



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۲۲۹۵۸
چاپ اول
۱۴۰۰

INSO
22958
1st Edition
2021

انتشار از منابع ساکن-روش های نمونه برداری
از پلی کلرو دی بنزو دی اکسین ها و
پلی کلرو دی بنز و فوران ها

**Stationary source emissions –Sampling
methods for Polychlorinated Dibenzo-P-
Dioxins and Polychlorinated Dibenzofuran**

ICS: 13.040.40

استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۹۵۸ (چاپ اول): سال ۱۴۰۰

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وب‌گاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 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.gov.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 ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را بر 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 پیشنهادهای 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 استانداردهای 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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)
- 4- Contact point
- 5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« انتشار از منابع ساکن - روش های نمونه برداری از پلی کلرو دی بنزو دی اکسین ها و

پلی کلرو دی بنز و فوران ها »

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

مدیر مرکز منطقه ای کنوانسیون های بازل و استکهلم - سازمان
حفاظت محیط زیست

خادم ثامنی، مهدی
(دکتری محیط زیست)

دبیر:

کارشناس انرژی و محیط زیست - سازمان ملی استاندارد ایران

آقاجانی، ساره
(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس پایش هوا - سازمان حفاظت محیط زیست

ابراهیمی، فاطمه
(کارشناسی ارشد محیط زیست)

مدیرعامل - آزمایشگاه بینا آزما سپاهان

پورزرگر، آرش
(کارشناسی مهندسی صنایع)

مدیرعامل - آزمایشگاه سبز اندیشان زمین عصر

خبازی، سامان
(کارشناسی ارشد زمین شناسی زیست محیطی)

معاون دفتر پایش فراگیر آلودگی محیط زیست - سازمان حفاظت
محیط زیست

سمائی، زهرا
(کارشناسی ارشد مهندسی منابع طبیعی - علوم محیط
زیست)

مسئول فنی - آزمایشگاه بینا آزما سپاهان

شاگرمی، زهرا
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

رئیس گروه دبیرخانه شورای عالی محیط زیست، ایمنی زیستی و
ذخایر ژنتیک - سازمان حفاظت محیط زیست

شهمیری، نرجس
(کارشناسی ارشد مدیریت محیط زیست)

کارشناس کالیبراسیون - سازمان ملی استاندارد ایران

صبور گیلوان، عباس
(کارشناسی مهندسی مکانیک - ساخت و تولید)

مدیرعامل - شرکت راهی نو فرا نگاه

عابدینی، فرهاد
(کارشناسی ارشد مدیریت اجرایی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

کارشناس آزمایشگاه- مرکز خدمات آزمایشگاهی دانشگاه صنعتی
شریف

کاهه، عاطفه السادات
(کارشناسی ارشد شیمی)

مدیر کل دفتر پایش فراگیر - سازمان حفاظت محیط زیست

کعبی، هلنا
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

مدیرکل دفتر نظارت بر معیار مصرف انرژی محیط زیست-
سازمان ملی استاندارد ایران

ویراستار:
قزلباش، پریچهر
(کارشناسی فیزیک)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۵	۴ عملیات نمونه‌برداری
۵	۴-۱ کلیات
۵	۴-۲ حداقل الزامات هنگام نمونه‌برداری
۷	۴-۳ تمیز کردن تجهیزات شیشه‌ای و قطعات
۸	۴-۴ نمونه شاهد میدانی
۸	۴-۵ بررسی نشت
۸	۴-۶ افزودن استانداردهای داخلی
۹	۴-۷ انتخاب محل مناسب نمونه‌برداری
۱۲	۴-۸ روش‌های پاک‌سازی رزین جاذب XAD-2
۱۳	۴-۹ روش پاک‌سازی فیلترها
۱۳	۴-۱۰ مراحل بعد از نمونه‌برداری
۱۳	۴-۱۱ محاسبه حجم نمونه هوای خروجی دودکش
۱۴	۴-۱۲ گزارش نمونه‌برداری
۱۶	۴-۱۳ اقدامات ایمنی و حمل و نقل
۱۶	۴-۱۴ سمیت معادل (TEQ)
۱۷	۵ روش‌های عملیات نمونه‌برداری
۱۷	۵-۱ کلیات

پیش گفتار

استاندارد «انتشار از منابع ساکن-روش‌های نمونه‌برداری از پلی کلرو دی بنزو دی اکسین‌ها و پلی کلرو دی بنز و فوران‌ها» که پیش‌نویس آن بر اساس پژوهش انجام شده است، پس از بررسی در کمیسیون‌های مربوط در دویست و نود و نهمین اجلاس هیئت کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۴۰۰/۷/۱۱ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، 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 ارایه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

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

۱- استاندارد ملی ایران شماره INSO-ISO-IEC17025: سال ۱۳۹۹، الزامات عمومی برای احراز صلاحیت آزمایشگاه‌های آزمون و کالیبراسیون

۲- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۶۹: سال ۱۳۹۹، انتشار از منابع ساکن - دستورالعمل تعیین غلظت جرمی ذرات معلق

3- BS EN 1948:2006, Determination of the mass concentration of pcdds/pcdfs and dioxinlike pcbs - part 1: sampling of pcdds/pcdfs

4- BS EN 14790:2017, Stationary source emissions - Determination of the water vapour in ducts - Standard reference method

5- CSN EN 14789:2017, Stationary source emissions - Determination of volume concentration of oxygen - Standard reference method: Paramagnetism

6- US EPA 0023a: 1996, Sampling method for polychlorinated dibenzo-p-dioxins and polychlorinated dibenzofuran emissions from stationary source

مقدمه:

بر اساس تصویب‌نامه جلسه مورخ ۱۳۹۷/۰۶/۲۱ هیأت وزیران در خصوص «تعیین حدود مجاز انتشار آلاینده‌های هوا در صنایع» طی نامه شماره ۸۴۴۱۱ در مورخ ۱۳۹۷/۰۶/۲۷ توسط معاون اول رییس جمهور، همه صنایع مشمول پایش مشتقات آلاینده‌های گازی دی‌اکسین‌ها (پلی‌کلرو دی بنزو-دی‌اکسین‌ها)^۱ (PCDFs) و فوران‌ها (پلی‌کلرو دی بنزو فوران‌ها)^۲ (PCDFs) از منابع ساکن انتشار هستند.

این استاندارد به منظور ایجاد وحدت رویه در روش نمونه‌برداری مشتقات آلاینده‌های گازی PCDDs / PCDFs از منابع ساکن انتشار تدوین گردیده است.

