولیه مدت زمان نگهداری و انتقال نمونه، همه نمونه‌ها برای آنالیز VOC، باید در گنجایه‌های غیرقابل نفوذ در برابر هوا، نگهداری شده و دست کم تا $^{\circ}\text{C } (4 \pm 2)$ خنک شوند. برای مدت زمان‌های نگهداری طولانی‌تر، گنجایه غیرقابل نفوذ در برابر هوا باید حاوی مواد نگهدارنده شیمیایی باشد یا تحت شرایطی نگهداری شود که حفظ مناسب گونه‌های مورد آزمون را تضمین کند (به زیربند ۸-۲ مراجعه شود).

۲-۸ حفظ نمونه برای زمان‌های بیش از ۴۸ h

۱-۲-۸ پیشنهاد می‌شود که نمونه‌های نگهداری شده در گنجایه غیرقابل نفوذ به هوا، نباید بیش از ۴۸ h در دمای $^{\circ}\text{C } (4 \pm 2)$ برای آنالیز یا حفظ نگهداری شوند. اگر ثابت شود که غلظت VOC تحت‌تاثیر قرار نخواهد گرفت، یا داده‌های تولید شده در زمان آنالیز، اهداف کیفی مربوط به داده‌ها را برآورده می‌کنند، مدت زمان نگهداری در دمای $^{\circ}\text{C } (4 \pm 2)$ 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، ترجیحا در فریزر در دمای $^{\circ}\text{C}$ (-12 ± 5) ، یا با مواد خنک‌کننده موقتی، برای مثال مخلوطی از نمک و یخ یا یخ خشک، به پیوست ب مراجعه شود). 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 موردنظر برای آنالیز با تفکیک جزءبه‌جز بخار در دمای پایین انجام می‌شود، آب‌عاری از VOC و در صورت نیاز میله هم‌زن PTFE یا شیشه‌ای باید پیش از افزودن نمونه، در محل موجود باشند (به زیربند ۳-۳-۶ مراجعه شود). اقدامات احتیاطی لازم ممکن است برای مثال در قرار دادن ظرف نمونه از پهلوی و هنگام استفاده از شرایط دمایی پایین با ویال‌های VOA کوچک‌تر از ۴۰ ml یا هنگامی که بیش از ۵ ml آب موجود است، به خاطر احتمال شکست ایجاد شده بر اثر تشکیل یخ ضرورت یابد. هنگامی که نمونه برای استخراج با متانول آماده می‌شود، این حلال، را می‌توان از طریق سیستم ظرف نگهداری در دمای پایین (به زیربند ۴-۳-۶ مراجعه شود) وارد کرد. در هر حالت، بلافاصله به دنبال نگهداری نمونه‌ها در ویال‌ها یا بطری‌های VOA در دمای پایین، کلاهک‌های گنجایه‌ها باید بررسی و در صورت لزوم سفت شوند. برای ابزار نمونه‌برداری مغزه‌گیر، که به عنوان گنجایه نگهداری استفاده میشوند، نمونه به درون ویال VOA آماده شده پس از نگهداری در دمای پایین منتقل می‌شود (به استاندارد ASTM D6418 مراجعه شود).

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 $^{\circ}\text{C}$ (4 ± 2) تا ۱۴ روز قابل افزایش است. اگر ثابت شود که بر غلظت VOC تاثیرگذار نمی‌باشند یا داده‌های تولید شده هنگام آنالیز، برآورده کننده اهداف کیفی مربوط به داده‌ها می‌باشند، حفظ با متانول تا مدت زمان‌های طولانی‌تر نیز می‌تواند انجام گیرد. روش حفظ شیمیایی برای نمونه‌های موردنظر برای آنالیز با تفکیک جزءبه‌جز بخار، عبارت است از اسیدی کردن در pH ۲ یا کم‌تر با سدیم بی‌سولفات یا هیدروکلریک اسید. با وجود این، نمونه‌های VOC حاوی کربنات‌ها، به خاطر جوشیدن و کف کردن، نباید به محلول اسیدی افزوده شوند (برای آگاهی از آزمون کربنات‌ها و استفاده از این اسیدها برای حفظ نمونه پیوست ۳ مراجعه شود). اقدامات احتیاطی لازم باید هنگام حفظ نمونه به روش اسیدی کردن رعایت شود، زیرا ترکیبات خاصی از گروه‌های اولفین، کتون، استر، اتر و سولفیدها تحت شرایط pH پایین واکنش خواهند داد (به پیوست ب مراجعه شود). نگهداری نمونه‌های اسیدی شده (مدت کامل از آغاز جمع‌آوری شروع می‌شود) در دمای $^{\circ}\text{C}$ (4 ± 2) تا ۱۴ روز قابل افزایش است. زمان‌های طولانی‌تر برای نگهداری نمونه اسیدی شده قابل استفاده است، مشروط بر آن که بر غلظت VOC تاثیرگذار نباشند 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. اجازه دهید مواد ذره‌ای معلق ته‌نشین 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 الف مراجعه شود). افزایش استخراج VOCs در 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 گنجایه نمونه خارج کند. در صورت لزوم، کلاهک گنجایه نمونه را می‌توان برداشت و میزان حجم را با سرنگ یا پی‌پت جمع‌آوری کرد. با این وجود، مدت زمانی که کلاهک از گنجایه برداشته می‌شود، باید تا حد امکان کوتاه باشد تا هدررفت ناشی از فراریت 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 یک‌بار 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. مخلوط کردن مواد جامد با محلول آبی نه تنها از بسته شدن سوزن افشانه به کار رفته در سامانه پاکسازی و تله جلوگیری می‌کند، بلکه به حفظ تعادل به وسیله تماس نمونه با محلول تفکیک نیز کمک خواهد کرد. برای افزایش تفکیک در فاز بخار، سامانه‌های 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

(آگاهی دهنده)

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 است که در آن‌ها پسماندهای خطرناک وجود دارد. از آن‌جایی که بعضی از ترکیبات VOC بالقوه جهش‌زا و سرطان‌زا می‌باشند، 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 (جذب شده) می‌باشند. 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 فراریت و تجزیه زیستی انجام می‌گیرد. هدررفت ناشی از فراریت، زمانی اتفاق می‌افتد که مولکول‌های گازی، که ضریب انتشار 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، زیرا 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 دما بستگی دارد. در صورت وجود مقادیر کافی از گیرنده‌های الکترون، مواد غذایی و رطوبت، میکروب‌های بومی به تجزیه هوازی ترکیبات، حتی در صورت نگهداری در دمای 4°C ادامه می‌دهند. در ترکیبات آروماتیک غیرهالوژنه، این مکانیسم هدررفت نمود بیش‌تری دارد. برای جلوگیری از تجزیه زیستی در این ترکیبات، نمونه را می‌توان در متانول، غوطه‌ور یا منجمد نمود، یا تا رساندن pH آن به ۲ یا کمتر اسیدی کرد.

