

سازمان حفاظت محیط زیست

بخش هیدروکربنهای نفتی و سموم آزمایشگاه مرجع

دستورالعمل سنجش BTEX در نمونه های
آب و پساب

**Determination of BTEX in Water
& Waste Water Samples**

تهیه کننده:

اعظم صادق اسدی

آزاده اکرام جعفری

نسخه:

۰۰ - ۱۳۹۵

۱ - هدف

این روش جهت اندازه گیری بنزن، متیل بنزن (تولون)، دی متیل بنزن (زایلن) و اتیل بنزن (BTEX) در نمونه های همگن آب و پساب در غلظت های بالای ۲ میکروگرم در لیتر مناسب می باشد. نمونه های آلوده به ترکیبات آلی، بسته به زمینه ی نمونه، میزان حد تشخیص آنها بالاتر می رود. غلظت های بالا را از طریق رقیق کردن نمونه اندازه گیری می کنند. این روش فقط جهت نمونه های آبی کاربرد دارد. برخی از مشتقات و ترکیبات غیر قطبی با خواص فیزیکی مشابه را نیز می توان با استفاده از این روش اندازه گیری کرد.

۲ - قاعده کلی

یک حجم مشخصی از نمونه ی آبی فیلتر نشده در ویال های با در سپتوم کاملاً محکم گرم می شود و باعث تبخیر ترکیبات فرار شده، بخشی از فاز گازی به داخل کروماتوگراف گازی انتقال داده می شود. جدا سازی بنزن و مشتقات آن از طریق تزریق نمونه به ستون موئین با فاز ساکن صورت می گیرد و تشخیص آن با استفاده از دکتور مناسب امکان پذیر می باشد.

۳ - مزاحمت ها

در هنگام نمونه برداری، حمل و نقل و آماده سازی امکان از بین رفتن BTEX به علت تبخیر و خروج ترکیبات فرار، وجود دارد. ترکیبات آلی فرار موجود در محیط اطراف ممکن است باعث آلودگی نمونه ی آب و شاهد شده و در نتیجه به ترتیب باعث بالا آمدن حد تشخیص و مقادیر بالای ترکیبات آلی در شاهد می شود. جهت جلوگیری از خطای مربوط به جذب و دفع اجزای تشکیل دهنده ی نمونه، بایستی از تماس آنها با مواد پلاستیکی خودداری شود.

۴ - وسایل مورد نیاز

قبل از استفاده تمامی بطری ها و ویال های تمیز شده را به صورت برعکس به مدت ۱ ساعت در دمای ۱۵۰ درجه ی سانتیگراد در آون قرار دهید. سپس آنها را از آلوده شدن حفظ کنید. به عنوان مثال در هنگام خنک شدن روی آنها را با آلومینیوم پوشانید و پس از خنک شدن در آنها را ببندید.

۱-۴ - بطری مخروطی شکل، با ظرفیت کم. به عنوان مثال ۲۵۰ میلی لیتر، شیشه ی تیره رنگ با در PTFE یا آلومینیومی.

۲-۴ - پیت شیشه ای در حجم های ۱، ۲، ۵، ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتر

۳-۴ - ویال با سپتوم PTFE و با ظرفیت ۱۰ میلی لیتر برای محلول استوک

۴-۴ - کروماتوگراف گازی با دکتور MS

۵-۴ - ستون موئین جهت کروماتوگرافی گازی

۶-۴ - سرنگ تزریق با ظرفیت ۵۰ یا ۱۰۰ میکرولیتر

۵ - معرف ها

۱-۵ - آب مورد استفاده جهت رقیق سازی و نمونه ی شاهد

میزان BTEX در آب باید تا حد امکان پایین باشد. در صورت وجود آلودگی مراحل زیر را انجام دهید:
 آب را در بطری های شانه مخروطی بریزید. دستگاه شستشوی بطری با استفاده از گاز را در نزدیکی انتهای بطری قرار داده و آب را تا حدود ۶۰ درجه ی سانتیگراد گرم کنید. نیتروژن را با جریانی برابر ۱۸۰ میلی لیتر بر دقیقه از آن به مدت ۱ ساعت عبور دهید. سپس همانطور که جریان نیتروژن در حال عبور می باشد، بگذارید تا دمای آب به دمای محیط برسد. در بطری را محکم بسته و در جای تاریک نگهداری کنید.
 در صورت لزوم درست قبل از استفاده جریان نیتروژن را عبور دهید.
 کیفیت آب را قبل و بعد از این عمل کنترل کنید. در صورت وجود آلودگی ، یا از گاز دیگری استفاده و یا گاز مورد استفاده را خالص کنید.