این ترکیبات شیمیایی آلاینده‌های آلی پایدار بسیار سمی هستند و به علت خاصیت تجمع‌پذیری در بافت‌های چربی موجود زنده، باعث نگرانی‌های جدی بر سلامت انسان و محیط‌زیست در چند دهه گذشته شده است. از لحاظ ساختار شیمیایی، ترکیبات آلی آلاینده‌های پایدار دی‌اکسین‌ها و فوران‌ها از هیدروکربن‌های آروماتیک پلی‌هالوژنه هستند که به شکل آلاینده‌های ناخواسته تولید می‌شوند و کاربرد تجاری یا صنعتی ندارد. ترکیبات PCDDs / PCDFs از خطرناک‌ترین مواد شیمیایی شناخته شده هستند که حتی مقدار بسیار کم از آن بر روی سلامتی انسان اثرات منفی و مخرب دارند. این گروه از ترکیبات ماندگار در محیط زیست می‌باشند و در ساختار شیمیایی خود دارای ۲ حلقه بنزنی هستند که این حلقه‌ها در نوع دی‌اکسین‌ها توسط ۲ اتم اکسیژن و در نوع فوران‌ها توسط یک پیوند کربن و یک پل اکسیژنی به هم متصل می‌شوند. ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی این ترکیبات با تعداد و موقعیت جانشینی کلر، متغیر می‌باشد.

PCDDs / PCDFs که اتم‌های کلر آن‌ها در موقعیت‌های ۲،۳،۷ و ۸ قرار دارند بیشترین میزان سمیت را دارا می‌باشند. PCDDs/PCDF به ترتیب شامل ۷۵ و ۱۳۵ ترکیبات هم‌نوع با سمیت‌های متفاوت می‌باشند. ۱۷ نوع از ۲۱۰ هم نوع این ترکیبات جزء شاخص‌ترین مواد سمی این گروه بوده که سمی‌ترین ترکیب آن‌ها به نام ۲،۳،۷،۸ و ۸ تترا کلرو دی بنزو- پارا- دی‌اکسین (TCDD^۳) با فرمول $C_{12}H_4Cl_4O_2$ شناخته می‌شود. از این ۱۷ هم نوع ترکیبات سمی خطرناک، ۷ نوع از PCDDs و ۱۰ نوع از PCDFs که همگی دارای حداقل اتم کلر در موقعیت‌های ۲،۳،۷ و ۸ می‌باشند. هم‌نوع‌های ۲،۳،۷ و ۸ تترا کلرو دی بنزو دی‌اکسین از نظر درجه سمیت بسیار خطرناک هستند. از نظر سمیت ۷۴ مونو کلراید تا تری کلراید دی بنزو دی‌اکسین / دی بنزو فوران نسبت به تتراکلرو تا اکتا کلرو دی بنزو دی‌اکسین / دی بنزو فوران از اهمیت بسیار کمتری برخوردارند. مطالعات بر روی حیوانات آزمایشگاهی نشان داده که TCDD^۳، ۲،۳،۷ و ۸ در غلظت‌های بسیار کوچک می‌تواند کشنده باشد. ترکیبات هم‌نوع PCDDs / PCDFs دارای اثرات بیولوژیکی و دارای قدرت سمیت متفاوت می‌باشند.

منابع اصلی انتشار این ترکیبات سمی که توسط فعالیت‌های انسان به محیط‌زیست وارد می‌شود شامل سوزاندن مواد زائد به صورت کنترل نشده و کنترل شده (مواد زائد جامد شهری- بیمارستانی- مواد زائد

1- Poly Chlorinated Dibenzop-Dioxins

2- Poly Chlorinated Dibenzofuran

3- Tetra Chlorine Dibenzop-dioxin

خطرناک- لجن فاضلاب)، منابع احتراق (کوره‌های سیمان - تسهیلات سوزاننده زغال سنگ و سوزاندن چوب، تولید محصولات معدنی)، منابع صنعتی (نیروگاه‌های حرارتی و مولد برق - کارخانجات کاغذ و خمیر کاغذ- صنایع فلزی و شیمیایی) و منابع طبیعی که به صورت فرآیندهای بیولوژیکی و فتوشیمیایی- آتش‌سوزی‌های جنگل و انتشارهای تصادفی می‌باشد. با توجه به تعیین حدود مجاز انتشار آلاینده‌های هوا از خروجی صنایع و همچنین عضویت کشور جمهوری اسلامی ایران در کنوانسیون بین‌المللی استکهلم یکی از اولویت‌های سازمان حفاظت محیط‌زیست انجام پایش‌های دقیق آلاینده‌های گازی PCDDs / PCDFs از خروجی دودکش صنایع مشمول می‌باشد.

حدود مجاز این ترکیبات آلاینده سمی از خروجی منابع ساکن صنایع در حد نانوگرم بر مترمکعب می‌باشد که خطاهای کوچک ناشی از عدم دقت و تخصص در مرحله نمونه‌برداری می‌تواند تاثیرات قابل توجهی بر نتایج آزمون داشته باشد

«انتشار از منابع ساکن-روش‌های نمونه‌برداری از پلی‌کلرو دی‌بنزو دی‌اکسین‌ها و پلی‌کلرو دی‌بنز و فوران‌ها»

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش‌های نمونه‌برداری از آلاینده‌های گازی پلی‌کلرو دی‌بنزو دی‌اکسین-ها (PCDFs) و پلی‌کلرو دی‌بنزو فوران‌ها (PCDFs) در غلظت $0.2 \text{ ng } ^1\text{TEQ}/\text{m}^3$ خروجی منابع ساکن است. این استاندارد برای هدفه ترکیب PCDFs / PCDDs دارای استخلاف در موقعیت‌های ۲، ۳، ۷ و ۸ کاربرد دارد. همه روش‌های صحت‌گذاری و الزامات کنترل کیفیت در این استاندارد باید در تمام مراحل نمونه‌برداری انجام گردد. این روش، همچنین می‌تواند نمونه‌برداری از ترکیبات بی‌فینل‌های پلی‌کلره، (PCBs) ^۲ هیدروکربن-های آروماتیک چند هسته‌ای (PAHs) ^۳ و یا ترکیبات ارگانیک نیمه فرار (SVOCs) ^۴ را ممکن سازد.

۲ مراجع الزامی

این استاندارد مرجع الزامی ندارد.

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

هم‌نوع

congener

هر یک از ۲۱۰ ترکیب PCDDs/ PCDFs است.