الف-۵ روشی که همه فازهای VOC را در نظر نمی‌گیرد، عبارت است از جمع‌آوری نمونه توده‌ای با استفاده از ابزار قاشقک مانند 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 توده‌ای تا ظرفیت کامل بطری، سطوح درزگیری اغلب آلوده می‌شوند و حین نگهداری نمونه، مانع از درزبندی محکم در مقابل بخار می‌شوند. با توجه به دلایل مذکور، 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، استفاده از نمونه‌بردارهای لوله‌ای مغزه‌گیر پوشش-دار با PTFE یا فویل آلومینیوم برای انتقال و ذخیره می‌باشد، که البته این پوشش‌ها مانع از درزبندی‌های غیرقابل نفوذ نسبت به هوا می‌شوند. ورقه‌های PTFE که ۰/۰۵ mm تا ۰/۰۸ mm ضخامت دارند به سهولت در مقابل بخارات VOC نفوذپذیر هستند. فرمولاسیون‌های الاستیکی PTFE (برای مثال، نوار لوله‌کشی سفید) در مقایسه با فرمولاسیون‌های نیمه شفاف و غیر الاستیکی نفوذپذیری بیش‌تری دارد. فویل آلومینیوم نیز مناسب نمی‌باشد، زیرا مواد در انتهای مغزه‌گیر چین خورده و حفرات کوچک تشکیل شده و امکان درزبندی غیرقابل نفوذ در برابر هوا فراهم نمی‌شود. اضافه کردن کلاهای پلیاستیکی و نوارهای درزبندی باعث بهتر شدن عملکرد PTFE یا فویل آلومینیوم نمی‌شود، زیرا پلیاستیک‌های انعطاف‌پذیر، VOCs را جذب می‌کنند. چسب و نوارهای درزبندی اغلب حاوی VOCs هستند، که به عنوان منبع بالقوه کاذب عمل می‌کنند.

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:

- نمونه‌ها فقط از سطوح تازه مواجهه یافته جمع‌آوری می‌شوند؛
- جمع‌آوری و انتقال نمونه بدون کم‌ترین میزان به هم خوردگی حالت فیزیکی آن، به سرعت انجام می‌شود؛
- نمونه‌ها تحت شرایطی نگهداری می‌شوند که بازیابی گونه‌های آزمون موردنظر را تضمین می‌کنند؛
- در صورت جمع‌آوری نمونه برای تفکیک جزء به جز بخار با آنالیزها (پاکسازی و تله یا فضای فوقانی) درزگیر غیرقابل نفوذ در برابر هوای VOA هرگز پیش از آنالیز برداشته نمی‌شود.

الف-۸ منبع اضافی دیگری که موجب عدم صحت آنالیزهای VOC می‌شود، استخراج ناکامل آن‌ها از مواد نمونه‌برداری شده می‌باشد. این منبع خطا یا ناشی از تفاوت‌ها بین روش‌های آماده‌سازی نمونه (به عبارتی، استخراج متانول در مقابل تفکیک جزء به جز بخار) یا سنیتیک فرایندهای جذب سطحی است. عموماً هر چه میزان کل کربن طبیعی در یک ماتریس افزایش یابد، بازیابی‌ها با استفاده از روش‌های تفکیک جزء به جز بخار در مقایسه با روش استخراج با متانول، به ویژه برای گونه‌های مورد آزمون آب‌گریزتر کاهش می‌یابد. حرارت‌دهی یا صوت، یا هر دو، سبب افزایش فرایندهای جذب سطحی (به عبارتی، انتقال جرم گونه مورد

آزمون از ماتریکس نمونه‌برداری شده به فاز بخار یا متانول) می‌شوند، بنابراین مراحل استخراج هنگامی که غلظت کل VOC هدف اندازه‌گیری باشد، باید مورد توجه قرار گیرد. در برخی 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

(آگاهی‌دهنده)

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 دماهای پایین، برای مثال در فریزر در دمای $^{\circ}\text{C}$ (-12 ± 5) کاهش داد. این روش دارای چندین مزیت در مقایسه با روش حفظ شیمیایی در محل به شرح زیر می‌باشد:

- 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 ماتریکس‌های خاک، تشکیل استون، که کاربری آن تابع مقررات است، مشاهده شده است.

ب-۲ دماهای 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 دماهای پایین که باعث انجماد خاک می‌شوند، برای استفاده کوتاه مدت (۱ 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 شود؛
- یک خنک‌کننده با کیفیت بالا باید به کار رود؛
- خنک‌کننده باید وقتی که دمای آن به زیر $^{\circ}\text{C}$ -5 می‌رسد، تعویض شود.

