

Beynəlxalq standart

Suyun keyfiyyəti

Suda 16 politsiklik aromatik karbohidrogenlərin (PAH) təyini

Mass-spektrometrik aşkarlama ilə qaz xromatoqrafiyasından istifadə üsulu (GC-MS)

MÜƏLLİF HÜQUQU QORUNAN SƏNƏD

© ISO 2007

Bütün hüquqlar qorunur. Başqa hal nəzərdə tutulmayıbsa, bu nəşrin heç bir hissəsi, aşağıda göstərilən ünvanda olan ISO-dan və ya ISO-nun üzv orqanından yazılı icazə olmadan, elektron və ya mexaniki, fotokopiya və mikrofilm də daxil olmaqla, heç bir formada və ya heç bir vasitə ilə çoxaldıla və ya istifadə edilə bilməz.

ISO Müəllif Hüquqları Bürosu

Case Postale 56 • CH-1211 Cenevrə 20

Tel: + 41 22 749 01 11

Faks: + 41 22 749 09 47

E-mail: copyright@iso.org

Veb-sayt: www.iso.org

İsveçrədə nəşr edilmişdir.

Mündəricat

Ön söz

Giriş

- I. Əhatə dairəsi
- II. Normativ istinadlar
- III. Termin və təriflər
- IV. Prinsip
- V. Müdaxilələr
- VI. Reaktivlər
- VII. Avadanlıq
- VIII. Nümunə götürmə
- IX. Prosedur
- X. Kalibrasiya
- XI. Nümunələrin ölçülməsi
- XII. İdentifikasiya
- XIII. Hesablama
- XIV. Nəticələrin ifadəsi
- XV. Test hesabatı

Əlavə A (məlumat üçün) GC-MS şərtləri üçün nümunələr

Əlavə B (məlumat üçün) Dəqiqlik və düzgünlük

Əlavə C (məlumat üçün) Xüsusi aparatların qurulması üzrə nümunələr

Əlavə D (məlumat üçün) Xromatoqramlar üzrə nümunələr

Əlavə E (məlumat üçün) Ekstraksiya diskləri ilə çıxarış

Ədəbiyyat

Ön söz

ISO (Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı), milli standartlar orqanlarının (ISO üzv orqanları) qlobal bir federasiyasıdır. Beynəlxalq Standartların hazırlanması işi normal olaraq ISO texniki komitələri vasitəsilə aparılır. Texniki komitədə iştirak ilə maraqlanan hər bir üzv orqanın həmin komitədə təmsil olunmaq hüququ vardır. ISO ilə əlaqəli dövlət və qeyri-hökumət təşkilatları da bu işdə iştirak edirlər. ISO, elektrotexniki standartlaşdırmanın bütün məsələlərində Beynəlxalq Elektrotexniki Komissiya (IEC) ilə sıx əməkdaşlıq edir.

Beynəlxalq Standartlar, ISO/IEC Direktivlərinin II hissəsində verilən qaydalara uyğun olaraq tərtib edilmişdir.

Texniki komitələrin əsas vəzifəsi Beynəlxalq Standartların hazırlanmasıdır. Texniki komitələr tərəfindən qəbul edilən Beynəlxalq Standartların layihələri səsvermə üçün üzv orqanlara göndərilir. Standartların Beynəlxalq Standart olaraq nəşr edilməsi üçün səs verən üzv orqanların ən azı 75 %-nin razılığı lazımdır.

Bu sənədin bəzi elementlərinin patent hüquqları ola bilər. ISO, hər hansı bir patent hüququnun müəyyən edilməsinə görə məsuliyyət daşımır.

ISO 10304-1 - ISO/TC 147 Texniki Komitəsi, Su keyfiyyəti, SC 2 Alt Komitəsi, Fiziki, kimyəvi və biokimyəvi metodlar tərəfindən hazırlanmışdır.

Giriş

Politsiklik aromatik karbohidrogenlər (PAH) demək olar ki bütün növ sulara olur. Bu maddələr bərk maddələrə (çöküntülərə, suspenziyalara) adsorbsiya olunur və maye fazada həll olunur.

ISO 17993 ^[7], içməli suda, yeraltı sulara və yerüstü sulara yüksək performanslı maye xromatoqrafiyası ilə 15 PAH -in təyin edilməsi üçün üsullar müəyyən edir.

ISO 7981-1 ^[3] və ISO 7981-2 ^[4] 6 PAH-ın yüksək effektivli nazik təbəqə xromatoqrafiyası və ya içməli suda və yeraltı sulara yüksək performanslı maye xromatoqrafiyası ilə təyin edilməsi üçün metodlar müəyyən edir.

Bu Beynəlxalq Standart içməli suda, yeraltı sulara və səth sularında mass-spektrometrik aşkarlama (GC-MS) ilə qaz xromatoqrafiyasından istifadə etməklə ən azı 16 PAH üçün metodu təsvir edir.

Bəzi PAH-ların xərçəngə səbəb olduğu bilinir və ya bununla bağlı şübhələr vardır. Bir sıra ölkələrdə maksimum icazə verilən səviyyələr müəyyən edilmişdir. Məsələn, Avropa Şurasının insanların istehlakı üçün nəzərdə tutulmuş suyun keyfiyyətinə dair 98/83/EC Direktivi (İstinad [10]) benzo[a]piren üçün icazə verilən maksimum səviyyəni 0,010 mkq/l və dörd digər PAH üçün cəmi (benzo[b]flüorantin, benzo[k]flüorantin, benzo[ghi]perilin, indeno[1,2,3-cd]pirin) 0,100 µg/l təyin etmişdir.

Suyun keyfiyyəti

Suda 16 politsiklik aromatik karbohidrogenlərin (PAH) təyini

Mass-spektrometrik aşkarlama ilə qaz xromatoqrafiyasından istifadə üsulu (GC-MS)

XƏBƏRDARLIQ - Bu Beynəlxalq Standartı istifadə edən şəxslər normal laboratoriya təcrübəsi ilə öncədən tanış olmalıdırlar. Bu standartın istifadəsi bütün təhlükəsizlik problemlərini həll etməyi nəzərdə tutmur. Müvafiq təhlükəsizlik və sağlamlıq tədbirlərini qurmaq və hər hansı milli tənzimləmə şərtlərinə uyğunluğu təmin etmək istifadəçinin məsuliyyətidir.

VACİB MƏLUMAT - Bu Beynəlxalq Standarta uyğun olaraq aparılan sınaqların müvafiq təlim keçmiş işçilər tərəfindən aparılması vacibdir.

1 Əhatə dairəsi

Bu Beynəlxalq Standart 0,005 µq/l-dən yuxarı kütlə konsentrasiyaları olan içməli suda və yeraltı sulara, 0,01 µq/l-dən yuxarı (hər bir fərdi birləşmə) kütlə konsentrasiyası olan səth sularında ən azı 16 seçilmiş PAH-ın (Cədvəl 1-ə bax) təyini üçün metod müəyyən edir.

Bu Beynəlxalq Standart asılı maddə miqdarı 150 mq/l-ə qədər olan su nümunələri üçün də istifadə edilə bilər. Bu üsul bəzi dəyişikliklər edilərək tullantı sularının analizi üçün də uyğundur. Bu metodun hər bir hal üçün təsdiqlənməsi şərti ilə bu metod digər PAH-lara da tətbiq oluna bilər.

2 Normativ istinadlar

Aşağıdakı istinad sənədləri bu sənədin tətbiqi üçün zəruridir. Tarixi istinadlar üçün yalnız istinad edilən nəşr tətbiq edilir. Tarixsiz istinadlar üçün istinad edilən sənədin ən son nəşri (hər hansı düzəlişlər daxil olmaqla) tətbiq edilir.

ISO 5667-1, Su keyfiyyəti - Nümunə götürmə - 1-ci hissə: Nümunə götürmə proqramlarının və nümunə götürmə texnikasının dizaynına dair təlimat

ISO 5667-3, Suyun keyfiyyəti - Nümunə götürmə - 3-cü hissə: Su nümunələrinin qorunması və işlənməsi

ISO 8466-1, Su keyfiyyəti - Analitik metodların kalibrlənməsi, qiymətləndirilməsi və performans xüsusiyyətlərinin qiymətləndirilməsi - 1-ci hissə: Xətti kalibrləmə funksiyasının statistik qiymətləndirilməsi

3 Terminlər və təriflər

Bu sənədin məqsədləri üçün aşağıdakı terminlər və təriflər tətbiq edilir.

3.1

Analit

Substansiya müəyyən edilməlidir

[ISO 15089:2000^[5], 3.2]

QEYD Bu Beynəlxalq Standartla müəyyən edilə bilən substansiyalar Cədvəl 1-də verilmişdir.

3.2

Kalibrləmə həlli

İkinci dərəcəli standart və/və ya ehtiyat məhlullardan hazırlanmış məhlul alətin analit konsentrasiyasına cavabını kalibrləmək üçün istifadə olunur.

[ISO 18073:2004^[8], 3.1.2]

3.3

GC-MS təyini üçün diaqnostik ion.

Mümkün olan ən yüksək spesifikliyə malik hədəf birləşmənin seçilmiş fraqmenti və ya molekulyar ionu

3.4

İnyeksiya standartı

GC-MS aparatına inyeksiyadan əvvəl nümunəyə əlavə edilmiş standart birləşmə (alətin cavab dəyişkənliyinə nəzarət etmək və daxili standart bərpanı hesablamaq üçün)

QEYD Bu Beynəlxalq Standarta əsasən inyeksiya üçün standart qarışığın tərkibində izotopik olaraq etiketlenmiş PAH var.

3.5

Daxili standart

İzotopik olaraq etiketlenmiş PAH və ya PAH-ın nümunədə mövcud olma ehtimalı azdır. Ekstraksiyadan əvvəl nümunələrə əlavə edilir və buna qarşı təbii maddələrin konsentrasiyası hesablanır.

3.6

Seçilmiş ion monitorinqi/qeydiyyatı rejimi

SIM/SIR

yalnız seçilmiş diaqnostik ionların intensivliyinin ölçülməsi

QEYD ISO 22892:2006^[9], 3.8-dən uyğunlaşdırılmışdır.

4 Prinsip

Sulu nümunədə mövcud olan PAH (Cədvəl 1-ə bax) su nümunəsindən heksan ilə maye-maye ekstraksiya yolu ilə çıxarılır. Ekstraksiyadan əvvəl nümunəyə daxili standart birləşmə əlavə edilir. Ekstrakt buxarlanma yolu ilə konsentratlaşdırılır və o buradakı qalıq GC analizi və ya təmizləmə üçün uyğun bir həlledicidə götürülür.