-
- 1- Toxic Equivalent (TEQ)
 - 2- Polychlorinated Biphenyl (PCB)
 - 3- Polycyclic Aromatic Hydrocarbon (PAH)
 - 4- Semi Volatile Organic Compound (SVOC)

۲-۳

PCB های مشابه دی اکسین ها

dioxin-like PCBs

هریک از ترکیبات PCB ها که نشان دهنده سمیت مشابه PCDD/PCDF های با کلر جایگزین ۲،۳،۷ و ۸ است.

۳-۳

نمونه شاهد میدانی

field blank

نمونه شاهد میدانی در محل تاسیسات در شرایط یکسان با دیگر سری نمونه ها و قبل از عملیات نمونه برداری گرفته می شود با این تفاوت که هیچ نمونه گاز در مدت آزمون نمونه برداری نشده است.

۴-۳

سمیت معادل - بین المللی

I-TEQ¹

به منظور ارزیابی سمیت مخلوط های پیچیده PCDDs/ PCDFs ایجاد شده است.

۵-۳

ضریب تعادل سمیت - بین المللی

I-TEF²

پتانسیل سمیت از طریق ضریب تعادل سمیت نسبت به اثر سمیت ۲،۳،۷ و ۸-TCDD نشان داده می شود.

۶-۳

حجم نمونه گاز خروجی دودکش

flue gas sample volume

در شرایط استاندارد دما و فشار در یک محیط فاقد رطوبت بیان می شود که با محاسبه غلظت اکسیژن مرجع اصلاح خواهد شد.

۷-۳

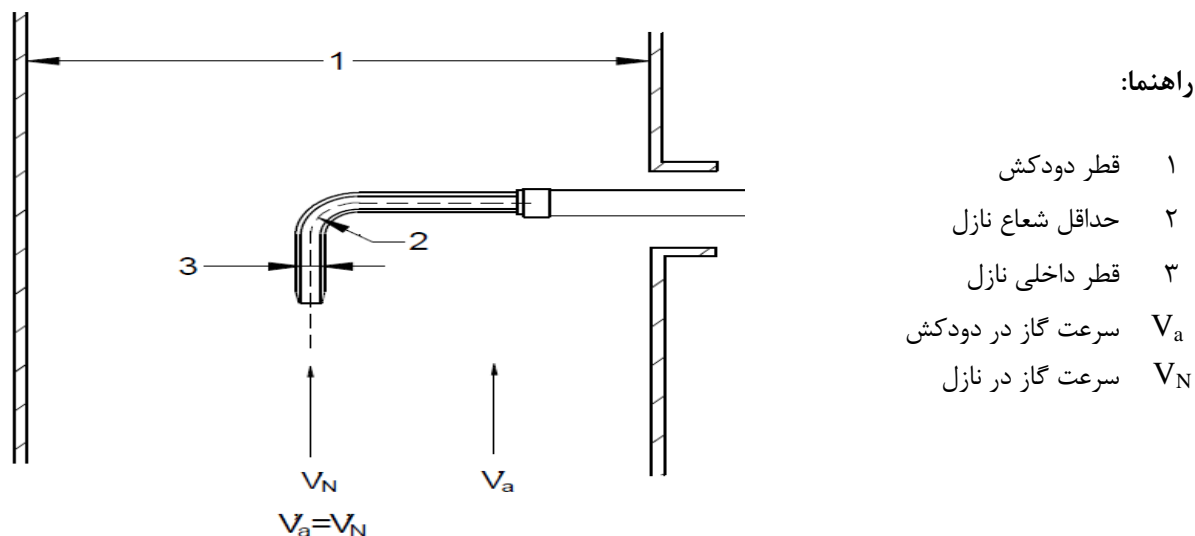
نمونه برداری ایزوکنتیک

isokinetic sampling

نمونه برداری در شدت جریانی که در آن سرعت و جهت گاز ورودی به نازل دستگاه نمونه بردار با سرعت و جهت گاز در داخل دودکش در نقطه نمونه برداری به یک اندازه یکسان باشد.

1- International Toxic Equivalents

2- International Toxicity Equivalency Factor



شکل ۱- نمونه برداری ایزوکنتیک

۸-۳

عملیات نمونه برداری

sampling campaign

یک سری نمونه برداری های متوالی در یک مکان نمونه برداری و در شرایط عملیاتی یکسان.

۹-۳

استانداردهای مرجع نمونه برداری

sampling standard

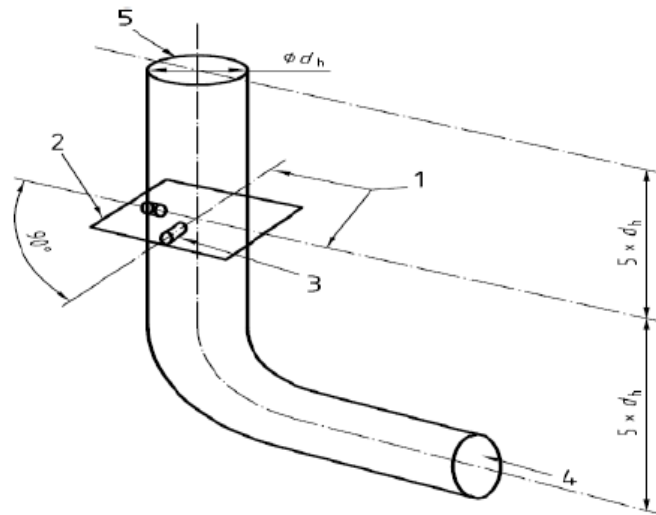
ترکیبات هم نوع PCDDs/PCDFs که دارای استخلاف در موقیت های ۲، ۳، ۷ و ۸ می باشند.

۱۰-۳

صفحه نمونه بردار

sampling plane

به صفحه عمود بر خط میانی کانال در مکان نمونه بردار گفته می شود. یادآوری: صفحه نمونه بردار در بالادست و پایین دست جریان (کانال - دودکش) باید به قدر کافی از هر مانعی که ممکن است اختلال ایجاد کند و تغییری در مسیر جریان به وجود آورد (انحنای لوله های زانویی، فن ها یا تجهیزات کاهش آلودگی) دور باشد.



راهنما:

- ۱ خطوط نمونه بردار
- ۲ صفحه نمونه بردار
- ۳ درگاه دسترسی
- ۴ جریان
- ۵ بالا دست جریان

شکل ۲- صفحه نمونه بردار

۱۱-۳

افزودن استاندارد داخلی

spiking

استانداردهای داخلی PCDDs /PCDFs نشان دار شده با $^{13}\text{C}_{12}$ که قبل از مرحله نمونه برداری به سیستم افزوده می شوند.