از یک خنک‌کننده با دیواره‌های ضخیم استایروفومی^۱ به نحوی که دوسوم حجم آن با کیسه‌های حاوی نمک و یخ با نسبت وزنی ۱ به ۳/۶ پر شده است، استفاده شود. در ابتدا دمای $^{\circ}\text{C}$ (-14 ± 3) را برقرار کنید و دمای زیر $^{\circ}\text{C}$ -5 تا ۲۰ h نگه دارید. با این حال، مدت زمان کوتاه‌تر نگهداری در یخچال با دمای زیر $^{\circ}\text{C}$ -5 هنگامی حاصل می‌شود که خنک‌کننده اغلب برای برداشتن یا گذاشتن نمونه‌ها باز شده باشد. در صورت استفاده از

1- Styrofoam

یخ خشک، باید زیر و بالای گنجایه‌های نمونه قرار داده شود و در تماس مستقیم با نمونه‌ها قرار نگیرد. هنگامی 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 اطراف جعبه نمونه قرار گیرند. رعایت این نکته احتیاطی هنگامی ضرورت می‌یابد که یخ خشک در تماس با بعضی مواد پلاستیکی می‌باشد 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. دمای درون خنک‌کننده بسته‌بندی شده با یخ خشک با دماسنج‌های معمولی قابل اندازه‌گیری نیست، زیرا اغلب زیر 20°C - است. این دمای خیلی پایین ممکن است بر انسجام درزگیر گنجایه نمونه تاثیرگذار باشد. در صورت استفاده از این دو خنک‌کننده موقتی، ملاحظات برای حمل نمونه‌ها باید به کار گرفته شود. برای مخلوط نمک و یخ، مدت و شرایط حمل باید کنترل شود تا دمای خنک‌کننده زیر 5°C - باقی بماند. هنگام استفاده از یخ خشک به عنوان خنک‌کننده، یک برگه باید قسمت بیرونی خنک‌کننده نصب شود تا وجود این خنک‌کننده و وزن آن را مشخص کند.

پیوست پ

(آگاهی‌دهنده)

روش‌های غربال‌گری و نمونه‌برداری فرعی مغزه‌های خاک زیرسطحی برای آنالیز VOC

پ-۱ سه روش شرح داده شده در این پیوست روش‌های غربال‌گری و نمونه‌برداری فرعی خاک از لایه‌های مورد استفاده در سامانه‌های نمونه‌برداری زیرسطحی فشاری مستقیم تک لوله را به منظور کاهش هدررفت VOCs در طی غربال‌گری و جمع‌آوری نمونه فراهم می‌کند. این روش‌ها، غربالگری آسان خاک بدون ایجاد نقص در انسجام خاک مورد نمونه‌برداری برای آنالیز را فراهم می‌کنند. همچنین این روش‌ها، انسجام خاک در طی جمع‌آوری نمونه را حفظ کرده و خاک برای مدت زمان بسیار کوتاهی در طی نمونه‌برداری در معرض اتمسفر قرار می‌گیرد.

پ-۱-۱ نمونه‌برداری مستقیم از خاک زیرسطحی، در این روش، لاینر، پلی‌ونیل کلرید (PVC)^۱ با ضخامت تقریبی ۱ mm و مجموعه‌ای از سوراخ‌های دایره‌ای می‌باشد که در یک لفافه^۲ پیچانده می‌شود (به یادآوری‌های ۱، ۲ و ۳ مراجعه شود). سوراخ‌ها در فواصل ۴ cm از یکدیگر قرار دارند (به یادآوری ۴ مراجعه شود). محل و تعداد سوراخ‌ها در لاینر برای غربالگری و جمع‌آوری نمونه باید به نحوی باشد که با خاک پر شود. هر قسمت از لاینر که به صورت کامل با خاک پر نمی‌شود، نباید نمونه‌برداری یا غربالگری شود. قطر هر سوراخ دایره‌ای که برای غربالگری استفاده می‌شود، ۶ mm است. قطر هر سوراخ دایره‌ای که برای جمع‌آوری نمونه استفاده می‌شود، باید دارای ابعاد موردنیاز برای قرارگیری آسان ابزار مغزه‌گیر دستی باشد که برای جمع‌آوری نمونه در سوراخ قرار می‌گیرد (به شکل پ-۱ مراجعه شود). هنگامی که مغزه خاک به سطح آورده می‌شود و از لوله نمونه‌بردار خارج می‌شود، لفافه برش داده شده و برداشته می‌شود تا برای غربالگری، دایره‌های سوراخ‌دار ۶ mm نمایان شوند. دایره‌های سوراخ‌دار در لاینر برداشته می‌شوند تا خاک در معرض قرار گیرد (به یادآوری ۵ مراجعه شود). فضای فوقانی خاک در معرض را می‌توان با استفاده از آشکارساز فوتوایونیزاسیون (PID)^۳ یا وسایل مناسب دیگر غربالگری کرد. برای جمع‌آوری نمونه، لفافه برداشته می‌شود تا دایره‌های سوراخ‌دار بزرگ‌تر در معرض قرار گیرند. به منظور جمع‌آوری نمونه خاک تازه در معرض، ابزار مغزه‌گیر دستی بلافاصله در سوراخ لاینر قرار می‌گیرند. در صورتی که نمونه با استفاده از ابزار مغزه‌گیر طراحی شده برای انتقال نمونه به گنجایه نگهداری جمع‌آوری می‌شود، توصیه می‌شود نمونه را بلافاصله از گنجایه نگهداری خارج کنید. اگر ابزار مغزه‌گیر به عنوان گنجایه نگهداری استفاده شود، انتهای باز را پس از حصول اطمینان از تمیز شدن سطوح درزبندی با کلاهک ببندید (به زیربندهای ۷-۱-۲ و ۸-۱-۱ مراجعه شود).