QEYD 1 Bərabər və ya daha yaxşı bir bərpa olduğu sübut edildiyi təqdirdə digər uçuucu həlledicilər də istifadə edilə bilər (bərpa kütləsinin payı 70 % ilə 110 % arasında).

Tərkibində 150 mq/l-dən çox asılı maddə olan nümunələrdə maye-maye ekstraksiya üsulundan istifadə edilməməlidir.

XƏBƏRDARLIQ — Bu Beynəlxalq Standartın istifadəsi özündə təhlükəli materialları, əməliyyatları və avadanlıqları ehtiva edə bilər. Bu Beynəlxalq Standart onun istifadəsi ilə bağlı bütün təhlükəsizlik problemlərini həll etməyi nəzərdə tutmur. İstifadədən əvvəl müvafiq təhlükəsizlik və sağlamlıq tədbirlərini qurmaq və tənzimləyici məhdudyyətlərin tətbiqini müəyyən etmək bu standartın istifadəçisinin məsuliyyətidir.


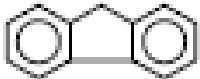
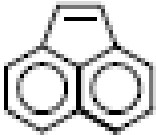
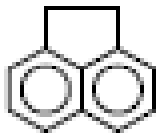
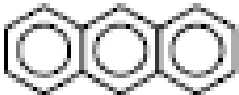

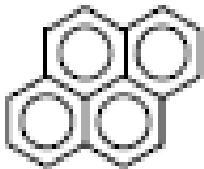
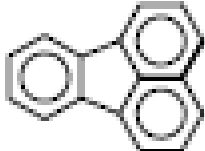

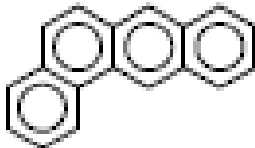
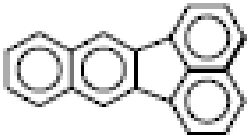
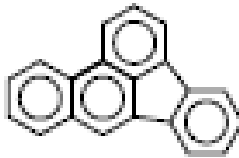
QEYD 2 Tərkibində 150 mq/l-dən çox asılı maddə olan nümunələr üçün ISO 17858:2007^[6] - 4.1, 4.2 və 4.3-də təsvir edilən prosedurdan istifadə oluna bilər.

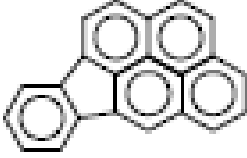
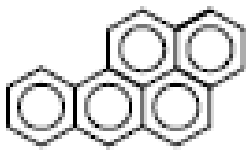
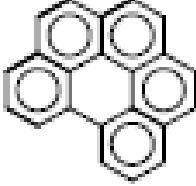
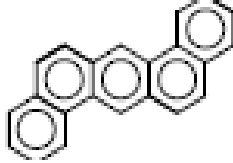
Lazım gələrsə, analizdən əvvəl yerüstü su nümunələrinin ekstraktları sütun xromatoqrafiyası ilə təmizləyə bilər. İnyeksiyadan əvvəl hər bir ekstrakta inyeksiya standartları əlavə edilir və ekstraktın bir hissəsi qaz xromatoqrafına inyeksiya olunur.

PAH uyğun birləşdirilmiş silisium kapilyar sütununda ayrılır, o çarpaz bağlı qeyri-qütblü polisiloksan və ya bir qədər dəyişdirilmiş az qütblü polisiloksan filmi ilə örtülmüşdür.

Sütun benzo[a]pirin və benzo[e]pirin ayırmaq üçün uyğun olmalıdır. İdentifikasiya və kəmiyyətin təyini elektron təsirli ionlaşmadan (EI) istifadə edərək mass-spektrometriya vasitəsilə həyata keçirilir.

Cədvəl 1 — Bu Beynəlxalq Standartla müəyyən edilə bilən polisiklik aromatik karbohidrogenlər

Kimyəvi düstur Molar kütlə % karbon CAS nömrəsi	Struktur	Kimyəvi düstur Molar kütlə % karbon CAS nömrəsi	Struktur
Naftalin C ₁₀ H ₈ 128,17 q/mol 93,75 % C 91-20-3		Flüorin C ₁₃ H ₁₀ 166,22 q/mol 93,59 % C 86-73-7	
Asenaftilen C ₁₂ H ₈ 152,20 q/mol 94,6 % C 208-96-8		Asenaftin C ₁₂ H ₁₀ 154,21 q/mol 93,05 % C 83-32-9	
Antrasin C ₁₄ H ₁₀ 178,23 q/mol 94,05 % C 120-12-7		Fenantrin C ₁₄ H ₁₀ 178,23 q/mol 94,05 % C 85-01-8	
Pirin C ₁₆ H ₁₀ 202,26 q/mol 95,0 % C 129-00-0		Florentin C ₁₆ H ₁₀ 202,26 q/mol 95,0 % C 206-44-0	
Xrizin C ₁₈ H ₁₂ 228,29 g/mol 94,45 % C 218-01-9		Benzo[a]antrasin C ₁₈ H ₁₂ 228,29 g/mol 94,45 % C 56-55-3	
Benzo[k]flüorantin ^a C ₂₀ H ₁₂ 252,32 g/mol 95,2 % C 207-08-9		Benzo[b]flüorantin ^a C ₂₀ H ₁₂ 252,32 g/mol 95,2 % C 205-99-2	

Indeno[1,2,3-cd]pirin ^a C ₂₂ H ₁₂ 276,34 g/mol 95,6 % C 193-39-5		Benzo[a]pirin ^a C ₂₀ H ₁₂ 252,32 g/mol 95,2 % C 50-32-8	
Benzo[ghi]perilin ^a C ₂₂ H ₁₂ 276,34 g/mol 95,6 % C 191-24-2		Dibenzo[a,h]antrasin ^a C ₂₂ H ₁₄ 278,35 g/mol 94,7 % C 53-70-3	

^a - 98/93/EC Şura Direktivi ilə müəyyən edilmiş birləşmə (İstinad [10]).

5 Müdaxilələr

5.1 Nümunə götürmə, ekstraksiya və konsentrasiyaya müdaxilələr

Təmas zamanı analizin tərkibinə təsir etməyən materiallardan hazırlanmış nümunə götürmə qablarından istifadə edin (məsələn paslanmayan poladdan və ya şüşədən). Nümunə götürmə, nümunə saxlama və ya ekstraksiya zamanı plastik və digər üzvi materiallardan istifadədən çəkinin. Nümunə qablarını təmizləmək üçün səthi aktiv maddələrdən istifadə edərkən diqqətli olmaq lazımdır, çünki onlar maye-maye ekstraksiya zamanı emulsiyaların əmələ gəlməsinə səbəb ola bilər.

Avtomatik nümunə götürücülərdən istifadə olunarsa, borular üçün silikon və ya rezin materialdan istifadə etməkdən çəkinin. Əgər bu materiallar varsa, nümunə ilə təmas etmə müddətinin minimuma endirilməsini təmin edin. Test nümunəsini götürməzdən əvvəl nümunə götürmə xəttini nümunə götürüləcək su ilə yuyun. Kömək üçün ISO 5667-1 və ISO 5667-3-dən istifadə edin.

Test nümunələrini birbaşa günəş işığından və uzun müddət işığa məruz qalmaqdan qoruyun. Nümunələri kəhrəba rəngli qablarda saxlayın. Şəffaf şüşə qablar da uyğun hesab edilir, lakin bu zaman nümunələr qaranlıq yerdə saxlanılmalıdır.

Sınaq nümunələrinin saxlanması zamanı qabların divarlarına adsorbsiya nəticəsində PAH itkiləri baş verə bilər. İtkilərin həcmi saxlama müddətindən asılı ola bilər.

5.2 GC-MS ilə müdaxilələr

Hədəf PAH ilə birlikdə elusiyaya məruz qalan maddələr təyinetmə prosesinə mane ola bilər. Bu müdaxilələr natamam həll edilməmiş siqnalara səbəb ola bilər və onların böyüklüyündən asılı olaraq analitik nəticələrin dəqiqliyinə və düzgünlüyünə təsir göstərə bilər. Qeyri-simmetrik zirvələr və istinad maddənin müvafiq zirvələrindən daha geniş olan zirvələr müdaxilələri göstərir.

Dibenzo[a,h]antrasin və indeno[1,2,3-cd]pirin arasında xromatoqrafik ayrılma ən kritikdir. Molekulyar kütlə fərqlərinə görə kəmiyyətin müəyyən edilməsi kütləvi seçici deteksiya ilə edilə bilər. Natamam rezolyusiyaya rast gələndə, pik inteqrasiya yoxlanılmalı və lazım gələndə, baza səviyyəsi düzəldilməlidir. Kapilyar sütun üçün keyfiyyət meyarı kimi benzo[b]flüorantin və benzo[k]flüorantin, həmçinin benzo[a]pirin və benzo[e]pirin zirvələri arasında kifayət qədər rezolyusiya (məsələn, R = 0,8-dən az olmayan) təyin edilməlidir.

Benzo[j]flüorantin, benzo[k]flüorantin və benzo[b]flüorantindən ayrılma bilməz. Trifenilinin isə benzo[a]antrasin və xrizindən tam ayrılmaması mümkündür. Əgər belə olarsa, bu faktı test hesabatında bildirin.

QEYD Benzo[j]flüorantin, benzo[e]pirin və trifenilin 16 hədəf analitinin bir hissəsi deyil.

6 Reaktivlər

XƏBƏRDARLIQ — Bu Beynəlxalq Standartın istifadəsi təhlükəli materialları, əməliyyatları və avadanlıqları ehtiva edə bilər. Bu Beynəlxalq Standart onun istifadəsi ilə bağlı bütün təhlükəsizlik problemlərini həll etməyi nəzərdə tutmur. İstifadədən əvvəl müvafiq təhlükəsizlik və sağlamlıq tədbirlərini qurmaq və tənzimləyici məhdudiyyətlərin tətbiqini müəyyən etmək bu standartın istifadəçisinin məsuliyyətidir.

Təhlil zamanı, başqa hal nəzərdə tutulmayıbsa, yalnız tanınmış analitik dərəcəli reaktivlərdən istifadə edin - "qalıq analizi üçün" və ya "GC analizi üçün". Bu zaman distillə edilmiş və ya mineralizə edilmiş sudan və ya ekvivalent təmizliyə malik sudan istifadə edin. Əks halda, həlledicilərin hər partiyasında nəticələrə təsir edən boş konsentrasiyaların olmamasına diqqət yetirin.