۱۲-۳

شرایط استاندارد

reference conditions

ثابت دما (۲۷۳٫۱۵k) و ثابت فشار گاز (۱۰۱٫۳ kPa) است.

۱۳-۳

حد تشخیص

limit of detection

حد تشخیص (LOD): کوچک‌ترین غلظتی از آنالیت^۱ که می‌توان با درجه اطمینان مشخصی آن را تعیین نمود.

۱۴-۳

حد کمی شدن

limit of quantification

حد کمی شدن (LOQ): کوچک‌ترین غلظتی از آنالیت که می‌توان آن را با عدم قطعیت قابل قبولی تعیین نمود.

۴ عملیات نمونه برداری

۱-۴ کلیات

نمونه برداری از گاز خروجی دودکش باید در شرایط ایزوکنتیک انجام گردد تا PCDD / PCDF های جذب شده به ذرات خروجی یا در فاز گازی نمونه برداری شوند. قطعات دستگاه نمونه بردار شامل نازل، پروب، لوله-های شیشه‌ای، فیلترها، چگالنده، فلاسک جمع آوری میعانات، جاذب جامد یا مایع و غیره که در تماس با جریان گاز خروجی دودکش می‌باشند. نمونه برداری باید مطابق با استانداردهای ملی و یا بین‌المللی انجام شود و در صورتی که در مرحله نمونه برداری استثنایی وجود داشته باشد باید در گزارش نهایی قید شود.

۲-۴ حداقل الزامات هنگام نمونه برداری

۱-۲-۴ موقعیت محل نمونه برداری بر روی دودکش می‌بایست شرایط نمونه برداری ایزوکینتیک را فراهم نماید و سرعت جریان گاز باید حداقل به حداکثر ۱ به ۳ انجام شود و بین ۵٪ تا ۱۵٪ + تنظیم شود.

۲-۲-۴ قبل از شروع عملیات نمونه برداری، باید یک نمونه شاهد میدانی در محل تاسیسات گرفته شود.

۳-۲-۴ تمام قطعات دستگاه نمونه بردار که در تماس با گاز خروجی دودکش می‌باشند باید از شیشه، کوارتز یا تیتانیوم ساخته شده باشند.

۴-۲-۴ شرایط سکوی نمونه برداری برای استفاده صحیح عملیات نمونه برداری ایمن و دسترسی به برق با ولتاژ مناسب فراهم باشد.

۴-۲-۵ اطمینان حاصل شود که درگاه نمونه‌برداری در موقعیت‌های صحیح قرار دارد و هیچ چیز مانع حرکت آزاد پروب نخواهد شد.

۴-۲-۶ قطر دودکش در محل نمونه‌برداری اندازه‌گیری شود.

۴-۲-۷ بررسی نشتی دستگاه نمونه‌بردار قبل و بعد از هر عملیات نمونه‌برداری انجام شود.

۴-۲-۸ قطر دهانه نازل باید اجازه نمونه‌برداری ایزوکنتیک را در تمام مراحل و نقاط نمونه‌برداری برآورده کند.

۴-۲-۹ واسنجی^۱ تجهیزات نمونه‌برداری (نازل، پمپ، سنسورهای دما، رطوبت، سرعت، فشار، اکسیژن و غیره) هر ۶ ماه یا یک‌سال یک‌بار با تاییدیه مرجع ذی‌صلاح انجام گردد.

۴-۲-۱۰ تمام قطعات دستگاه نمونه‌برداری باید تمیز شوند و به‌طوری هم‌گذاری^۲ شوند تا اطمینان حاصل گردد که هیچ‌گونه آلودگی قابل توجهی به دستگاه نمونه‌بردار وارد نشده‌است. نباید از گریس‌های درزگیر به‌منظور آب‌بندی برای اتصالات استفاده شود.

۴-۲-۱۱ میزان نشت دستگاه نمونه‌بردار اندازه‌گیری و ثبت شود.

۴-۲-۱۲ حداقل هر ۱۵ دقیقه پارامترهای مورد نیاز (مقدار اکسیژن، رطوبت، سرعت گاز و دمای گاز در دودکش، دمای فیلتر و جاذب دستگاه) اندازه‌گیری و ثبت شود.

۴-۲-۱۳ عملیات نمونه‌برداری باید حداقل از دو سمت محل نمونه‌برداری دودکش انجام گیرد. چنانچه این امر برای برخی از صنایع امکان‌پذیر نباشد، بهتر است نمونه‌برداری در چند نقطه از یک سمت دودکش انجام شود، اما این روش هم ممکن است دارای دقت کافی نباشد. ابعاد صفحه نمونه‌برداری، تعداد نقاط نمونه‌برداری را تعیین می‌کند. عموماً این تعداد با افزایش ابعاد کانال افزایش می‌یابد.

جدول ۱- حداقل تعداد نقاط نمونه‌برداری برای کانال‌های دایره‌ای

حداقل تعداد نقاط نمونه‌برداری در هر صفحه		حداقل تعداد نقاط نمونه‌برداری در هر خط		حداقل تعداد نمونه‌برداری (قطرها)	گستره قطر کانال m
بدون نقطه مرکزی	با نقطه مرکزی	بدون نقطه مرکزی	با نقطه مرکزی		
-	۱ ^{الف}	-	۱ ^{الف}	-	کمتر از ۰.۳۵
۴	۵	۲	۳	۲	۰.۳۵ تا ۰.۷۰
۸	۹	۴	۵	۲	۰.۷۰ تا ۱.۰۰
۱۲	۱۳	۶	۷	۲	۱.۰۰ تا ۲.۰۰
۱۶	۱۷	۸	۹	۲	بیشتر از ۲.۰۰

^{الف} استفاده از فقط یک نقطه نمونه‌برداری می‌تواند موجب خطاهای بزرگ‌تر در این استاندارد شود.

جدول ۲- حداقل تعداد نقاط نمونه برداری برای کانال‌های مستطیلی

دامنه‌ی سطح مقطع صفحات نمونه- برداری بر حسب متر مربع	حداقل تعداد تقسیمات جانبی (ضلع) الف	حداقل تعداد نقاط نمونه برداری در هر صفحه
کمتر از ۰.۰۹	-	۳
۰.۰۹ تا ۰.۳۸	۲	۴
۰.۳۸ تا ۱.۵۰	۳	۹
بیشتر از ۱.۵۰	۴	۱۶

الف سایر تقسیمات جانبی ممکن است لازم باشد. برای مثال اگر طول ضلع کوچک تر کانال باشد.
 ب استفاده از فقط یک نقطه نمونه برداری می تواند موجب خطاهای بزرگ تر در این استاندارد شود.