1- Polyvinyl chloride

2- Shrink wrap

3- Photoionization detector

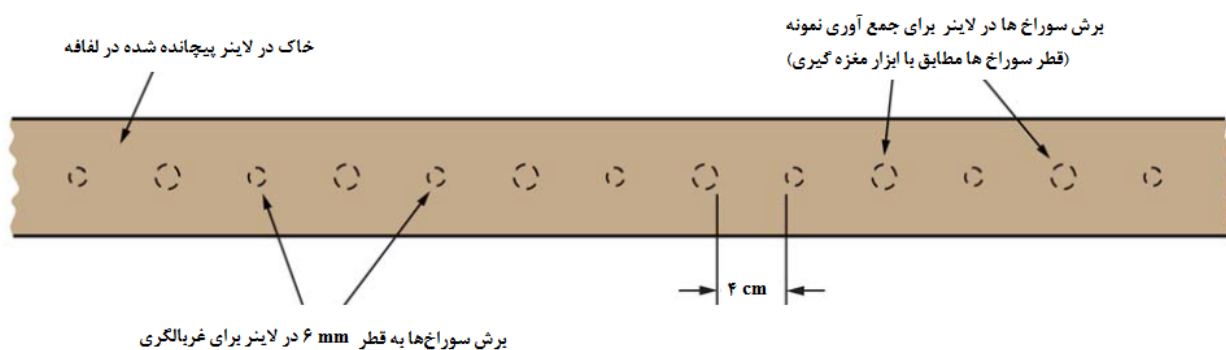
یادآوری ۱- آماده‌سازی لاینرهای نمونه شامل برش سوراخ‌ها در لاینر یا برش لاینر در قسمت‌های پیچانده شده در لفافه قبل از آغاز جمع‌آوری نمونه می‌باشد. هنگام شروع جمع‌آوری نمونه، لاینر پیچانده شده در لفافه باید در دمای محیط باشند.

یادآوری ۲- لفافه برای لاینرهایی که دارای سوراخ‌ها یا برش‌هایی در آن می‌باشند، اعمال می‌شود تا از هدررفت VOCs و هرگونه ذرات ریز از طریق سوراخ‌ها یا برش‌ها جلوگیری شود. لفافه، بین لاینر نمونه و لوله نمونه‌بردار خاک قرار می‌گیرد. در این حالت، حذف لاینر نمونه از لوله نمونه‌بردار خاک مشکل می‌باشد. به منظور جلوگیری از پیچش یا شکاف خوردن لفافه، هنگامی که لاینر نمونه پیچانده شده در لفافه در لوله نمونه‌بردار خاک قرار می‌گیرد، لفافه باید به اندازه‌ای باشد که به قدر کافی محکم بوده یا بدون مزاحمت در لوله نمونه‌برداری قرار گیرد.

یادآوری ۳- لفافه‌هایی که در آزمون میدانی مذکور در زیربند پ-۳ استفاده می‌شوند، باید انعطاف‌پذیر با قابلیت انقباض حرارتی از جنس PVC با دیواره نازک (در حدود ۱/۰۱۶ mm) و دمای انقباض 100°C باشند.

یادآوری ۴- برای کار میدانی مذکور در زیربند پ-۳، با استفاده از اهر سوراخ‌ها را ایجاد کنید.

یادآوری ۵- برای کار میدانی مذکور در زیربند پ-۳، با استفاده از تیغ، باقیمانده مواد لاینر در برش را بردارید. از یک ابزار مانند پیچ گوشتی تخت می‌توان برای بلند کردن یک طرف سوراخ دایره‌ای استفاده کرد. با چرخش پیچ گوشتی، زبانه‌های متصل به لاینر ممکن است شکسته شوند.



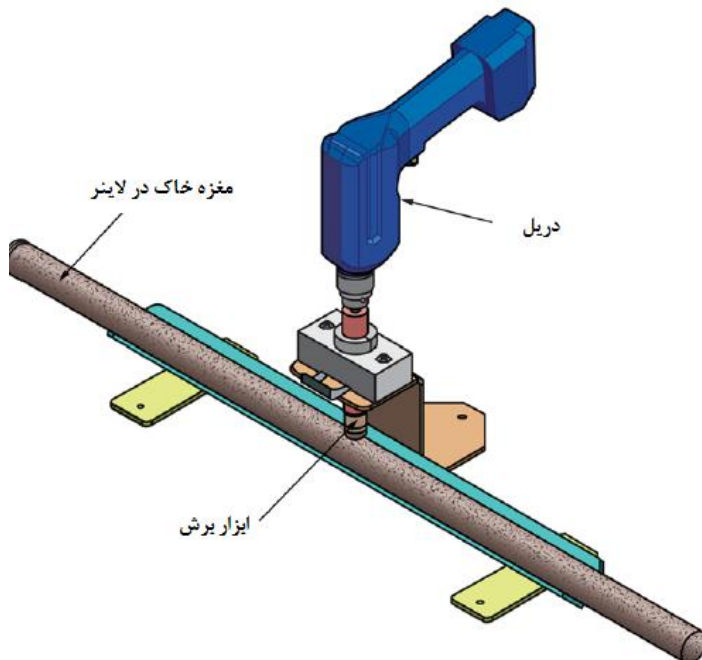
شکل پ-۱- پیکربندی لاینر برای روش نمونه‌برداری مستقیم از خاک زیرسطحی

پ-۱-۲ نمونه‌برداری مستقیم از خاک زیرسطحی با استفاده از ابزار برش، در این روش، لاینر که PVC با ضخامت تقریبی ۱ mm و سالم (بدون نقص) می‌باشد، در لفافه پیچانده نمی‌شود. مغزه خاک در لاینر به سطح آورده شده و از لوله نمونه‌بردار خاک خارج می‌شود و سپس در یک قاب فلزی برای نمونه‌برداری فرعی قرار داده می‌شود. از یک دریل می‌توان برای ایجاد برش‌های دایره‌ای در لاینر استفاده کرد (به شکل پ-۲ و یادآوری ۱ مراجعه شود). دایره‌ها در لاینر در فواصل معین مطابق با رویه نمونه‌برداری یا بر اساس مشاهدات و آزمون برش داده می‌شوند. دایره‌ها در لاینر را می‌توان در طول لاینر برش داد. هر قسمت از لاینر که به صورت کامل با خاک پر نمی‌شود را نباید غربالگری یا نمونه‌برداری کرد. قطر هر دایره، ابعاد مورد نیاز برای

قرارگیری آسان ابزار مغزه‌گیر دستی می‌باشد که در درون سوراخ لاینر قرار می‌گیرد. دایره‌های برش داده شده در لاینر را می‌توان حذف کرد تا خاک برای غربالگری در معرض قرار گیرد. فضای فوقانی خاک در معرض را با استفاده از PID یا وسایل مناسب دیگر غربالگری کنید. برای جمع‌آوری نمونه، دایره‌های برش داده شده را برداشته و ابزار مغزه‌گیر دستی را به سرعت در سوراخ لاینر جهت جمع‌آوری نمونه خاک تازه در معرض قرار دهید (به یادآوری ۲ مراجعه شود). در صورتی که نمونه با استفاده از ابزار مغزه‌گیر طراحی شده برای انتقال نمونه به گنجایه نگهداری جمع‌آوری می‌شود، توصیه می‌شود نمونه را بلافاصله از گنجایه نگهداری خارج کنید. اگر ابزار مغزه‌گیر به عنوان گنجایه نگهداری استفاده شود، انتهای باز را پس از حصول اطمینان از تمیز شدن سطوح درزبندی با کلاهک ببندید (به زیربندهای ۷-۱-۲ و ۸-۱-۱ مراجعه شود).