6.1 Natrium tiosulfat pentahidrat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, xlorsuzlaşdırma üçün.

6.2 Həlledicilər.

6.2.1 Heksan, C₆H₁₄.

6.2.2 Asetonitril, CH₃CN.

6.2.3 Aseton, C₃H₆O.

6.2.4 Dekan, C₁₀H₂₂.

6.2.5 İzooktan, C₈H₁₈.

6.2.6 Diklorometan, CH₂Cl₂.

6.3 Natrium sulfat, Na₂SO₄, susuz, 4 saat ərzində 500 ° C -yə qədər qızdırılaraq təmizlənir və ya müdaxilə edən birləşmələrsiz olur.

6.4 Qazlar.

6.4.1 Ekstraktların buxarlanması üçün azot, 99,999 % həcmli fraksiya.

6.4.2 Helium, 99,999 % həcmli fraksiya, qaz xromatoqrafiyası üçün.

6.5 Standartlar.

6.5.1 İstinad maddələr (bax Cədvəl 2) və daxili standartlar.

Analiz ediləcək birləşmələrə oxşar fiziki və kimyəvi xassələrə (məsələn, ekstraksiya xüsusiyyəti, saxlama müddəti) malik daxili standartlarını seçin.

Ən azı üç daxili standartdan istifadə edin, məsələn nəticələrin qiymətləndirilməsi üçün üç deuterasiya edilmiş PAH-dan istifadə edin (bax 11 və 12). Daxili standartların sabitliyini mütəmadi olaraq yoxlayın. Cədvəl 2-də təbii PAH və istifadəyə yararlı bir sıra deuterasiya edilmiş PAH-lar göstərilmişdir. Daxili standartlar ekstraksiya olunacaq nümunəyə əlavə edilir və həlledicidə həll olur.

QEYD 1 - ¹³C izotopik etiketli PAH standartları daxili standartlar kimi də istifadə edilə bilər.

QEYD 2 - PAH maddələrinin sertifikatlaşdırılmış məhlulları və sertifikatlaşdırılmış təmizliyə malik vahid bərk PAH, məhdud sayda təchizatçıdan¹⁾ və ya digər kommersiya məqsədli təchizatçılardan əldə edilə bilər.

¹⁾ İstinad Materialları və Ölçmələr İnstitutu (IRMM), Geel, Belçika, Milli Elm və Texnologiya İnstitutu (NIST), Vaşinqton, ABŞ və Kembric İzotop Laboratoriyası (CIL), Andover, MA, ABŞ - uyğun məhsul tədarükçülərinə nümunədir.

Bu məlumatlar bu Beynəlxalq Standartın istifadəçilərinin rahatlığı üçün təqdim edilir, lakin bu təchizatçıların İSO tərəfindən təsdiq edildiyi mənasına gəlmir.

Bu maddələrin təhlükəli təbiəti səbəbindən satışda mövcud olan və sertifikatlı standart məhlullar istifadə edilməlidir.

Dəri ilə təmasdan çəkinmək lazımdır.

6.5.2 İnyeksiya standardı

Daxili standartların bərpasını yoxlamaq üçün GC-MS inyeksiyasından əvvəl son ekstraksiyaya və kalibrlemə məhlullarına (6.8) izotopik olaraq etiketlenmiş qeyri-qütblü maddə əlavə edin.

Kütləvi konsentrasiyalı müvafiq həlledicidə $\rho \approx 10$ $\mu\text{g/ml}$ inyeksiya standartının ehtiyat məhlulunu hazırlayın.

6.6 Vahid maddəli məhlullar

Vahid maddələrin məhlullarını (Cədvəl 1-ə baxın) müvafiq həlledicidə hazırlayın, məsələn heksan (6.2.1) və ya asetonitril (6.2.2), kütlə konsentrasiyası $\rho \approx 200$ $\mu\text{g/ml}$ -dir.

Bu məhlullar xromatoqrammada vahid PAH-in təsdiqi və identifikasiyası üçün istifadə edilə bilər.

6.7 Çoxlu maddə üçün ehtiyat məhlulu

Kifayət qədər həcmdə (məsələn, 5 ml) vahid maddə ehtiyatı məhlullarını (6.6) müvafiq həlledici ilə bir işarəli ölçmə kolbasında (7.14, məsələn, 100 ml) duruldun. Məsələn kütlə konsentrasiyası $\rho \approx 10$ $\mu\text{g/ml}$ olan məhlul hazırlamaq üçün heksan (6.2.1) və ya asetonitril (6.2.2) ilə.

Müvafiq vahid maddənin müvafiq kütləvi konsentrasiyasında yalnız bir və ya bir neçə istinad maddələrini (Cədvəl 1-ə baxın) ehtiva edən və satışda olan (sertifikatlaşdırılmış) birləşdirilmiş və qarışıq məhlullar. Məsələn asetonitril (6.2.2) və ya heksan (6.2.1) kimi müvafiq həlledicidə 10 $\mu\text{g/ml}$ istifadə oluna bilər.

6.5-6.7 məhlulları otaq temperaturunda qaranlıq yerdə saxlandıqda və buxarlanmadan qorunduqda ən azı 1 il stabil qalır. Standart məhlulun sabitliyini

mütəmadi olaraq yoxlayın. Bu məqsədlə, laboratoriya daxilində keyfiyyətə nəzarət üçün müstəqil məhlullar mövcud olmalıdır.

Cədvəl 2 – Təbii PAH və deuterasiya olunmuş PAH

PAH istinad maddələri	PAH-dan deuterasiya olunmuş etiketli daxili standart maddələr
Naftalin (CAS № 91-20-3)	Naftalin - d8 (CAS № 1146-65-2)
Asenaftin (CAS No. 83-32-9)	Asenaftin – d10 (CAS No. 15067-26-02)
Asenaftilin (CAS No. 208-96-8)	Asenaftilin - d8 (CAS No. 93951-97-4)
Flüorin (CAS № 86-73-7)	Flüorin – d10 (CAS № 81103-79-9)
Antrasin (CAS № 120-12-7)	Antrasin – d10 (CAS № 1719-06-8)
Fenantrin (CAS No. 85-01-8)	Fenantrin – d10 (CAS No. 1517-22-2)
Flüorantin (CAS No. 206-44-0)	Flüorantin – d10 (CAS No. 93951-69-0)
Pirin (CAS № 129-00-0)	Pirin –d10 (CAS № 1718-52-1)
Benzo[a]antrasin (CAS No. 56-55-3)	Benzo[a]antrasin – d12 (CAS No. 1718-53-2)
Xrizin (CAS.No. 218-01-9)	Xrizin – d12 (CAS.No. 1719-03-5)
Benzo[b]flüorantin (CAS No. 205-99-2)	Benzo[b]flüorantin –d12 (CAS No. 93951-98-5)
Benzo[j]flüorantin ^a (CAS No. 205-82-3)	
Trifenilin ^a (CAS № 217-59-4)	
Benzo[k]flüorantin (CAS No. 207-08-9)	Benzo[k]flüorantin –d12 (CAS No. 93952-01-3)
Benzo[a]pirin (CAS № 50-32-8)	Benzo[a]pirin – d12 (CAS № 63466-71-7)
Benzo[e]pirin ^a (CAS No. 192-97-2)	
Indeno[1,2,3-cd]pirin (CAS No. 193-39-5)	Indeno[1,2,3-cd]pirin – d12 (CAS No. 203578-33-0)
Dibenzo[a,h]antrasin (CAS No. 53-70-3)	Dibenzo[a,h]antrasin – d14 (CAS No. 13250-98-1)
Benzo[ghi]perilin (CAS № 191-24-2)	Benzo[gi]perilin – d12 (CAS № 93951-66-7)

^a 16 hədəf analitdən biri deyil

6.8 Kalibrləmə məhlulları

Çoxlu maddə üçün ehtiyat məhlulundan (6.7) müvafiq durultma prosesi ilə (həllədiçi kimi heksan (6.2.1) və ya asetnitril (6.2.2) istifadə edərək) ən azı beş kalibrləmə məhlulu hazırlayın. $\rho \approx 100$ ng/ml yekun konsentrasiyanı əldə etmək üçün hər məhlula eyni miqdarda inyeksiya standartının ehtiyat məhlulunu əlavə edin. Kalibrləmə məhlulları üçün həllədicinin son ekstraktın məhlulu ilə eyni olması tövsiyə olunur.

Məsələn, 50 μ l əsas ehtiyat məhluldan 5 ml-lik bir işarəli ölçmə kolbasına (7.14) köçürün və müvafiq həllədiçi ilə işarəyə qədər doldurun. Bu istinad məhlulunun 1 μ l həcmi 100 pg miqdarda müvafiq fərdi maddələrdən ibarətdir ($\rho \approx 100$ ng/ml).

Çoxlu maddə üçün ehtiyat məhlulunda PAH-ın kütlə konsentrasiyası müstəqil, sertifikatlaşdırılmış standart məhlul ilə müqayisə edilərək yoxlanılmalıdır. Bütün fərdi maddələr $\pm 10\%$ -ə uyğun gəlməlidir.

Bu məhlullar qaz xromatoqrafik sisteminin (heksandakı qarışıq) kalibrlənməsi, həmçinin daxili standartların [asetonitril qarışığı (6.2.2.)] əlavə edilməsi üçün istifadə edilməlidir.

7 Avadanlıq

Adi laboratoriya avadanlıqları və xüsusilə aşağıdakılar istifadə edilir.

Bütün müdaxilələri aradan qaldırmaq üçün laboratoriya şüşə qablarını təmizləmək lazımdır.

QEYD Bütün şüşə qabları yuyucu vasitə və isti su ilə yaxalamaq və təxminən 120°C temperaturda təxminən 15-30 dəqiqə qurutmaqla təmizləyə bilərsiniz. Şüşə qablar soyuduqdan sonra aseton (6.2.3) ilə yuyula, möhürlənə və təmiz bir mühitdə saxlanıla bilər.

İcməli suyun analizi üçün tullantı su nümunələri və ya yüksək PAH konsentrasiyası olan nümunələrlə təmasda olmuş şüşə qablardan təkrar istifadə etməyin.

7.1 Rəngli və ya şəffaf şüşə - dar quruluşlu, düz dibli, 1000 ml, alüminium astarlı qapaqlı.

7.2 Maqnit qarışdırıcı - qarışdırıcı çubuqlu (ölçüsü təxminən 20 mm), şüşə material. Ekstraksiya üçün istifadə olunan həlledicinin altında saxlanılır.