۴-۲-۱۴ در زمان نمونه برداری باید هنگام تغییر سمت محل نمونه برداری، نشت دستگاه نمونه برداری مجدداً بررسی شود. اگر در زمان نمونه برداری نیاز به تعویض قسمتی از قطعات دستگاه باشد، باید ثبت و گزارش شود.

۴-۲-۱۵ مدت زمان نمونه برداری در هر نقطه نمونه برداری و حجم نمونه برداشت شده و شدت جریان مربوط به آن نقطه ثبت و گزارش شود.

۴-۲-۱۶ حلال‌ها باید دارای خلوص بالا باشند تا معیارهای تجزیه و تحلیل را برای رسیدن به یک غلظت با حداقل درجه خطا به دست آید.

۴-۲-۱۷ ترتیب عملیات نمونه برداری به گونه‌ای طراحی و انجام گردد که از نشتی جلوگیری به عمل آورد. هنگام عملیات نمونه برداری هیچ جریان منفی داخلی نباید وجود داشته باشد.

۴-۲-۱۸ برای رسیدن به حد تشخیص لازم کمترین زمان نمونه برداری ۶ ساعت و حداکثر زمان نمونه برداری ۸ ساعت است.

۴-۲-۱۹ اندازه گیری سرعت، دما، فشار، اکسیژن و ترکیب گاز اندازه گیرهای سرعت گاز داخل دودکش باید با استفاده از لوله استاندارد پیتوت واسنجی شده، انجام گردد. دما، فشار، رطوبت و اکسیژن در کانال جریان باید به منظور محاسبه دانسیته واقعی گاز اندازه گیری شود. همچنین ترکیب گاز نیز در محاسبه باید مد نظر قرار گیرد.

۴-۳ تمیز کردن تجهیزات شیشه‌ای و قطعات

روش تمیز کردن باید متناسب با نمونه شاهد میدانی باشد.

الف- تمیز کردن تجهیزات نمونه بردار در آزمایشگاه: به طور معمول با آب و مواد شوینده شستشو داده می شوند و سپس شستشو با حلال و / یا قرار دادن در کوره ترجیحاً در دمای ۴۰۰ °C تا ۴۵۰ °C (برای تیتانیوم نباید بالاتر از ۳۸۰ °C باشد) برای چندین ساعت، برای حذف هر گونه مواد آلی انجام می- شود. بطری‌ها شیشه‌ای کهربایی نگهداری نمونه با سرپوش‌های تفلونی باید به صورت از پیش تمیز شده خریداری شده یا مطابق با رویه‌های تمیزکاری ظروف شیشه تمیز شوند.

ب- تجهیزات در محل نمونه برداری یک بار دیگر قبل از شروع عملیات، با حلال دی کلرومتان شسته و تمیز می شوند

پ- شستشوی تجهیزات نمونه بردار که در تماس با هوای خروجی دودکش بوده اند با حلال مناسب پس از مرحله نمونه برداری انجام می شود. این حلال شستشو به دست آمده بخش مهمی از نمونه است. حلال های شستشو معمولاً شامل دو حلال می باشند که یکی از آنها باید قابلیت حل شدن با آب را داشته باشد، مانند استون^۱، دی کلرومتان^۲ / یا متانول^۳ و سپس از تولوئن^۴ که یک حلال غیر قطبی با حلالیت کم در آب استفاده شود. بهتر است در ابتدا از حلال های که قابلیت حل شدن بیشتر با آب را دارند جهت شستشوی قطعاتی که آغشته به میعانات شده اند، استفاده کرد.

۴-۴ نمونه شاهد میدانی

نمونه شاهد میدانی باید حداقل قبل از هر سری نمونه برداری انجام شود. اگر بخشی از قطعات نمونه برداری قبل از استفاده مجدد در سایت نمونه برداری شستشو شود، حلال های شستشوی مصرفی باید برای آنالیز به آزمایشگاه ارسال شوند. اگر چندین نمونه برداری در طی یک دوره عملیات انجام شود و یا اگر نمونه برداری ها بر روی یک فرایند صنعتی و یا چند خط از یک فرایند صنعتی انجام شود، فقط یک نمونه شاهد میدانی نیاز می باشد. شاهد میدانی از مقدار اندازه گیری محاسبه شده، کسر نمی شود. مقدار شاهد میدانی نباید بیشتر از ۱۰٪ مقدار مجاز انتشار باشد و تمام مقدار شاهد میدانی باید با مقدار اندازه گیری شده گزارش شود.

۴-۵ بررسی نشت

نشت دستگاه نمونه بردار از طریق وصل کردن نازل و روشن کردن پمپ مکش دستگاه بررسی می گردد. پمپ مکش سیستم نمونه بردار روشن و ورودی نازل مسدود گردد و اگر جریان گاز نشتی برای مشخص کردن عدم نشت دستگاه به اندازه کافی کم باشد، سیستم قطع می کند و نشان می دهد که سیستم فاقد نشت است. سرعت جریان نشت نباید بیش از ۲٪ تا ۴٪ از نرخ جریان گاز نمونه مورد انتظار باشد.

۴-۶ افزودن استانداردهای داخلی

فیلتر مورد نظر با محلول های استاندارد داخلی نمونه برداری قبل از هر عملیات نمونه برداری افزوده می شود. اگر جایگزینی یک فیلتر جدید در هنگام نمونه برداری مورد نیاز باشد، با استفاده از محلول استاندارد داخلی نمونه برداری، مجدد افزوده می شود و بعد از ثبت در مرحله آنالیز تصحیح و محاسبه می گردد.

-
- 1 - Acetone
 - 2- Dichloromethane
 - 3- Methanol
 - 4-Toluene

علاوه بر این، ممکن است استانداردهای داخلی به جاذب و یا فلاسک چگالنده نیز افزوده گردد. غلظت و مقدار محلول‌های استاندارد داخلی ($^{13}\text{C}_{12}$) PCDF / PCDDs که حاوی ۴٪ تترادکان می‌باشند به شرح جدول ۳ می‌باشد.