یادآوری ۱- برای کار میدانی مذکور در زیربند پ-۳، مته ابزار برش باید از جنس فولاد زنگ نزن به طول ۲/۹ cm و قطر خارجی ۲/۱ cm باشد. نیمه بالایی مته باید به اتصالات مربعی برای اتصال به شفت دریل مجهز باشد. ۱/۳ cm از قسمت انتهایی مته توخالی می‌باشد (به زیربند پ-۳ مراجعه شود).

یادآوری ۲- از آنجایی که لاینر نمونه‌برداری دارای ضخامت ۱ mm می‌باشد، هنگامی که دایره‌ها در لاینر با ابزار برش، بریده می‌شوند، فقط مقدار کمی براده ایجاد می‌شود. این براده‌ها، به تجمع به دور از مغزه خاک متمایل می‌باشند. با این حال، در صورتی که برخی از براده‌ها بر روی سطوح خاک تازه در معرض قرار گیرند، توصیه می‌شود آن‌ها را بلافاصله قبل از جمع‌آوری نمونه بردارید.



شکل پ-۲- روش نمونه‌برداری مستقیم از خاک زیرسطحی با استفاده از ابزار برش

پ-۱-۳ روش نمونه‌برداری خاک زیرسطحی مقطعی، در این روش بخشی از طول لاینر را در مقاطع متناوب به طول‌های ۸ cm و ۵ cm برش دهید (به شکل پ-۳ مراجعه شود). موقعیت و تعداد مقاطع در لاینر باید به نحوی باشد که مقاطع به طور کامل با خاک مورد استفاده برای غربالگری و نمونه‌برداری پر شود. هر مقطعی که به صورت کامل با خاک پر نمی‌شود را نباید برای غربالگری یا نمونه‌برداری کرد. مقاطع ۸ cm دارای دایره‌های سوراخ‌دار ۶ mm می‌باشند که دسترسی برای غربالگری فضای فوقانی خاک را فراهم می‌کند. لاینر با مقاطع برش خورده و دایره‌های سوراخ‌دار را در لفافه تمیز بپیچانید. هنگامی که مغزه خاک به سطح آورده می‌شود و از لوله نمونه‌بردار خاک خارج می‌شود، لفافه را برش داده و بردارید تا دایره‌های سوراخ‌دار ۶ mm برای غربالگری در معرض قرار گیرد. دایره‌های سوراخ‌های در لاینر را برداشته تا خاک در معرض قرار گیرد (به پیوست پ-۵ مراجعه شود). فضای فوقانی خاک در معرض را با استفاده از PID یا وسایل مناسب دیگر غربالگری کنید. خاک درون مقاطع لاینر را از مغزه خاک باقی‌مانده بردارید. از انتهای یک سر، مقطع را برگردانده و از ابزار مغزه‌گیر دستی برای جمع‌آوری نمونه خاک تازه در معرض از سمت دیگر مقطع استفاده کنید. در صورتی که نمونه با استفاده از ابزار مغزه‌گیر طراحی شده برای انتقال نمونه به گنجایه نگه‌داری جمع‌آوری می‌شود، توصیه می‌شود نمونه را بلافاصله از گنجایه نگه‌داری خارج کنید. اگر ابزار مغزه‌گیر به عنوان گنجایه نگه‌داری استفاده شود، انتهای باز را پس از حصول اطمینان از تمیز شدن سطوح درزبندی با کلاهک ببندید (به زیربند ۷-۱-۲ و ۸-۱-۱ مراجعه شود).



شکل پ-۳- پیکربندی لاینر برای روش نمونه‌برداری خاک زیرسطحی مقطعی

پ-۲ یک مطالعه میدانی نشان می‌دهد هنگامی که باریکه افقی از لاینر مغزه خاک برای نمونه‌برداری فرعی و غربالگری برداشته می‌شود، VOCs (تری کلرو اتان، ۱ و ۱ و ۱-تری کلرو اتان و سیس-۱ و ۲-دی کلرو اتان) از خاک‌های درشت و نوع شنی که با استفاده از لوله فشاری مستقیم تک لوله جمع‌آوری می‌شوند، هدر می‌رود. این امر به احتمال زیاد ناشی از در معرض قرارگیری ذرات خاک با اتمسفر در طی غربالگری و جمع‌آوری نمونه و عدم انسجام خاک در طی نمونه‌برداری می‌باشد. روش‌های بیان شده، غربالگری آسان

خاک بدون ایجاد نقص در انسجام خاک مورد نمونه‌برداری برای آنالیز را فراهم می‌کنند. همچنین این روش‌ها، انسجام خاک در طی جمع‌آوری نمونه را حفظ کرده و خاک برای مدت زمان بسیار کوتاهی در طی نمونه‌برداری در معرض اتمسفر قرار می‌گیرد. در نتیجه مقدار هدر رفت از انواع خاک‌های درشت و نوع شن با استفاده از یکی از روش‌های مذکور کاهش می‌یابد.