7.3 Ayırıcı qıf - tutumu 1 000 ml, ISO 4800^[2], PTFE klapan və şüşə tıxac ilə.

7.4 Konusvari kolba - nominal tutumu 250 ml, şüşə tıxaqlı.

7.5 Eluatların buxarlanma yolu ilə konsentrasiyası üçün avadanlıqlar - məsələn, sabit vakuum üçün tənzimlənə bilən və temperaturla idarə olunan su hamamı olan fırlanan buxarlandırıcı və ya azot qazından istifadə edən ayırma avadanlığı.

7.6 Mikrolitr şprisler, məs. 500 μl və 1 000 μl .

7.7 Reduksiya kolbası, 100 ml (məsələn, Şəkil C.3-də göstərildiyi kimi).

7.8 Dar dibli və sentrifuqa boruları olan (məsələn, Şəkil C.2-də göstərildiyi kimi) rotorlu sentrifuqa, 50 ml.

7.9 Fırlanma sürəti tənzimlənə bilən qarışdırma aparatı.

7.10 Şüşə avtomatik nümunə götürmə qabları - tutumu məsələn. 2 ml, ətalətli qapaq və PTFE ilə örtülmüş septum ilə.

7.11 Şüşə flakonlar - məs. sentrifuqa boruları, dərəcələndirilmiş olmalı (miqyası 0,1 ml), nominal tutumu 10 ml, şüşə tıxaclarla.

7.12 Mass-spektrometrik detektorlu (EI) qaz xromatoqrafı.

7.13 Qaz xromatoqrafiyası üçün yüksək ayırdetmə, aşağı keçiriciliyi olan kapilyar sütun (məsələn, Əlavə A-ya baxın).

7.14 Bir nişanlı həcmli kolbalar, ISO 1042^[1], sinif A.

7.15 Mikrofiltr - həllediciyə davamlı hidrofilik membrana sahib, məsamə ölçüsü 0,45 µm.

7.16 Pasteur pipetləri.

7.17 Ən azı 0,5 q silisiumla doldurulmuş şüşə kartriclər (bax 7.18).

QEYD Bu kartriclər satışda mövcuddur.

7.18 Silisium - orta hissəcik ölçüsü təxminən 40 µm, 450 °C-də 3 saat qızdırılır və maksimum aktivliyi təmin etmək üçün desikatorda saxlanılır.

QEYD Öncədən qablaşdırılmış silisium kartriclər satışda mövcuddur.

7.19 Molekulyar ələk diyircəkləri, məsamə diametri 0,4 nm.

7.20 Şüşə yun.

8 Nümunə götürmə

Nümunəni həcmi 1000 ml olan şüşə butulkaya yığın (7.1). Nümunə toplanmadan əvvəl təxminən 80 mq sodyum tiosulfat (6.1) əlavə edərək tərkibində xlor olan su nümunələrini xlorsuzlaşdırın.

Bakterioloji nümunə götürmək üçün kran alovla sterilizasiya edilməzdən əvvəl su təchizatı kranından içməli su nümunəsi götürülməlidir.

QEYD Nümunə götürmə proqramları üzrə təlimat ISO 5667-1-də mövcuddur.

Şüşəni təxminən ən üstünə qədər doldurun (təxminən 950 ml). Ekstarksiya olunacaq nümunənin həcmi ekstraksiyadan əvvəl və boşaltdıqdan sonra tərəzi ilə ± 5 q dəqiqliklə müəyyən edin. Nümunəni 3 ± 2 °C arasında, qaranlıq yerdə, ekstraksiya həyata keçirilənədək saxlayın (həmçinin ISO 5667-3-ə baxın).

İtkilərin qarşısını almaq üçün ekstraksiyanın ISO 5667-3-də göstərilədiyi kimi maksimum saxlama müddətində həyata keçirildiyinə əmin olun.

Şüşə qablar təkrar istifadə edildikdə şüşəyə potensial yapışmanı minimuma endirmək üçün ekstraksiyanın mümkün qədər tez həyata keçirilməsi tövsiyə olunur.

9 Prosedur

9.1 Ümumi mülahizələr

Ekstraksiya üsulu asılı maddə miqdarı 150 mq/l -dən çox olan nümunələrdə istifadə edilməməlidir.

Heksandan başqa uçucu həlledicilər bərabər və ya daha yaxşı bərpa xüsusiyyəti (bərpanın kütlə payı 70 % və 110 % arasında) olduğu sübut olunarsa istifadə edilə bilər.

9.2 Ekstraksiya

9.2.1 Nümunənin hazırlanması və ekstraksiyası

Suda həll olunan məhlulda həll edilmiş daxili standartın dəqiq müəyyən edilmiş miqdarını (məsələn, 50 ng olan həcm) əlavə edin (6.5.1). 25 ml heksanı (6.2.1) və qarışdırıcı çubuğu (7.2) daxil edin, daha sonra kolbanı (7.1) alüminium örtüklü qapaq ilə bağlayın və ya konusvari kolbanı (7.4) tıxacla bağlayın. Nümunəni maqnit qarışdırıcıdan istifadə edərək 60 dəqiqə ərzində maksimum rejimdə yaxşıca qarışdırın. Nümunəni ayırıcı qıfa köçürün və fazaların ən azı 5 dəqiqə ayrılmasına icazə verin. Ekstraksiya prosesi zamanı emulsiya yaranarsa, onu sentrifuqa borusuna və sentrifuqaya toplayın (7.8), məsələn, təxminən 3 000 r/dəq sürətlə 10 dəqiqə.

Alternativ olaraq, fazaların ayrılması üçün mikroseparator (Əlavə B-yə baxın) istifadə edilə bilər. Ayrılan suyu Pasteur pipeti ilə götürün (7.16). Ekstarksiyanı konusvari kolbaya (7.4) köçürün və 9.2.2-yə uyğun olaraq qurudun. Adsorbsiya edilmiş PAH-ın ekstraksiyası üçün şüşəni ekstraksiya həlledicisi ilə yaxşıca yaxaladığınızdan əmin olun.

QEYD Ekstraksiya proseduru həmçinin silkələmə aparatı (7.9) və mikroseparator (Əlavə C) istifadə edərək ayırıcı qıfda (7.3) həyata keçirilə bilər.

Yüksək PAH konsentrasiyası olan su nümunələrinin üçün yalnız 10 ml-dən 100 ml-ə qədər homogen nümunəni pipetlə 250 ml-lik konusvari kolbaya (7.4) köçürün və su ilə 200 ml-ə qədər duruldun. 25 ml heksan (6.2.1) əlavə etdikdən sonra yuxarıda göstəriləyi kimi davam edin.

9.2.2 Ekstraktın qurudulması

9.2.1-də alınmış heksan qatını 100 ml-lik konusvari kolbaya köçürün. Qıf və ya sentrifuqa borusunu 5 ml heksanla yaxalayın və onu ümumi ekstrakta əlavə edin.

Ekstraktı təxminən 0,2 q natrium sulfatla ən azı 15 dəqiqə qurudun, qabı tez-tez fırladın.

Quru ekstraktı reduksiya kolbasına əlavə edin (7.7). Konusvari kolbanı iki dəfə 5 ml heksanla yuyun və onu da reduksiya kolbasına əlavə edin.

9.2.3 Zənginləşdirmə

9.2.2-də əldə edilmiş qurudulmuş heksan ekstraktını reduksiya kolbasının yalnız daralmış uc hissəsini (təxminən 2 ml) doldurana qədər buxarladın. Məsələn 30 °C temperaturda fırlanan buxarlandırıcıdan istifadə edərək təzyiqli yavaş-yavaş 20 kPa-a qədər endirməklə həyata keçirilə bilər.

Ekstraktları quruyana qədər buxarlatmayın, çünki 2 və ya 3 halqalı birləşmələrin itkisi baş verə bilər. Bir neçə damla dekan (6.2.4) və ya izooktan (6.2.5) əlavə etmək ən uçucu birləşmələrin itkisini azaldır.

Ekstraktı bilinən bir həcmdə həll edin (məsələn, 2 ml). Şüşə divarın üzərinə çökə biləcək qalıqların silkələmə aparatından istifadə edərək həll olunduğundan əmin olun.

Əgər xromatoqramda kəmiyyət göstəricilərinə təsir edən müdaxilələr göstərilirsə, mənşəyi naməlum nümunələrin ekstraktlarını 9.2.4-ə uyğun olaraq silisiumla təmizləmə yolu ilə təmizləyin.

Zənginləşdirilmiş nümunəni mikrofiltrdən (7.15) süzüləndən sonra zəruri hallarda şüşə nümunə flakonuna köçürün. Analiz aparılana qədər nümunəni sərin və qaranlıq yerdə saxlayın.

9.4-də göstərildiyi kimi hərəkət edin.

Alternativ zənginləşdirmə üsullarından istifadə edilə bilər. Böyük həcmli inyeksiya istifadə edilərsə və ya hədəf birləşmələrin daha yüksək konsentrasiyası gözlənilərsə, daha aşağı zənginləşdirmə əmsalı istifadə oluna bilər.

9.2.4 Silisium təmizlənməsi

Ekstraktı təmizləmək üçün şüşə yun (7.20) tıxaclı sütunlardan [Paster pipetləri (7.16)] və ya ən azı 0,5 q silisium (7.18) olan kartridən (7.17) istifadə edin. Sütundakı və ya kartridəki silisiumu, dioxlorometan və heksan (1+1) qarışığının beş qat həcmi ilə yaxalamaq, ardınca eyni həcmdə heksan (6.2.1) ilə təmizləmək lazımdır.

QEYD 1 Tərkibində aseton olan məhlulların təmizlənməsi mümkün deyil.

Ekstraktın təmizlənməsi üçün istifadə olunan həllediciləri molekulyar ələk diyircəkləri ilə qurudun (7.19). Silisium maksimum aktivliyə malik olmalıdır.

Zənginləşdirilmiş ekstraktı (9.2.3) az sürətli azot axını (6.4.1) ilə üfürərək bir yere toplayın, beləliklə 500 µl həcm qalmalıdır.

Toplanmış ekstraktı Pasteur pipetindən (7.16) istifadə edərək, heksanla örtülmüş silisium dioksidinə köçürün və onun silisiumda tamamilə islanması üçün gözləyin. Eluatı bir şüşə flakonda toplayın (7.11).

Reduksiya kolbasını 500 µl heksan (6.2.1) ilə yuyun, bu məhlulu sütuna əlavə edin və onun silisiumda tamamilə islanması üçün gözləyin.

PAH-ı diklorometan və heksan (1+1) qarışığı ilə təmizləyin.

QEYD 2 Tərkibində 0,5 q silisium olan satışdakı kartriclər PAH-ın elusiyası üçün ən azı 3 ml diklorometan-heksan (1+1) qarışığı həcmninin olmasını tələb edir.