جدول ۳- مقدار و نوع استانداردهای داخلی جهت افزودن

افزودن استانداردهای داخلی	(Pg)
$^{13}\text{C}_{12}$ - 1,2,3,7,8 -PeCDF	۴۰۰
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9- HxCDF	۴۰۰
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	۸۰۰

استانداردهای داخلی مقدار ۴۰۰ pg برای PeCDF و HxCDF و ۸۰۰ pg برای HpCDF هر کدام براساس حجم نمونه ۱۰ مترمکعبی (گاز فاقد رطوبت و خشک) و برای اندازه‌گیری غلظت ng TEQ/m^3 ۰/۱ می‌باشد. اگر غلظت PCDDs / PCDFs در نمونه به طور قابل توجهی بالاتر یا پایین‌تر از حد مورد انتظار باشد، مقدار افزودن استاندارد داخلی نیز باید مطابق بر آن انجام شود.

۴-۷ انتخاب محل مناسب نمونه‌برداری

ابعاد دودکش باید قبل از عملیات نمونه‌برداری و با اندازه‌گیری مستقیم تعیین گردد. این کار اجازه می‌دهد تا محل، تعداد و جهت نقاط نمونه‌برداری به درستی تعیین شود. محل‌های نمونه‌برداری باید موقعیت یابی شوند تا دسترسی به تمام موقعیت‌های نمونه‌برداری مورد نیاز درون دودکش با تجهیزات موجود هماهنگ گردد. طراحی محل باید همچنین اجازه دهد تا حرکت آسان بر روی سکو جهت نمونه‌برداری در امتداد صفحه نمونه‌برداری ایجاد گردد.

سکوی نمونه‌برداری باید طوری طراحی شود تا نمونه‌برداری با هر نوع شلینگ‌های غیر انعطاف‌پذیر بین پروب و محل نمونه‌برداری مورد استفاده قرار گیرد. این وضعیت ممکن است همیشه امکان پذیر نباشد اما اگر الزامات مطابقت نداشته باشد، باید در گزارش اعلام شود. اگر یک سکوی نمونه‌برداری دائمی مناسب وجود نداشته باشد، داریست ساخته شده باید کلیه الزامات استانداردهای مرتبط را داشته باشد.

۴-۷-۱ تعیین موقعیت نقاط نمونه‌برداری در کانال‌های دایره‌ای و مستطیلی

الف- قاعده کلی برای کانال‌های دایره‌ای

در این روش سطح نمونه‌برداری به قسمت‌ها و یا مساحت‌های مساوی تقسیم می‌شود و نقاط نمونه‌برداری بر روی دو قطر و یا بیشتر از دو قطر انتخاب می‌شود (یک نقطه در مرکز دایره انتخاب می‌شود). برای دودکش‌های با مقاطع دایره‌ای شکل انتخاب دو قطر برای قرار گرفتن نقاط نمونه‌برداری بر روی آن کافی است.

فاصله نقطه نمونه برداری روی قطر دودکش تا دیواره دودکش به شماره نقطه اندازه گیری بستگی دارد (index i) که از فرمول زیر قابل اندازه گیری می باشد:

$$x_i = k_i \times d \quad (۲)$$

که در آن:

x_i فاصله نقطه نمونه برداری تا دیواره دودکش؛

k_i نقطه نمونه برداری روی قطر دودکش؛

d قطر دودکش.

جدول ۴- مقادیر k_i بر حسب درصد - قاعده کلی برای کانال های دایره ای

K_i				شاخص نقطه نمونه برداری i
$n=9$	$n=7$	$n=5$	$n=3$	
۳٫۰	۴٫۰	۵٫۹	۱۱٫۳	۱
۹٫۸	۱۳٫۳	۲۱٫۱	۵۰٫۰	۲
۱۷٫۸	۲۶٫۰	۵۰٫۰	۸۸٫۷	۳
۲۹٫۰	۵۰٫۰	۷۸٫۹		۴
۵۰٫۰	۷۴٫۰	۹۴٫۱		۵
۷۱٫۰	۸۶٫۷			۶
۸۲٫۲	۹۶٫۰			۷
۹۰٫۲				۸
۹۷٫۰				۹

ب- قاعده مماسی برای کانال های با مقطع دایره ای :

در این قاعده سطح نمونه برداری به مساحت های مساوی تقسیم می شود. نقاط نمونه برداری بر روی ۲ یا بیشتر از ۲ قطر انتخاب می شوند که در مرکز هر یک از این مساحت ها یا قسمت ها قرار می گیرد. در این روش در مرکز دودکش نقطه نمونه برداری انتخاب نمی شود. محل هر نقطه نمونه برداری بر روی قطر به تعداد نقاط نمونه برداری بر روی قطر بستگی دارد و اما به تعداد قطر ها بستگی ندارد. برای دودکش های دایره ای شکل ۲ قطر برای نمونه گیری کافی است.

جدول ۵- مقادیر k_i بر حسب درصد- قاعده مماسی برای کانال‌های دایره‌ای

K_i				شاخص نقطه نمونه برداری i
$n=8$	$n=6$	$n=4$	$n=2$	
۳,۳	۴,۴	۶,۷	۱۴,۶	۱
۱۰,۵	۱۴,۶	۲۵,۰	۸۵,۴	۲
۱۹,۴	۲۹,۶	۷۵,۰		۳
۳۲,۳	۷۰,۴	۹۳,۳		۴
۶۷,۷	۸۵,۴			۵
۸۰,۶	۹۵,۶			۶
۸۹,۵				۷
۹۶,۷				۸

برای دودکش‌های با مقطع دایره‌ای، جایی که لازم است تعداد قطرهای نمونه برداری یا نقاط نمونه برداری افزایش یابد، فرمول مکمل برای محاسبه فاصله از دیواره لوله در امتداد قطر به شرح زیر می‌باشد:

$$x_1 = \frac{d}{2} \left[1 - \sqrt{1 - \frac{(2i-1)}{n_i}} \right] \quad \text{برای } i < \frac{n_i}{2} \quad (۲)$$

$$x_1 = \frac{d}{2} \left[1 + \sqrt{1 - \frac{(2i-1)}{n_i}} \right] \quad \text{برای } i > \frac{n_i}{2} \quad (۳)$$

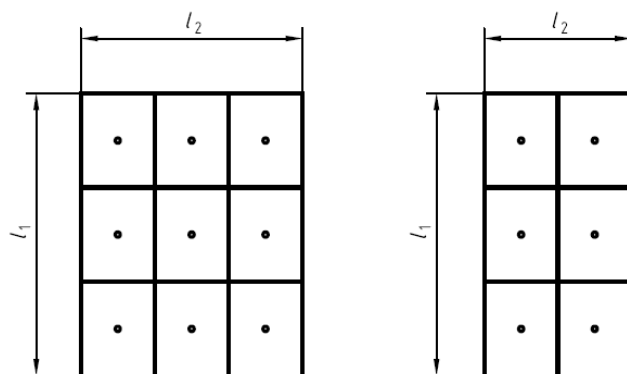
که نمادهای داخل فرمول مانند نمادهای فرمول قبل می‌باشند.