پ-۳ یک مطالعه میدانی نشان می‌دهد هنگامی که یک باریکه افقی از لاینر مغزه خاک از نوع خاک رس متراکم و محکم با استفاده از سامانه فشاری مستقیم تک لوله برای غربالگری و نمونه‌برداری می‌شود جمع‌آوری می‌شود، از لحاظ آماری در سطح اطمینان ۹۵٪ اختلاف معنی‌داری در غلظت‌های VOCs (کلروفرم، کربن تتراکلرید، تری کلرو اتیلن، بنزن، اتیل بنزن و ارتو زایلن) در نمونه خاک در معرض و نمونه جمع‌آوری شده با استفاده از سه روش مذکور وجود ندارد. دمای بیرونی در طی این مطالعه در گستره 28°C تا 33°C می‌باشد.

پ-۳-۱ نتایج حاصل از این روش آزمون میدانی نشان می‌دهد که از لحاظ آماری در سطح اطمینان ۹۵٪ اختلاف معنی‌داری در غلظت‌های کلروفرم، کربن تتراکلرید، تری کلرو اتیلن، بنزن، اتیل بنزن و ارتو زایلن در نمونه‌های جمع‌آوری شده با استفاده از سه روش مذکور برای نمونه‌برداری از خاک رس وجود ندارد. این داده‌ها نشان می‌دهد که هدر رفت معنی‌داری از ترکیبات فرار به دلیل ایجاد حرارت در هنگام استفاده از ابزار برش برای نمونه‌برداری خاک زیرسطحی به صورت مستقیم رخ نمی‌دهد. لاینر PVC دارای ضخامت در حدود ۱ mm است و زمان برش لاینر کمتر از ۵ s تا ۱۰ s می‌باشد. از آنجایی که عملکرد طولانی مدت ابزار مغزه‌گیر رخ نمی‌دهد، مته‌های مغزه‌گیر را باید بین هر چرخه‌ای که در هنگام برش ایجاد حرارت می‌کند تعویض یا از آلودگی رفع نمود.

پ-۴ با توجه به زیربندهای پ-۲ و پ-۳ برای انواع خاک‌های سست، درشت و از نوع شنی پیشنهاد می‌شود از یکی از روش‌های شرح داده شده با در نظر گرفتن اقدامات احتیاطی جهت جلوگیری از هدررفت VOC در طی نمونه‌برداری فرعی استفاده شود.

پیوست ت

(آگاهی‌دهنده)

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 غیرقابل نفوذ در برابر هوا دارد و میزان جذب سطحی و عبور انتشاری VOCs در آن محدود است.

ت-۱-۱ بهتر است حداقل یک نوع خاک با ترکیب مشخص (درصد شن، سیلت^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 $^{\circ}\text{C}$ (4 ± 2) به مدت ۴۸ h باید مورد ارزیابی قرار گیرد (به زیربند ۸-۱ مراجعه شود).

ت-۱-۳ خاک باید حداقل در ده ابزار مغزه‌گیر جمع‌آوری شود. ابزارهای مغزه‌گیر حاوی خاک باید قبل از غنی‌سازی (به زیربند ت-۱-۴-۱ مراجعه شود) تا $^{\circ}\text{C}$ ۴ خنک شوند تا هدررفت VOCs طی غنی‌سازی کاهش یابد. توصیه می‌شود آب اشباع از بنزین برای تهیه محلول غنی‌سازی استفاده شود، زیرا VOCs را بهتر از آب خالص، نگه می‌دارد و بنابراین از هدررفت حین غنی‌سازی جلوگیری می‌شود. محلول آبی باید برای غنی‌سازی نمونه‌های خاک به کار رود زیرا محلول آلی مانند محلول متانول، تمایل خیلی قوی برای VOCs دارد و ممکن نیست که این ترکیبات در ابزار نمونه‌برداری از بین روند، حتی اگر ابزار از ماده واکنش‌پذیر ساخته شده باشد یا فاقد درزبندی غیرقابل نفوذ در برابر هوا باشد (یا هر دو مورد). استفاده از یک محلول غنی‌سازی متشکل از آب خالص غنی شده با VOCs در این روش ارزیابی، مشکل است، زیرا آب تمایل کمتری برای VOCs دارد و VOCs طی غنی‌سازی با آب هدر می‌رود. بنزن و تولوئن با آب اشباع از بنزین، به خاک غنی شده اضافه می‌شوند. توصیه می‌شود ده ترکیب VOCs دیگر به محلول غنی‌سازی اضافه شوند تا غلظت‌های پایین VOC (کمتر از $200 \mu\text{g/kg}$) در خاک غنی شده به دست آیند. VOCs مورد استفاده باید VOCs بر پایه نفت و VOCs بر پایه حلال‌های کلرینه را که معمولاً در خاک آلوده با VOC یافت می‌شوند، در بر گیرد. VOCs توصیه شده برای ارزیابی عملکرد ابزارهای مغزه‌گیر دستی برای نگهداری نمونه‌ها جهت آنالیز VOC در جدول ت-۱ نشان داده شده است (به استاندارد ASTM D6418 مراجعه شود).

1- Silt

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

ردیف	گونه‌های مورد آزمون
۱	ونیل کلرید
۲	متیلن کلرید (MeCl_2)
۳	متیل ترشیو - بوتیل اتر (MTBE)
۴	۱، ۱ - دی‌کلرو اتان
۵	سیس - ۱، ۲ - دی‌کلرو اتیلن (CDCE)
۶	کلروفرم
۷	بنزن
۸	تری کلرو اتیلن (TCE)
۹	تولوئن
۱۰	تترا کلرو اتیلن (PCE)
۱۱	اتیل بنزن
۱۲	ارتو - زایلن

ت-۱-۴ آماده‌سازی واکنشگرها

ت-۱-۴-۱ آماده‌سازی آب اشباع از بنزین

مقدار $250 \mu\text{l}$ بنزین را به حدود 80 ml آب درجه ۲ مطابق با استاندارد ASTM D1193 در بالن حجمی 100 ml اضافه کنید و محلول را با همان آب به حجم برسانید. مخلوط را به مدت 24 h با همزن مغناطیسی هم بزنید، سپس با استفاده از قیف جدا کننده، بنزین را از آب جدا کنید. تقریباً 39 ml آب اشباع از بنزین را به ویال VOA، 40 ml اضافه کنید، به نحوی که آب اشباع از بنزین، ویال VOA را پر کند (حجم 1 ml از فضای فوقانی در بالای ویال خالی بماند).