Eluata bir neçə damcı dekan (6.2.4) və ya izooktan (6.2.5) əlavə edin, silkələməklə homogenləşdirin və 200 µl ilə 250 µl arasında zənginləşdirin (bax. 9.2.3). Məsələn əvvəlcə fırlanan buxarlandırıcı ilə (7.5) təxminən 2 ml-ə qədər, sonra azot axını ilə (6.4.1).

Ekstraktı kalibrləmə məhlullarının hazırlanması üçün istifadə edilmiş eyni həlledici ilə məlum həcmə qədər (məsələn, 2 ml) doldurun (6.8).

9.4-də göstərildiyi kimi hərəkət edin. GC-MS təyini üçün alikvotdan istifadə edin.

9.3 Qaz xromatoqrafiyası

Qaz xromatoqrafını istehsalçının göstərişlərinə uyğun işlədin.

Kapilyar GC sütununu və effektiv ayırmanın əldə olunduğu xromatoqrafik şərtləri seçin (məsələn, Əlavə A-ya baxın).

Eyni şərtlərdə kalibrləmə həllərini, boş həlləri və nümunələri təhlil edin. Bir inyeksiya standartı (6.5.2) istifadə edilərsə, kalibrləmə standartlarına və ekstraktlarına dəqiq bilinən bir miqdarda inyeksiya standartı əlavə edin, yaxşıca qarışdırın və dərhal GC-də inyeksiya edin.

9.4 Boş ölçü

Hər partiyada ən azı bir analizdən əvvəl və bir sıra analizlər zamanı sudan istifadə edərək boş ölçmələr həyata keçirin. Bu su aşkar edilə bilən PAH-dan təmizlənməlidir. Boş ölçmələr, nümunənin laboratoriyaya gəlişindən qaz xromatoqramının qiymətləndirilməsinə qədər analitik prosedurun bütün addımlarını əhatə etməlidir. Əgər boş dəyərlər qeyri-adi dərəcədə yüksəkdirsə (ən aşağı hesabat səviyyəsinin 50%-dən çoxu), bu yüksək boşluqların səbəbini tapmaq üçün prosedurun hər bir addımı yoxlanılmalıdır. Nümunənin ətraf hava və həlledicilərlə çirklənməsinin aradan qaldırılması və analitik cihazların yoxlanması kimi müxtəlif prosedurlarla boş dəyərlərin mümkün qədər azaldılmasını təmin edin.

Nümunə konsentrasiyaları kəmiyyətin təyini həddinə yaxın olarsa, bildirilən ən aşağı dəyərin 50%-dən yuxarı olan boş dəyərlərə yol verilə bilər.

9.5 Mass-spektrometrik (MS) şərtləri

Mass-spektrometr istehsalçının göstərişlərinə uyğun olaraq tənzimlənir. Xromatoqramlar tam skanda (46 u - 300 u arasında, burada u vahid atom kütlə vahididir) və ya seçilmiş ion monitorinqi/qeydiyyatı rejimində (SIM/SIR) qeydə alınır.

Mass-spektrometrin skan sürətini bir qaz xromatoqrafik pikinin ən azı yeddi məlumat nöqtəsi ilə təsvir edilməsinə imkan verən sürətə uyğunlaşdırın.

ISO 22892^[9] əsasən (GC-MS identifikasiyası) nisbi intensivliyə malik diaqnostik ionların siyahısı Cədvəl 4-də verilmişdir.

10 Kalibrlemə

10.1 Ümumi

Müəyyən ediləcək hər bir birləşmə üçün konsentrasiya aralığını əhatə edən bir kalibrlemə əyrisi hazırlanır. Nisbi cavab - R_{rel} (bax 10.2) və ya cavab faktoru - F_R (bax. 10.3) standart məhlullardakı konsentrasiyaya qarşı reqressiya funksiyasından istifadə etməklə tərtib edilir və ya hesablanır. Ən azı beş kalibrlemə nöqtəsi istifadə olunur. Həmçinin ISO 8466-1-ə baxın.

10.2 Etiketli daxili standartla kalibrlemə

Nümunələrə etiketlenmiş birləşmələrin əlavə edildiyi PAH üçün etiketlenmiş daxili standart kalibrlemə istifadə olunur.

Müəyyən ediləcək hər bir birləşmə üçün konsentrasiya diapazonunu əhatə edən kalibrlemə əyrisini hazırlayın. Nisbi cavabı - R_{rel} standart məhlullardakı konsentrasiya ilə müqayisə edin və ya xətti reqressiyadan istifadə edərək hesablayın. Növbəti paraqrafda göstərilən prosedurlara uyğun olaraq hər bir PAH üçün nisbi cavab faktorunu müəyyən edin. Ən azı beş kalibrlemə nöqtəsindən istifadə edin.

Diaqnostik ion 1-in ərazi cavablarından istifadə edərək, hər bir PAH-ın onun etiketli analoqu R_{rel} -ə olan cavabını təyin edin:

$$R_{rel} = \frac{A_{1n} \rho_L}{A_{1L} \rho_n}$$

(1)

Burada

A_{1n} - PAH üçün diaqnostik ion 1 sahəsidir;

A_{1L} - etiketlenmiş birləşmə üçün diaqnostik ion 1 sahəsidir;

ρ_L , - kalibrlemə standartında etiketli birləşmənin hər litr üçün mikroqramlarla konsentrasiyasıdır;

ρ_n - kalibrləmə standartında təbii birləşmənin hər litr üçün mikroqramlarla konsentrasiyasıdır.

QEYD Hər hansı birləşmə üçün nisbi cavab beş nöqtəli kalibrləmə diapazonunda sabitdirsə (dəyişiklik əmsalı 20%-dən azdır), həmin birləşmə üçün orta hesablanmış nisbi cavab istifadə edilə bilər; əks halda bu birləşmə üçün tam kalibrləmə əyrisi beş nöqtəli kalibrləmə aralığında istifadə edilə bilər.

10.3 Daxili standartla kalibrləmə

Daxili standart metod nümunəyə heç bir etiketli standart əlavə edilməmiş digər PAH-ların müəyyən edilməsi üçün tətbiq edilir.

Kalibrləmə müəyyən edilmiş cavab faktorlarının - F_R müəyyən edilməsini tənlik (2) ilə tələb edir:

$$F_R = \frac{A_{1s} \rho_{is}}{A_{1is} \rho_s} \quad (2)$$

Burada

A_{1s} - PAH üçün diaqnostik ion 1 sahəsidir;

A_{1is} - daxili standart üçün diaqnostik ion 1 sahəsidir;

ρ_{is} - daxili standartın hər litr üçün mikroqramlarla konsentrasiyasıdır;

ρ_s - kalibrləmə standartında birləşmənin hər litr üçün mikroqramlarla konsentrasiyasıdır.

QEYD Əgər hər hansı birləşmə üçün cavab əmsalı - F_R beş nöqtəli kalibrləmə diapazonunda sabitdirsə (dəyişiklik əmsalı 20%-dən azdır), həmin birləşmə üçün orta hesablanmış cavab əmsalı istifadə edilə bilər; əks halda, beş nöqtəli diapazonda həmin birləşmə üçün tam kalibrləmə əyrisi istifadə edilə bilər.

Kalibrləmənin gündəlik yoxlanılması (yenidən kalibrləmə) üçün ən azı iki kalibrləmə standartı inyeksiya olunur, məs. müəyyən edilmiş xətti aralığın 20 % ± 10 % və 80 % ± 10 % konsentrasiyalarında.

Hesablanmış cavab əmsalını əvvəlki nümunələr partiyasında əldə edilənlərlə müqayisə edin. Onlar 20%-dən çox fərqlənməməlidir.

11 Nümunələrin ölçülməsi

Nümunələri ölçməzdən əvvəl ölçmə sistemini tarazlaşdırın və istehsalçının göstərişlərinə uyğun olaraq mass-spektrometrini tənzimləyin.

Ölçmə üçün aşağıdakı şərtlər tətbiq edilməlidir.

İonlaşma üsulu: elektron təsiri.

Spektrin kütlə diapazonu: 46 u - 300 u arasında olur. Müəyyən ediləcək maddələrin ən yüksək kütləsindən ən azı 10 u çoxdur (Burada u vahid atom kütlə vahididir).

Müdaxilə ilə, məsələn CO₂ səbəbiylə, spektr 46 u-da başlaya bilər.

Dövr müddəti: Hər maddənin pik nöqtəsi üçün ən azı yeddi spektr götürülə bilər.

Həssaslığı artırmaq üçün yalnız vahid kütlələr qeydə alınmışdırsa, yuxarıdakı dövrlə eyni olan baza pikini və ən azı iki ionu daha qeyd edin.

12 İdentifikasiya

Vahid bir maddənin kəmiyyətinin müəyyən edilməsi təhlükəsiz və qeyri-müəyyən identifikasiya tələb edir. PAH daha az parçalanmaya malikdir və buna görə də identifikasiya üçün əlavə meyarlar tələb olunur.

Eyni iş şəraitində götürülmüş nümunə spektri və istinad spektri eyni olmalıdır. İstinad spektri hər bir laboratoriya tərəfindən öz avadanlıqlarından istifadə etməklə hazırlanmalı və istinad spektrinin verilənlər bazasında saxlanmalıdır. Bu spektrlər mass-spektrometriyası ilə identifikasiya məqsədləri üçün istifadə edilməlidir.

Qeyri-əsas zirvənin sapması (kütlə piki 100% deyil) 10%-dən az olmalıdır.

Saxlama müddətində bir dəyişiklik varsa, identifikasiyanın təsdiqlənməsi sıçrayış ilə aparıla bilər. Bütün 16 izotopik etiketli PAH standartlarının istifadəsi identifikasiyanın təsdiq etmək üçün ən yaxşı yol ola bilər. Cədvəl 3 -ə baxın.

Cədvəl 3 — İdentifikasiyanın təsdiqlənmə dərəcəsi

Texnika	Eyniləşdirmə dərəcəsi	İş rejimi	Əlavə meyar
MS	Mümkün	Vahid kütləvi monitoring (SIM/SIR)	Kütlə nisbətlərinin verilmiş hədlər daxilində standart birləşmə ilə uyğunluğu
	Təsdiq edilmiş	Ümumi spektrlərin alınması (skan)	Verilən məhdudiyyətlər daxilində spektrin standart birləşmə ilə uyğunluğu

Vahid bir maddə müəyyən edilir, əgər:

- nümunənin ümumi ion cərəyanının xromatoqrammasında maddənin nisbi saxlanma müddəti 500 s-dən çox və 5 000 s-dən az olduqda, $\pm 0,2\%$ -dən çox fərqlənir;

- eyni şəraitdə alınmış nümunənin mass-spektrində qeydə alınmış diaqnostik ionların nisbi intensivliyi istinad maddənin həmin intensivliklərindən $\pm (0,1/ + 10)$ %-dən çox fərqlənir. “/” istinad məhlulunun mass-spektrindəki xarakterik ionlarda qeydə alınan nisbi intensivliyi.