این روش خصوصاً برای دودکش‌های با قطر بزرگ که دستیابی به مرکز آن مشکل است، مفید است.

ج- دودکش‌های با مقطع مستطیلی و مربع شکل:

در قاعده کاربردی برای کانال‌های مستطیلی که شامل کانال‌های مربعی نیز هستند، صفحه‌ی نمونه برداری باید به وسیله خطوط موازی به کناره‌های کانال به مساحت‌های مساوی تقسیم شود و یک نقطه نمونه برداری در مرکز هر بخش قرار گیرد.

به‌طور کلی دو کناره عمودی کانال مستطیلی به بخش‌های مساوی تقسیم می‌شوند و سطوحی به شکل مشابه کانال به وجود می‌آورند به این‌سان تعداد اجزا سطوح مساوی با مربع ۱ و ۲ و ۳ و غیره خواهد بود، که مطابق شکل ۳ به تعداد تقسیم‌بندی‌های هر بخش بستگی دارد.



شکل ۳- نمونه دودکش‌های با مقطع مستطیلی و مربع شکل

اگر طول بخش‌های صفحه نمونه‌برداری L_1 و L_2 به گونه‌ای باشد که L_2 بزرگ‌تر از L_1 باشد، نسبت $\frac{L_1}{L_2} > 2$ است و کناره L_1 باید به تعداد بیشتر از L_2 تقسیم‌بندی شود. بنابراین هر یک از سطوح کوچک‌تر این مقیاس را رعایت می‌کنند، طوری که دیواره کناره بلندتر نباید بیش از دو برابر طول کناره کوتاه‌تر، بلندتر باشد. اگر طول کناره‌های صفحه‌ی نمونه‌برداری L_1 و L_2 به ترتیب به دو بخش n_1 و n_2 تقسیم شوند، تعداد نقاط نمونه‌برداری n_1 و n_2 خواهد شد و کوچک‌ترین فاصله از یک دیواره کانال $\frac{L_1}{2n_1}$ و $\frac{L_2}{2n_2}$ خواهد بود.

۸-۴ روش پاک‌سازی رزین جاذب XAD-2^۱

رزین جاذب XAD-2 ممکن است به صورت پیش پاک‌سازی شده خریداری شود یا توسط آزمایشگاه پاک‌سازی شود. اگر جاذب پیش پاک‌سازی نشده باشد، یک روش پاک‌سازی که قادر به تولید رزین با کیفیت لازم را برآورده کند، باید اجرا شود.

ابتدا رزین جاذب را در یک بشر تمیز قرار داده و با آب مقطر شستشو دهید. آب شستشو را دور بریزید. بشر را دوباره با آب مقطر پر کنید و رزین را به مدت یک شب در آن بگذارید. آب شستشوی دوم را نیز دور بریزید. رزین جاذب را در یک تیمبل تمام شیشه‌ای در یک استخراج کننده سوکسله^۲ بزرگ قرار دهید. رزین جاذب هنگام تماس با دی‌کلرومتان شناور خواهد شد. سپس، یک درپوش پشم شیشه‌ای را در بالای رزین در تیمبل^۳ قرار دهید و پشم شیشه را با حلقه فولادی محکم کنید که به جداره داخلی تیمبل بچسبد. تیمبل پر شده از رزین را در دستگاه استخراج کننده سوکسله بزرگ قرار دهید. آب مقطر فاقد مواد آلی را به فلاسک تقطیر اضافه کنید، حرارت دهید و رزین را برای ۸ ساعت استخراج کنید. اجازه دهید دستگاه استخراج سوکسله خنک شود، آب را خالی کنید و متانول را به مقدار کافی به دستگاه استخراج اضافه کنید. گرما دهید و استخراج را به مدت ۲۲ ساعت انجام دهید. مجدداً بگذارید دستگاه استخراج سوکسله سرد

1- Polyaromatic Adsorbent Resin (XAD-2)

2- Soxhlet Extractor

3- Glass Thimble

شود، متانول را تخلیه کرده و آن را با متیلن کلرید جایگزین کنید. اطمینان حاصل کنید که حلقه فولادی و سرپوش پشم شیشه هنوز در جای خود قرار دارند و ۲۲ ساعت استخراج را ادامه دهید. رزین را چهارمین بار با استفاده از تولوئن به عنوان حلال استخراج برای مدت ۲۲ ساعت استخراج کنید. پس از استخراج تولوئن، رزین جاذب باید تحت یک جریان نیتروژن خالص یا دیگر گاز بی اثر خشک شود. این ممکن است با انتقال رزین به یک ستون شیشه ای قطر بزرگ و جریان گاز از طریق ستون انجام شود. جریان گاز خنثی که از بین رزین عبور می کند را ادامه دهید تا تمام حلال باقی مانده خشک و تبخیر شود. سرعت جریان باید برای مخلوط کردن ذرات رزین کافی باشد، اما نه به حدی که باعث شود ذرات خرد شوند. برای بررسی کنترل کیفیت قبل از آزمایش میدانی، یک مقدار از رزین پاکسازی شده را انتخاب کنید و استخراج سوکسله را انجام دهید. تولوئن استخراج شده را جدا کرده و آنالیز کنید. هیچ آنالیتی (ماده مورد تجزیه) بیش از حد تشخیص نباید مشاهده شود.

۹-۴ روش پاکسازی فیلترها

فیلترها را با تولوئن به مدت ۱۶ ساعت سوکسله کنید. بعد از استخراج، اجازه دهید سوکسله خنک شود. فیلترها را بردارید و در یک جریان گاز نیتروژن خالص، خشک کنید. فیلترها را قبل از استفاده در ظروف شیشه ای کهربایی تمیز شده نگهداری کنید. برای بررسی کنترل کیفیت قبل از آزمایش میدانی، یک فیلتر پاکسازی شده را انتخاب کنید و استخراج سوکسله با تولوئن را برای ۱۶ ساعت انجام دهید. تولوئن استخراج شده را جدا کرده و آنالیز کنید. هیچ آنالیتی (ماده مورد تجزیه) بیش از حد تشخیص نباید مشاهده شود.