ت-۱-۴-۲ آماده‌سازی محلول ذخیره

محلول ذخیره حاوی گونه‌های آزمون موردنظر، غیر از بنزن و تولوئن را در متانول آماده کنید به نحوی که غلظت هر گونه مورد آزمون در محلول تقریباً $500 \mu\text{g/ml}$ باشد. بنزن و تولوئن با آب اشباع از بنزین به خاک غنی شده اضافه می‌شوند و نباید به محلول ذخیره اضافه شوند.

ت-۱-۴-۳ آماده سازی محلول غنی سازی

مقدار ۴۰۰ µl محلول ذخیره را از سپتم ویال VOA، ۴۰ ml حاوی آب اشباع از بنزین تزریق کنید. ویال VOA را تکان دهید تا محلول مخلوط شود. محلول غنی سازی را قبل از افزودن به نمونه های خاک، خنک کنید تا دمای آن به ۴ °C برسد. با این عمل، از هدررفت VOCs در محلول طی روش غنی سازی جلوگیری می شود.

ت-۱-۵ غنی سازی نمونه، نگهداری و آنالیز

ت-۱-۵-۱ برای ارزیابی ابزارهای مغزه گیر دستی که برای جمع آوری نمونه های تقریباً ۵ g طراحی شده اند، لازم است که وسط هر مغزه گیر خاک، ۱۰۰ µl محلول غنی سازی با استفاده از سرنگ غیرقابل نفوذ در برابر گاز اضافه شود. با دقت و با سرعت سوزن را از خاک جدا کنید، ابزار نمونه برداری را خشک کرده تا عاری از هرگونه ذراتی که ممکن است با درزگیر، کلاهک و ابزار تداخل پیدا کنند، گردد. برای ارزیابی ابزارهای مغزه گیر دستی که برای جمع آوری نمونه های ۲۵ g طراحی شده اند، ۰/۵ ml محلول غنی سازی باید به کار رود تا نمونه ها طبق روش مذکور غنی شوند.

ت-۱-۵-۲ غنی سازی ابزارهای ۵ g با ۱۰۰ µl محلول غنی سازی و ابزارهای ۲۵ g با ۰/۵ ml محلول غنی سازی، غلظت تقریبی ۱۰۰ µg/kg را برای هرگونه مورد آزمون موردنظر در نمونه ها، به استثنای بنزن، تولوئن و احتمالاً ارتو - زایلین و اتیل بنزن می دهد. به خاطر حضور این ترکیبات در آب اشباع از بنزین، غلظت های آن ها احتمالاً بیش تر از ۱۰۰ µg/kg خواهند بود.

ت-۱-۵-۳ پس از تهیه نمونه های غنی شده، نیمی از نمونه ها باید به طور تصادفی برای خارج کردن و آنالیز انتخاب شوند تا غلظت گونه های مورد آزمون موردنظر زمان - صفر به دست آید. نمونه های باقی مانده باید در دمای C (۴±۲) به مدت ۴۸ h نگهداری شوند. دمای نگهداری باید پایش شود تا اطمینان حاصل شود که طی مدت نگهداری، دمای C (۴±۲) حفظ خواهد شد. پس از نگهداری نمونه ها به مدت ۴۸ h، باید با استفاده از همان روش استفاده شده برای نمونه های زمان - صفر خارج و آنالیز شوند.

ت-۱-۶ ارزیابی داده ها

ت-۱-۶-۱ برای ارزیابی داده ها توصیه می شود میانگین غلظت گونه مورد آزمون موردنظر با کمک داده های حاصل از نمونه های نگهداری شده، با میانگین غلظت گونه مورد آزمون موردنظر محاسبه شده با استفاده از داده های به دست آمده از نمونه های زمان - صفر مقایسه و میانگین درصد بازیابی مطابق با معادله (ت-۱) محاسبه شود.

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

که در آن:

$Ave.\%rec$ میانگین درصد بازیابی گونه مورد آزمون موردنظر از نمونه نگهداری شده؛

$\bar{x}_{stored}$ میانگین غلظت گونه مورد آزمون موردنظر در نمونه‌های نگهداری شده؛

$\bar{x}_T = 0$ میانگین غلظت گونه‌های مورد آزمون موردنظر در نمونه‌های زمان- صفر.

ت-۱-۶-۲ مقادیر میانگین درصد بازیابی برای VOCs نگهداری شده در خاک در ابزارهای مغزه‌گیر دستی باید $\geq 80\%$ یا بیش‌تر باشد.

ت-۱-۶-۳ درصد انحراف استاندارد نسبی مقادیر غلظت در مجموعه نمونه‌های زمان- صفر و نگهداری شده باید برای گونه مورد آزمون موردنظر محاسبه شود تا تغییرات بین مقادیر غلظت استفاده شده برای محاسبه میانگین غلظت برای هر مجموعه نمونه را نشان دهد. درصد انحراف استاندارد نسبی باید مطابق با معادله (ت-۲) محاسبه شده و باید $\leq 10\%$ یا کم‌تر باشد.

$$\%rel.std.dev. = (s / \bar{x}) / 100 \% \quad (ت-۲)$$

که در آن:

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

s انحراف استاندارد مقادیر غلظت در مجموعه نمونه گونه مورد آزمون موردنظر؛

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

پیوست ث

(اطلاعاتی)

آزمون برای کربنات‌ها

ث-۱ نمونه‌های خاک یا پسماند ممکن است حاوی کربنات‌هایی باشند که هنگام تماس با نگه‌دارنده‌های اسیدی، گاز کربن دی‌اکسید تولید کنند. تولید این گاز ممکن است سبب خروج VOCs شده و باعث خراب شدن گنجایه‌های نمونه به دلیل افزایش فشار شود. برای تعیین وجود کربنات‌ها در خاک یا پسماند، آزمون زیر باید انجام شود.