۲-۵ - استانداردهای کالیبراسیون مورد استفاده

B.T.E.X Mixture

ULTRA

BTX-2000N

Benzene 99.9 + %
 Ethylbenzene
 M-xylene
 O-xylene
 P-xylene
 Toluene

۶ - نمونه برداری و آماده سازی نمونه ها

می توانید از ویال های مربوط به آنالیز head-space مستقیماً جهت نمونه برداری استفاده کنید. در غیر این صورت نمونه را در بطری های شانه مخروطی که شیشه ی آنها ضد عبور پرتو می باشد بریزید. جهت نمونه برداری از نمونه های حاوی مقادیر متغیر از BTEX ، از ظروف جداگانه استفاده کنید.

در صورت نیاز، مثلاً جهت کسب حد تشخیص پایین تر یا کاهش تأثیر ماده ی زمینه در نمونه های آلوده، می توانید مقداری کربنات پتاسیم یا نمک دیگر به نمونه اضافه کنید. اندازه ی کربنات پتاسیم را طوری انتخاب کنید تا مقداری از آن به طور حل نشده در همان دما در نمونه باقی بماند. قدرت یونی ایجاد شده در محلول به ورود ترکیبات BTEX به فاز گازی کمک می کند.

در صورتی که از ویال به طور مستقیم هنگام نمونه برداری استفاده می کنید، می توانید کربنات پتاسیم را همان موقع اضافه کنید. برای هر ۵ میلی لیتر نمونه ی آب حدود ۷ تا ۸ گرم کربنات پتاسیم داخل ویال بریزید و آن را با نمونه به حجم مورد نیاز برای آنالیز برسانید.

توصیه می شود که حجم های بیشتری از نمونه بردارید و در آزمایشگاه آنها را تقسیم کرده و کربنات پتاسیم اضافه کنید.

زمانی که آبهای حاوی گاز را آنالیز می کنید، لازم است که دی اکسید کربن آزاد موجود در آن را با اضافه کردن کربنات پتاسیم به ویال خنثی کنید. از آنجایی که مقدار اضافه کردن کربنات پتاسیم به میزان دی اکسید کربن موجود بستگی دارد، باید تا حدی اضافه شود که یون کربنات موجود در ویال در حدود ۱ درصد جرم کلی باشد. اگر از این روش استفاده می کنید، بایستی در مورد کالیبراسیون نیز تطبیق داده شود.

در صورتی که از بطری های مخروطی استفاده می کنید، ابتدا با نمونه کر دهید. بطری را به صورت افقی در لایه ی سطحی آب فرو کرده و بگذارید بطری بدون تلاطم پر شود. در صورتی که از شیر آب نمونه برداری می کنید، بطری را به آهستگی و بدون تلاطم پر کرده تا لبریز شود.

نمونه بردار های اتوماتیک در صورتی که از جنس شیشه و فلز باشند، به مقدار ناچیز پلاستیک داشته باشند و در شرایط فشار کم استفاده نشوند، مناسب می باشند. ظرف نمونه برداری را در دمای ۴ درجه ی سانتیگراد خنک کرده و از لوله ی شیشه ای فرو رفته در ظرف نمونه استفاده کنید تا از هدر رفتن مقادیر کمی ناچیز نمونه جلوگیری شود. همزمان با نمونه برداری، یک نمونه ی شاهد از هوای محیط در یک ویال و یک نمونه ی شاهد با استفاده از آب تهیه کنید.

در صورت امکان، نمونه ها را تا ۲ روز بعد از نمونه برداری آنالیز کنید. در غیر این صورت نمونه ها را در بطری مخروطی شکل در دمای ۴ درجه ی سانتیگراد در تاریکی نگهداری کنید.

بخشی از نمونه را بلافاصله پس از ورود به آزمایشگاه، با استفاده از یک دیسپنسر یا هر وسیله ی دیگری که تحت فشار پایین نباشد، داخل ویال بریزید. در ویال را با سپتوم و در پیچی بسته و تکان دهید. در صورت نیاز کربنات پتاسیم به آن اضافه کنید.

میزان محکمی در پیچی را کنترل کنید زیرا در صورتی که خوب پیچ نخورده باشد، در زمان گرم شدن دچار نشتی می شود.

۷ - مراحل کار

۱-۷ - در صورت استفاده از سیستم head-space اتوماتیک ، جهت بهینه سازی از دستورالعمل سازنده استفاده کنید.

۲-۷ - از دتکتور FID با عملکرد خطی در محدوده ی اندازه گیری استفاده کنید. جهت شناسایی بهتر ترکیبات می توانید از دتکتور های دیگری چون MS طیف سنج جرمی و یا PID استفاده کنید.

Determination of BTEX by GC-MS

Detector: MS

Injection Technique: Split 2:1

Injector Temperature: 160°C

Injection Volume: 500µl

Carrier gas: Helium

Flow rate: 1 ml/min

Aux Tem: 290°C

COLUMN USED:

Type of column: Capillary

Length: 30m

Diameter: 0.25mm

Film thickness: 0.5µm

Phase: DB5-MS

Temperature Program:

Initial temperature: 36°C

Isothermal: 6min

First rate: 3°C/min

To 90°C

۸- مراجع و مستندات مرتبط

– استاندارد ISO 11423-2

سازمان حفاظت محیط زیست