Kritik zirvə cütlükləri yanlış avtomatik tapşırıqlara səbəb ola bilər. Bu hallarda əl ilə yoxlama vacibdir. Kritik zirvə cütləri bunlardır: fenantrin-antrasin, benz[a]antrasin-xrisen, benzo[b]flüorantin-benzo[k]flüorantin və benzo[a]pirin-benzo[e]pirin.

Bənzər kütlələri olan və üst-üstə düşən birləşmələr yalnız hər iki zirvə arasındakı minimumun əsas zirvənin 25 % -dən çox olmadığı hallarda etibarlı şəkildə müəyyən edilə bilər; əks halda onlar cəm kimi bildirilir.

Vahid kütlələrdən istifadə edərkən Cədvəl 4 -də sadalanan bütün kütlə siqnalları mövcud olmalıdır. Kütlənin ən kiçik zirvəsi üçün siqnal-səs-küy nisbəti 3-dən çox olmalıdır ($S/N > 3$).

Spektrumdakı üç kütlənin nisbəti pik maksimumdakı pik yüksəkliklərdən təyin olunmalıdır.

Müəyyən edilmiş 100 % olmayan iki kütlənin 100 % kütləyə nisbəti istinad materialı ilə eyni şərtlərdə təyin olunan dəyərin 10 % -i daxilində olmalıdır.

Cədvəl 4 — Polisiklik aromatik karbohidrogenlərin xarakterik kütlələri

Birləşmə	CAS nömrəsi	Diaqnostik ion ^a		
		1	2	3
		<i>m/z</i>	<i>m/z</i>	<i>m/z</i>
Naftalin	91-20-3	128 (100)	102 (11)	—
Asenaftilin	208-96-8	152 (100)	150 (3)	76 (10)
Asenaftin	83-32-9	153 (100)	154 (70)	76 (10)
Flüorin	86-73-7	165 (100)	166 (81)	139 (4)
Fenantrin	85-01-8	178 (100)	152 (9)	76 (3)
Antrasin	120-12-7	178 (100)	152 (12)	76 (6)
Flüorantin	206-44-0	202 (100)	200 (31)	100 (3)
Pirin	129-00-0	202 (100)	200 (2)	101 (4)
Benzo[a]antrasin	56-55-3	228 (100)	226 (3)	114 (2)
Xrizin	218-01-9	228 (100)	226 (6)	113 (4)
Benzo[b]flüorantin	205-99-2	252 (100)	250 (22)	126 (5)
Benzo[k]flüorantin	207-08-9	252 (100)	250 (22)	126 (5)
Benzo[a]pirin	50-32-8	252 (100)	250 (18)	113 (11)
Indeno[1,2,3-cd]pirin	193-39-5	276 (100)	138 (12)	274 (4)
Dibenzo[a,h]antrasin	53-70-3	278 (100)	139 (9)	276 (5)
Benzo[ghi]perilin	191-24-2	276 (100)	138 (12)	274 (4)

a Kursiv ilə yazılmış rəqəmlər tez-tez çatışmayan fraqmentləri göstərir, mötərizədə olan rəqəmlər isə fraqment ionunun nisbi intensivliyidir.

Nümunənin mass-spektrinə istinad spektrində nisbi intensivliyi 10 % olan bütün ionlar daxil edilməlidir. Nümunə spektrində və istinad spektrində müxtəlif ionların intensivliklərinin nisbəti üç ən vacib ion üzərində sınaqdan keçirilməli 20 % daxilində olmalıdır.

Hesabatda vahid kütləvi qeydiyyat qeyd edilməlidir.

Mass-spektrometriya ilə aşkar etmək üçün spektrlərin müqayisəsi ilə eyniliyi yoxlayın. Bundan sonra maddənin əsas zirvəsinin pik sahəsindən və ya SİM texnikası ilə izotop və ya fragment nisbətələrindən istifadə edin. Daxili bir standart istifadə edildiyi zaman bu siqnalın təmizliyi yoxlandıqdan sonra istinad həmişə ən sıx kütlənin (əsas ion) siqnalıdır.

13 Hesablama

13.1 Daxili standartlarla kəmiyyətin müəyyən edilməsi

İlkin kalibrlemə məlumatından (10.3) və ekstraktda PAH miqdarını verən tənlikdən (3) müəyyən edilmiş cavab faktorlarından istifadə etməklə daxili standartın əlavə olduğu PAH-ların konsentrasiyalarını nanoqramla (m_{ex}) hesablayın:

$$m_{ex} = \frac{A_{1s} m_{is}}{A_{1is} F_R} \quad (3)$$

burada

A_{1s} - PAH üçün diaqnostik ion 1 sahəsidir;

m_{is} - nanoqramlarla daxili standartın miqdarıdır;

A_{1is} - daxili standart üçün diaqnostik ion 1 sahəsidir;

F_R - 10.3-də müəyyən edilmiş cavab faktorudur.

Əlavə D-də göstərilən diaqnostik ionun sahə cavabından istifadə edərək inyeksiya standartına nisbətən daxili standartların cavab əmsalını təyin edin.

Tənlik (3) ilə müəyyən edilmiş ekstraktdakı miqdardan istifadə edərək müəyyən edilmiş daxili standart birləşmələrin faiz kütləsi ilə ifadə olunan bərpasını-w hesablayın:

$$w = \frac{m_{ex}}{m_{spk}} \times 100 \% \quad (4)$$

burada

m_{ex} nanoqramlarla tapılan miqdardır;

m_{spk} nanoqramlarla ölçülən miqdardır, spiked.

Daxili standart əlavə edilməmiş birləşmələr üçün bərpa aşağıdakı kimi müəyyən edilir.

Məsələn, 6.5-ə əsasən 1.000 ml suya uyğun olaraq hazırlanmış 2 ml istinad məhlulu əlavə edin və Maddə 9 -da göstərildiyi kimi davam edin.

Standart əlavələr üsulu ilə yerüstü su nümunələri üçün bərpa dərəcələrini müəyyən edin.

(5) tənliyindən istifadə edərək kütlə payı ilə ifadə olunan N , $w_{i,N}$ konsentrasiya səviyyəsində determinant i -nin bərpasını təyin edin:

$$w_{i,N} = \frac{\rho_{i,N_f}}{\rho_{i,N_e}} \quad (5)$$

(6) tənliyindən istifadə edərək i , kütlə payı ilə ifadə olunan w_i determinantının orta bərpasını təyin edin:

$$\bar{w}_i = \frac{\sum_{N=1}^n w_{i,N}}{n} \quad (6)$$

Burada

ρ_{i,N_f} - kalibrlemə funksiyasından istifadə etməklə hesablanmış N konsentrasiya səviyyəsində determinant i -nin hər litr üçün mikroqramla tapılan kütlə konsentrasiyasıdır;

ρ_{i,N_e} - N konsentrasiya səviyyəsində determinant i -nin hər litr üçün mikroqramla verilmiş kütlə konsentrasiyasıdır;

n - konsentrasiya səviyyələrinin sayıdır.

13.2 Etiketlənmiş daxili standartlar və etiketlənmiş birləşmələrin bərpası ilə kəmiyyətin müəyyən edilməsi

Ekstraksiyadan əvvəl hər bir nümunəyə müəyyən miqdarda etiketli birləşmə əlavə etməklə, bərpa üçün düzəlişlər edilə bilər. Çünki PAH və onun etiketli analoqu ekstraksiya, konsentrasiya və qaz xromatoqrafiyası üzərində oxşar təsirlər göstərir.

Konsentrasiyaları birbaşa müəyyən etmək üçün 10.2-də göstərilən ilkin kalibrlemə məlumatları ilə birlikdə nisbi cavab dəyərlərindən - R_{rel} istifadə edin. Burada yalnız etiketlenmiş birləşmənin spiking-sıçrayış səviyyələri sabitdir. Ekstrakttaki PAH miqdarını nanoqramla vermək üçün (7) tənliyindən istifadə edin.

$$m_{ex} = \frac{A_{1n} m_L}{A_{1L} R_{rel}} \quad (7)$$

Burada

A_{1n} – təbii birləşmə üçün diaqnostik ion 1-in sahəsi;

A_{1L} - etiketlenmiş birləşmə üçün diaqnostik ion 1-in sahəsidir;

m_L - kalibrlemə standartında etiketlenmiş birləşmənin nanoqramlarla miqdarıdır;

R_{rel} - 10.2-də müəyyən edildiyi kimi nisbi cavabdır.

Standart əlavələr üsulu ilə səth suları və tullantı su nümunələri üçün bərpa dərəcələrini təyin edin.

(8) tənliyindən istifadə edərək faiz kütləsi ilə ifadə olunan N , $w_{i,N}$ konsentrasiya səviyyəsində determinant i -nin bərpasını təyin edin:

$$w_{i,N} = \frac{\rho_{i,N_f}}{\rho_{i,N_e}} \times 100 \% \quad (8)$$

(9) tənliyindən istifadə edərək i , w_i determinantının faiz kütləsi ilə ifadə olunan orta bərpasını təyin edin:

$$\bar{w}_i = \frac{\sum_{N=1}^n w_{i,N}}{n} \times 100 \% \quad (9)$$

Burada

$\rho_{i,Nf}$ - kalibrləmə funksiyası ilə hesablanmış N konsentrasiya səviyyəsində determinant i-nin hər litr üçün mikroqramla tapılmış kütlə konsentrasiyasıdır;

$\rho_{i,Ne}$ - N konsentrasiya səviyyəsində determinand i-nin hər litr üçün mikroqramla verilmiş kütlə konsentrasiyasıdır;

n - konsentrasiya səviyyələrinin sayıdır.

13.3 Daxili standartların bərpası

Əksər nümunələr üçün daxili standartların (ISO 7981-2^[4]) bərpası reaktiv sudan alınanlara bənzəyir. Daxili standart bərpa bu diapazonlardan kənar olarsa durulmuş nümunə təhlil edilməlidir.