ث-۱-۱ حدود ۱ g نمونه را با آب در شیشه ساعت یا سطح مشابه دیگری قرار دهید. هم زده تا هوای محبوس حذف شود.

ث-۱-۲ یک قطره محلول سرد HCl، ۴ N بر روی ماده مرطوب بریزید و 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.

ث-۱-۳ برای تعیین مقدار هیدروکلریک اسید یا سدیم بی‌سولفات موردنیاز برای رساندن pH به ۲ یا کمتر، مقدار نمونه (معمولاً ۵ g) را در ظرف حاوی ۵ ml آب بریزید و به خوبی مخلوط کنید، سپس به آرامی یکی از این اسیدها را ضمن پایش pH اضافه کنید. حجم یا وزن اسید موردنیاز برای رسیدن به pH ۲ یا کمتر باید تعیین شده و سپس آن مقدار از اسید به ویال حاوی ۵ ml آب، پیش از افزودن نمونه‌ها اضافه شود.

کتابنامه

- [1] Minnich, M., Behavior and Determination of Volatile Organic Compounds in Soil: A Literature Review. EPA 600/R-93/140, National Exposure Research Laboratory, Las Vegas, NV, 1993.
- [2] Lewis, T. E., Crockett, A. B., Siegrist, R. L., and Zarrabi, K., Soil Sampling and Analysis for Volatile Organic Compounds, Environmental Monitoring and Assessment, 1994, 30: 213-246.
- [3] Hewitt, A. D., Lukash, N. J. E., Sampling for In-Vial Analysis of Volatile Organic Compounds in Soil, *Am. Environ. Lab*, 1996, 7: 15-19.
- [4] Siegrist, R. L., Jenssen, P. D., Evaluation of Sampling Method Effects on Volatile Organic Compounds Measurements in Contaminated Soils, *Environ. Sci. Technol.*, 1990, 24: 1387-1392.
- [5] Hewitt, A. D., Chemical Preservation of Volatile Organic Compounds in Soil, 1995, *Environ. Sci. Technol.*, 1995, 31, 67-70.
- [6] Urban, M. J., Smith, J. S., Schultz, E. K., Dickinson, R. K., Volatile Organic Analysis of a Soil Sediment or Waste Sample, Fifth Annual Waste Testing and Quality Assurance Symposium, U.S. Environmental Protection Agency, Washington, DC, 1989, II-87-II-101.
- [7] Illias, A. M., Jeager, C., Evaluation of Sampling Techniques for the Analysis of Volatile and Total Recoverable Petroleum Hydrocarbons (TRPH) by IR, GC, and GC/MS Methods. In: Kostecki P. T., Calabrese E. J., Bonazountas M., Eds, *Hydrocarbon Contaminated Soils*, Vol 3, Chelsea, MI, Lewis Publishers, 1993, 3: 147-165.
- [8] Hewitt, A. D., Jenkins, T. F., Grant, C. L., Collection, Handling, and Storage: Keys to Improved Data Quality for Volatile Organic Compounds in Soil. *Am. Environ. Lab*, 1995, 7: 25-28.
- [9] Liikala, T. L., Olsen, K. B., Teel, S. S., Lanigan, D. C., Volatile Organic Compounds: Comparison of Two Sample Collection and Preservation Methods. *Environ. Sci. Technol.*, 1996, 30: 3441-7.
- [10] Smith, J. S., Enj, L., Comeau, J., Rose, C., Schulte, R. M., Barcelona, M. J., Kloop, K., Pilgrim, M. J., Minnich, M., Feenstra, S., Urban, M. J., Moore, M. B., Maskarinec, M. P., Siegrist, R., Parr, J., and Claff, R. E., Volatile Organic Compounds in Soil: Accurate and Representative Analysis, 3152-4/96/0693, American Chemical Society, 1996, pp. 693-704.
- [11] Hewitt, A. D., Storage and Preservation of Soil Samples for Volatile Compound Analysis, USA Cold Regions Research and Engineering Laboratory, *Special Report 99-5*, 1999.
- [12] Sawhney, B. L., Pignatello, J. J., and Steinberg, S. M., Determination of 1,2 dibromoethane (EDB) in Field Soils: Implications for Volatile Organic Compounds, *J. Environ. Qual.*, 1998, 17: 149-52.

- [13] Hewitt, A. D., Miyares, P. H., Leggett, D. C., Jenkins, T. F., Comparison of Analytical Methods for Determination of Volatile Organic Compounds, *Environ. Sci. Technol.*, 1992, 26: 1932-8.
- [14] Askari, M. D. F., Maskarinec, M. P., Smith, S. M., Beam, P. M., and Travis, C. C., Effectiveness of Purge-and-trap for Measurement of Volatile Organic Compounds in Aged Soils, *Analytical Chemistry*, 1996, 68: 3431-3433.
- [15] Minnich, M. M., Zimmerman, J. H., and Schumacher, B. A., Extraction Methods for Recovery of Volatile Organic Compounds from Fortified, Dry Soils, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 1996, 79: 1198-1204.
- [16] Ball, W. P., Xia, G., Durfee, D. P., Wilson, R. D., Brown, M. J., and Mackay, D. M., Hot Methanol Extraction for the Analysis of Volatile Organic Chemicals in Subsurface Core Samples from Dover Air Force Base, Delaware, Ground Water Monitoring and Remediation, 1997, 17: 104-21.
- [17] Hewitt, A. D., Comparison of Sample Preparation Methods for the Analysis of Volatile Organic Compounds in Soil Samples: Solvent Extraction versus Vapor Partitioning, 1998, *Environ. Sci. Technol.*, 1998, 32: 143-9.
- [18] Hewitt, A. D., Frozen Storage of Soil Sample for Volatile Organic Compound Analysis, *Environmental Testing and Analysis*, Vol 8 (5), 1999, pp. 18-25.
- [19] Sorini, S. S., Schabron, J. F, Rovani, J. F., Jr., En Core Sampler Performance: Storing Soil for VOC Analysis, *Soil and Sediment Contamination*, 2002, 11(1): pp. 19-40.