Əgər durulmuş nümunədə daxili standartlardan hər hansı birinin bərpası normal həddən kənardırsa, kalibrləmə məhlulları (6.8) təhlil edilməli və kalibrləmə yoxlanılmalıdır. Hər bir birləşmə üçün yoxlama analizinin nəticəsinin nominal konsentrasiyanın 20 % -i daxilində olduğunu təsdiq edin. Bununla birlikdə, hər hansı bir birləşmə əlaqədar həddi aşarsa, ölçü sistemi bu birləşmə üçün düzgün işləmir. Bu halda, yeni kalibrləmə standartı hazırlayın və ya uğursuzluğa səbəb olan problemi düzəldin. Mass-spektrometrin sazlanmasını təkrarlayın (9.5) və sınağı yoxlayın və ya yenidən kalibrləmə həyata keçirin (10.2).

13.4 Nümunədə konsentrasiya

Nümunənin sulu fazasında PAH konsentrasiyasını - ρ hər litr üçün mikroqramla aşağıdakı kimi hesablayın:

$$\rho = \frac{m_{ex}}{V_s} \quad (10)$$

Burada

m_{ex} - ekstrakt da olan birləşmənin mikroqramla miqdarıdır;

V_s - nümunənin litrlə həcmidir.

14 Neticələrin ifadəsi

PAH-ın kütlə konsentrasiyasını hər litr üçün mikroqramla, iki əhəmiyyətli rəqəmdən çox olmamaqla bildirin.

<0,01 µg/l olan konsentrasiyalar ən yaxın 0,001 µg/l-ə yuvarlaqlaşdırılıb.

NÜMUNƏLƏR:

Ölçülmüş dəyər	Nəticə
13,54 µg/l	14 µg/l
1,354 µg/l	1,4 µg/l
0,135 4 µg/l	0,14 µg/l
0,013 5 µg/l	0,014 µg/l
0,008 5 µg/l	0,008 µg/l

15 Test hesabatı

Bu sınaq hesabatında ən azı aşağıdakı məlumatlar olmalıdır:

- bu Beynəlxalq Standarta (ISO 28540:2011) istinadla istifadə edilən sınaq metodu;
- nümunənin tam identifikasiyası üçün lazım olan bütün məlumatlar;
- istifadə edilən nümunə götürmə üsulu və nümunənin mühafizəsi haqqında müvafiq məlumat;
- 14-cü bəndə uyğun olaraq ifadə edilən PAH-ın hər birinin konsentrasiyası;
- MS analizi zamanı vahid kütləvi qeydiyyat haqqında qeyd (əgər istifadə edilərsə);
- bu Beynəlxalq Standartda göstərilməyən və ya istəyə bağlı göstərilə bilən bütün əməliyyat məlumatları. Həmçinin test nəticələrinə təsir edə biləcək hər hansı bir hadisənin təfərrüatları.

Əlavə A

(məlumat üçün)

GC-MS şərtləri üçün nümunələr

Cədvəl A.1 — Xromatoqrafik şəraitin nümunələri

Sütun	Ölçülər: uzunluğu daxili diametri film qalınlığı	Temperatur proqramı
95% dimetilpolisiloksan 5% difenilpolisiloksan	30 m 0,25 mm 0,25 µm	40 °C, 8 dəq izotermik 5 °C/dəq - 310 °C 15 dəqiqə izotermik
86% dimetilpolisiloksan 14% siyanopropilen- polisiloksan	30 m 0,25 mm 0,1 µm	40 °C, 6 dəq izotermik 5 °C/dəq - 220 °C 4 dəqiqə izotermik

Əlavə B

(məlumat üçün)

Dəqiqlik və düzgünlük

2009-cu ildə keçirilmiş laboratoriyalararası sınaq nəticəsində əldə edilmiş maye-maye ekstraksiyasının (LLE) nəticələrinin statistik məlumatları Cədvəl B.1, B.2 və B.3-də verilmişdir.

Cədvəl B.1 — İcməli su (LLE) üzrə statistik məlumatlar

Analit	Kənar göstəricilərin faizi O %	İmtinada n sonra laboratoriyaların sayı /	Təyin edilmiş dəyər ρ_{ass} ng/l	Ümumi orta - P ng/l	Təkrar istehsal standart sapması sR ng/l	Təkrar istehsal qabiliyyətinin dəyişmə əmsalı^a CV,R %	Təkrar anmanın dəyişmə əmsalı CV,r %
Asenaftin	16,67	15	10,1	11,77	5,11	43,40	7,60
Asenaftilin	33,33	12	10,1	9,3	3,14	33,70	7,40
Antrasin	22,22	14	10,1	8,6	3,2	37,10	8,30
Benzo[a]antrasin	22,22	14	10,5	9,73	3,13	32,10	7,00
Benzo[a]pirin	26,32	14	9,9	8,66	3,29	38,00	7,60
Benzo[b]flüorantin	21,05	15	10,1	8,82	2,32	26,30	11,20
Benzo[ghi]perilin	21,05	15	10,3	8,58	2,14	24,90	13,20
Benzo[k]flüorantin	21,05	15	10,2	8,9	2,3	25,90	8,70
Xrizin	26,32	14	10,1	9,7	3,57	36,80	7,20
Dibenzo[a,h]antrasin	31,58	13	10,3	8,3	2,45	29,50	14,00
Flüorantin	27,78	13	10	10,54	3,2	30,40	7,70
Flüorin	16,67	15	10,1	10,81	3,31	30,60	8,50
Indeno[1,2,3-cd]pirin	26,32	14	10,5	8,08	2,62	32,40	12,80
Naftalin	21,05	15	10,3	12,06	4,81	39,90	10,60

Fenantrin	22,22	14	10,1	12,29	7,25	58,90	7,30
Pirin	27,78	13	10,2	10,12	2,67	26,40	8,00

^a $C_{V,R} > 40\%$ - bu parametrin yoxlanılmasının uğurlu olmadığını bildirir.

Cədvəl B.2 — Təbii (çay) (LLE) su üçün statistik məlumatlar

Analit	Kənar göstəricilərin faizi O %	İmtinadan sonra laboratoriyaların sayı I	Təyin edilmiş dəyər P_{pass} ng/l	Ümumi orta - P ng/l	Təkrar istehsal standart sapması sR ng/l	Təkrar istehsal qabiliyyətinin dəyişmə əmsali ^a $C_{V,R}$ %	Təkrarlanmanın dəyişmə əmsali $C_{V,r}$ %
Asenaftin	11,1	16	44,5	30,74	12,73	41,40	5,00
Asenaftilin	16,7	15	44,5	29,15	11,98	41,10	7,30
Antrasin	5,6	17	44,6	28,31	14,42	50,90	9,90
Benzo[a]antrasin	15,8	16	46,1	27,19	13,56	49,90	6,50
Benzo[a]pirin	10,5	17	43,6	30,33	13,88	45,80	8,20
Benzo[b]flüorantinin	15,8	16	44,5	34,04	13,79	40,50	6,90
Benzo[ghi]perilin	15,8	16	45,2	26,85	9,56	35,60	8,30
Benzo[k]flüorantinin	21,1	15	44,8	23,63	7,94	33,60	5,40
Xrizin	10,5	17	44,6	30,33	15,14	49,90	7,10
Dibenzo[a,h]antrasin	10,5	17	45,1	24,58	10,18	41,40	10,70
Flüorantin	11,1	16	43,8	35,59	12,46	35,00	7,90

Flüörin	5,6	17	44,4	31,37	14,19	45,20	6,90
Indeno[1,2,3-cd]pirin	15,8	16	46,2	25,69	11,96	46,60	7,50
Naftalin	10,5	17	45,5	27,54	15,87	57,60	6,70
Fenantrin	27,8	13	44,4	30,17	16,83	55,80	5,60
Pirin	10,5	17	44,7	38,58	14,38	37,30	7,60

^a $C_{V,R} > 40\%$ - bu parametrin yoxlanılmasının uğurlu olmadığını bildirir.

Cədvəl B.3 — Tullantı suları (LLE) üzrə statistik məlumatlar

Analit	Kənar göstəricilərin faizi O %	İmtinada n sonra laboratoriyaların sayı /	Təyin edilmiş dəyər P_{pass} ng/l	Ümumi orta - P ng/l	Təkrar istehsal standart sapması sR ng/l	Təkrar istehsal qabiliyyətinin dəyişmə əmsalı ^a $C_{V,R}$ %	Təkrarlamanın dəyişmə əmsalı $C_{V,r}$ %
Benzo[a]antrasin	27,8	13	101	70,53	46,93	66,50	10,10
Benzo[a]pirin	29,4	12	95,5	58,59	40,82	69,70	10,10
Benzo[b]flüorantin	29,4	12	97,6	82,41	56,72	68,80	10,30
Benzo[ghi]perilin	31,3	11	99,1	62,73	44	70,10	10,00
Benzo[k]flüorantin	17,6	14	98,2	57,47	40,63	70,70	15,50
Xrizin	27,8	13	97,9	66,8	45,06	67,50	11,90
Dibenzo[a,h]antrasin	23,5	13	98,9	45,28	28,53	63,00	12,90

Flüorantin	27,8	13	96,1	83,43	56,77	68,00	10,00
Flüorin	0,0	18	97,4	73,39	37,77	51,50	10,80
Indeno[1,2,3-cd]pirin	31,3	11	101,3	65,24	49,19	75,40	9,90
Naftalin	11,8	15	99,7	35,11	11,34	32,30	6,70
Fenantrin	27,8	13	97,4	79,09	50,94	64,40	8,50
Pirin	22,2	14	98,1	87,04	56,94	65,40	9,80

^a $C_{V,R} > 40\%$ - bu parametrin yoxlanılmasının uğurlu olmadığını bildirir.

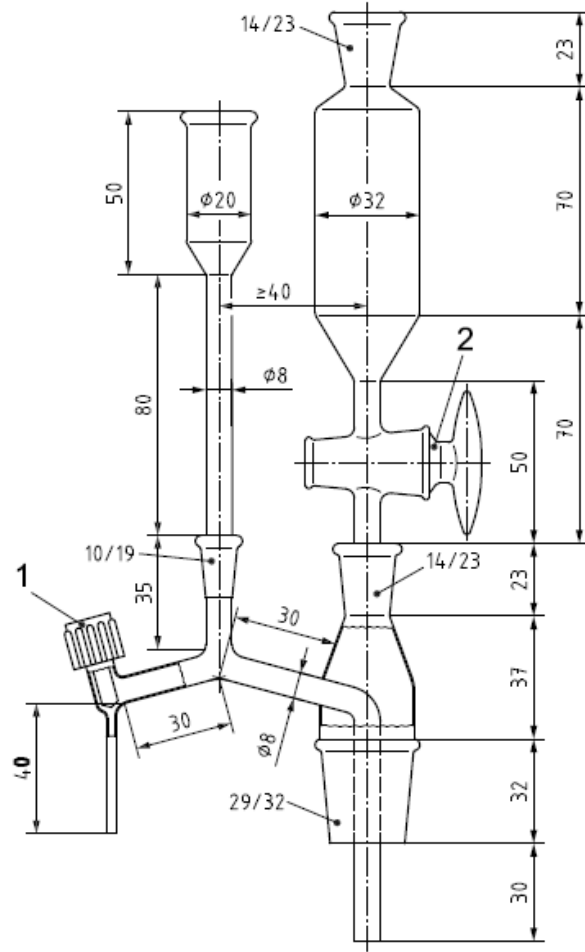
Əlavə C

(məlumat üçün)

Xüsusi aparatların konstruksiyasına dair nümunələr

C.1-dən C.3-ə qədər Şəkillərə baxın.

Ölçülər millimetrlədir.

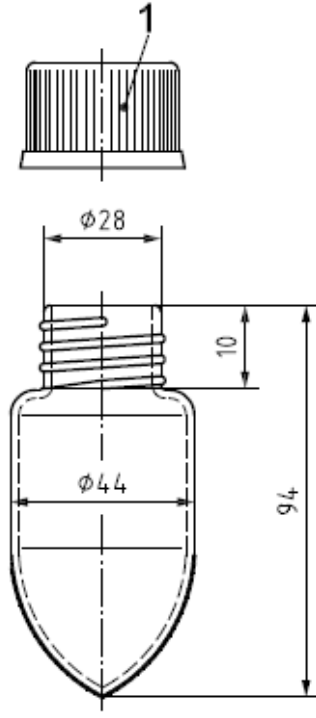


Şekil C.1 — Mikroseparator

Açar sözlər

1 PTFE vintli kran

2 PTFE klapan

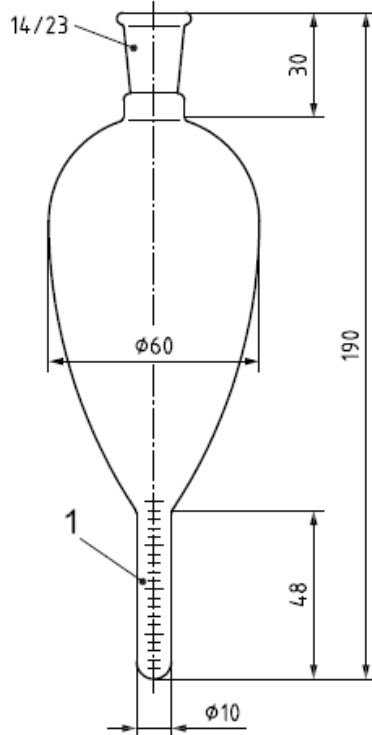


Ölçüler millimetredir.

Açar söz

1 alüminium astarlı vintli qapaq

Şəkil C.2 — Konik dibi və vintli qapağı olan sentrifuqa borusu



Şəkil C.3 — Reduksiya kolbası

Ölçülər millimetrlədir.

Açar söz

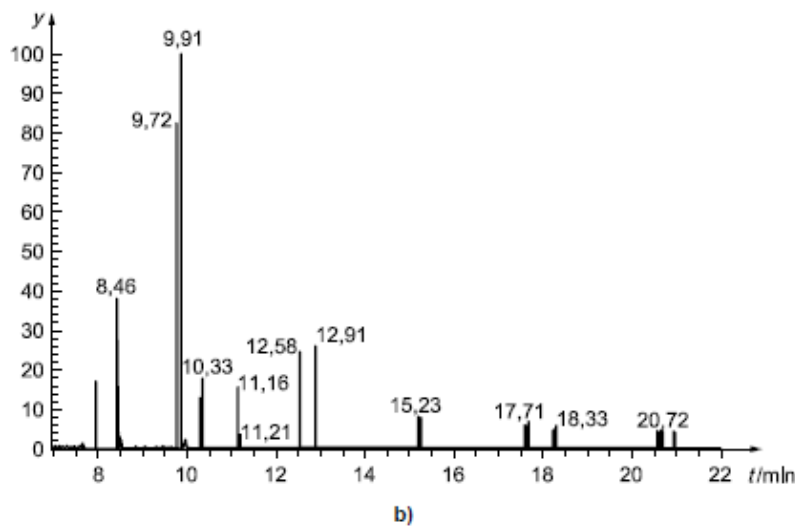
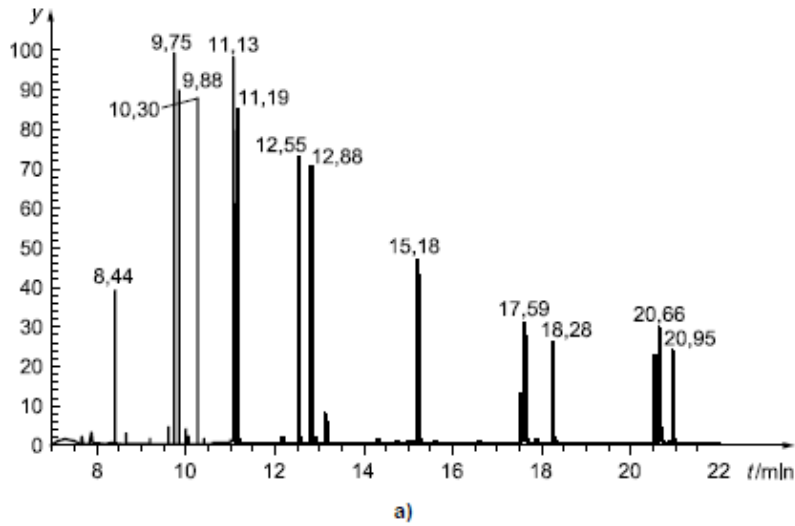
1 ümumi həcmi 2 ml-dir, 0,1 ml ilə dərəcələndirilmiş

Əlavə D

(məlumat üçün)

Xromatoqramlar üçün nümunə

Şəkil D.1 və Cədvəl D.1-ə baxın.



Açar sözlər

y - nisbi çoxluq

t - vaxt

Şəkil D.1 — Xromatoqramların tipik nümunəsi

Cədvəl D.1 — Nəticələr

Komponent [Şəkil D.1 b)]	Saxlama müddəti <i>t</i>	Komponent [Şəkil D.1 a)]	Saxlama müddəti <i>t</i>
Naftalin	8,46	Naftalin – d8	8,44
Asenaftilin	9,72	Asenaftilin – d8	9,75
Asenaftin	9,91	Asenaftin – d10	9,88
Flüorin	10,33	Flüorin – d10	10,30
Fenantrin	11,16	Fenantrin – d10	11,13
Antrasin	11,21	Antrasin – d10	11,19
Flüorantin	12,58	Flüorantin – d10	12,55
Pirin	12,91	Pirin – d10	12,88
Benzo[a]antrasin	15,23	Benzo[a]antrasin – d12	15,18
Xrizin	15,30	Xrizin – d12	15,24
Benzo[b]flüorantin	17,64	Benzo[b]flüorantin – d12	17,59

Benzo[k]flüorantin	17,71	Benzo[k]flüorantin – d12	17,66
Benzo[a]pirin	18,33	Benzo[a]pirin – d12	18,28
Indeno[1,2,3-cd]pirin	20,62	Indeno[1,2,3-cd]pirin – d12	20,58
Dibenzo[a,h]antrasin	20,72	Dibenzo[a,h]antrasin – d14	20,66
Benzo[ghi]perilin	20,99	Benzo[ghi]perilin – d12	20,95

Əlavə E

(məlumat üçün)

Ekstraksiya diskləri ilə çıxarış

E.1 Ekstraksiya diskləri ilə çıxarış

E.1.1 Nümunənin hazırlanması və ekstraksiyası

Ümumiyyətlə, nümunələr əvvəlcədən təmizlənmədən yoxlanılır, yəni analizdən əvvəl asılı hissəciklər ekstraksiya olunmur. Nümunəni süzməyin.

Müvafiq həlledicidə həll edilmiş daxili standartın dəqiq müəyyən edilmiş miqdarını əlavə edin (məsələn 50 ng) (6.5.1).

E.1.2 Adsorbent disklərin kondisionerləşdirilməsi

4 ml aseton əlavə edin (6.2.3) və onu təxminən 20 saniyə ərzində kartrıcdən keçirin (məsələn vakuum cihazından istifadə etməklə).

Adsorbentin qurumadığından əmin olun.

Bu addımı bir dəfə təkrarlayın.

4 ml su əlavə edin və onu təxminən 20 saniyə ərzində kartrıcdən keçirin (məs. vakuüm cihazından istifadə etməklə).

Adsorbentin qurumadığından əmin olun.

Bu addımı bir dəfə də təkrarlayın.

E.1.3 Ekstraksiya və elusiya

Məsələn, tətqiq ediləcək nümunədən 1000 ml götürün və onu təxminən 50 ml/dəq axın sürətində E.1.2-də olduğu kimi adsorbentdən keçirin. Nümunə qabını (məsələn, nümunə şüşəsi) 4 ml su ilə yuyun və E.1.2-də təsvir olunduğu kimi onu adsorbentdən keçirin. Adsorbenti azot axınında (6.4.1) 7 dəqiqədən az olmayaraq qurudun.

Aşağıdakı kimi üç addımda süzün:

Addım 1: 3 ml aseton əlavə edin (6.2.3), həlledicinin islanması üçün 1 dəqiqə gözləyin. Təxminən 20 saniyə ərzində kartrıcdən keçirərək eluatı toplayın.

Addım 2: 3 ml aseton əlavə edin (6.2.3), həlledicinin islanması üçün 5 dəqiqə gözləyin. Təxminən 20 saniyə ərzində kartrıcdən keçirərək eluatı toplayın.

Addım 3: 1-ci addımı təkrarlayın.

Birləşdirilmiş eluatları bir şüşə qabda toplayın. Ekstraksiya üçün aseton (6.2.3) istifadə edildiyi zaman ekstraktın qurutma mərhələsinə ehtiyac yoxdur.

QEYD Digər uçucu həlledicilərin (məsələn, 5 % etil asetat həcm fraksiyasını ehtiva edən heksan) bərabər və ya daha yaxşı bərpa xüsusiyyəti (bərpa 70 % - 110 % arasında) olduğu sübut edildikdə, ekstraksiya və eluasiya üçün istifadə edilə bilər.

Lazım gələrsə, həlledicini diqqətlə buxarladın və 9.2.3-də göstərilədiyi kimi eluatı konsentrasiya edin.

9.3-də göstərilədiyi kimi hərəkət edin. GC-MS təyini üçün alıkvotdan istifadə edin.