۱۰-۴ مراحل بعد از نمونه برداری

در انتهای عملیات نمونه برداری، پمپ خاموش شود. نازل و پروب دستگاه نمونه بردار از دودکش خارج کنید. مراقب باشید تا آلودگی از دیوارهای محل نمونه برداری به داخل نازل انتقال پیدا نکند. اجازه دهید تا سیستم خنک شود. بررسی نشت انجام و مقدار نهایی نشت ثبت شود. قطعات دستگاه نمونه برداری را جدا کنید. سطوح داخلی اجزای دستگاه نمونه بردار که به آزمایشگاه منتقل نمی شوند باید با حلال های مناسب با خلوص بالا شسته شوند. حلال شستشو بخشی از نمونه خواهد شد. فیلتر و رزین XAD2 جدا و در ظرفی مناسب عایق بندی شود. هر بخش از نمونه برچسب گذاری شود و به صورت مطمئن بسته بندی و در ظروف از قبل تمیز شده قرار گیرد. نمونه ها باید در تاریکی و نه در دمای بالاتر از دمای اتاق (حدود 25°C) نگهداری شوند.

۱۱-۴ محاسبه حجم نمونه هوای خروجی دودکش

حجم گاز نمونه از معادله (۴) محاسبه می شود.

$$V_{\text{meter}} = U_{\text{end}} - U_{\text{start}} \quad (4)$$

که در آن:

V_{meter} حجم نمونه اندازه گیری شده؛

U_{end} حجم نمونه خوانش شده دستگاه بعد از نمونه برداری؛
 U_{start} حجم نمونه خوانش شده دستگاه قبل از نمونه برداری.

حجم نمونه گاز دودکش باید به شرایط استاندارد دما، فشار و شرایط رطوبت مرجع و مقدار اکسیژن بر اساس معادله (۵) اصلاح شود:

$$V_{nr} = V_{meter} \frac{T_n(P_{atmos} + P_n - P_{H_2O})}{P_n T_{meter}} \cdot \frac{21 - O_m}{21 - O_{ref}} \quad (5)$$

که در آن:

V_{nr} حجم اندازه گیری شده در شرایط استاندارد؛
 T_n دمای استاندارد؛
 T_{meter} دمای نمونه در گاز متر؛
 P_{atmos} فشار اتمسفر؛
 P_{st} تفاوت بین فشار ایستایی در گاز متر و فشار اتمسفر؛
 P_{H_2O} فشار بخار آب در گاز متر؛
 P_n فشار استاندارد (۱۰۱,۳۲۵ kPa)؛
 O_m مقدار اکسیژن اندازه گیری شده؛
 O_{ref} مقدار اکسیژن رفرنس.

۱۲-۴ گزارش نمونه برداری

پارامترهای زیر باید برای نشان دادن انطباق با این استاندارد ثبت شوند.

الف- حجم نمونه گاز (حجم نمونه برداری شده خشک بر حسب مترمکعب در شرایط استاندارد)

ب- اطلاعات اندازه گیری

- نام موسسه، شرکت، کارشناس نمونه برداری
- فرایند صنعت مورد پایش
- سایت، محل نمونه برداری درون سایت
- تاریخ، زمان

پ- بیانیه

- نمونه برداری بر اساس استاندارد اجرا شده است.
- در صورت عدم ادامه نمونه برداری دلایل دقیق آن ذکر گردد.

ت- دقت

شاخص‌های تجدیدپذیری و تکرارپذیری که ممکن است تحت شرایط مشابه برای اندازه گیری‌های روش‌های صحت‌گذاری مورد نظر باشد ارائه شوند.

ث- پارامترهای گاز در کانال دودکش

- داده‌های کانال دودکش (ابعاد و غیره)

- موقعیت‌های نقاط نمونه‌برداری در کانال دودکش
- مقدار O_2 (روش و زمان‌های اندازه‌گیری)
- مقدار رطوبت (روش و زمان‌های اندازه‌گیری)
- مقدار CO_2 (روش و زمان‌های اندازه‌گیری)
- محاسبه تراکم گاز
- پروفایل سرعت گاز
- پروفایل دمایی
- داده‌های فشار (استایی، اتمسفری)

ج-آزمون نمونه‌برداری

- نام روش استاندارد نمونه‌برداری
- شناسایی قطعات بکار رفته در تجهیزات نمونه‌برداری

چ-طرح و نقشه عملیات نمونه‌برداری

- اطلاعات فیلتر (ابعاد، داده‌های راندمان و کارایی)
- اطلاعات جاذب (کیفیت، تعداد / ابعاد)
- در صورت نیاز اطلاعات صحنه‌گذاری مرحله پاک‌سازی جاذب و فیلترها
- مراحل شستشو اولیه (قبل از عملیات نمونه‌برداری)
- نام و کیفیت حلال

ح-داده‌های نمونه‌برداری

- قطر نازل
- دما در کانال دودکش در هنگام نمونه‌برداری
- مقدار خروجی جریان از فیلتر، و واحد جاذب
- حداکثر دمای فیلتر در طی نمونه‌برداری
- حداکثر دما در قسمت چگالنده و یا قسمت جاذب
- متوسط دمای گاز متر
- رطوبت گاز نمونه‌برداری شده (روش اندازه‌گیری شده، زمان)
- فشار در گاز متر
- حجم نمونه در شرایط گاز متر
- مقدار CO_2 / اکسیژن رفرنس
- مقدار رطوبت گزارش شده در غلظت‌های PCDD / PCDF
- حجم نمونه بر حسب مترمکعب در شرایط استاندارد دما و فشار، اکسیژن رفرنس، CO_2 ، رطوبت و / یا گاز فاقد رطوبت (خشک)
- نتایج بررسی نشتی قبل و بعد از نمونه‌برداری

– مدت زمان نمونه‌برداری (زمان شروع، توقف و پایان)

خ-افزودن استاندارد داخلی

– مقدار، غلظت و محل افزودن استاندارد داخلی

د-اطلاعات نمونه شاهد میدانی و حلال‌های شستشو در مورد استفاده مجدد تجهیزات

– (در صورت لزوم)

۴-۱۳ اقدامات ایمنی و حمل و نقل

تمام مقررات مربوط به ایمنی‌های ملی و بین‌المللی باید مورد توجه قرار گیرد. توصیه می‌شود تمامی ترکیبات PCDDs / PCDFs سرطان‌زا در نظر گرفته شوند و تحت اقدامات ایمنی قرار بگیرند. PCDF/PCDD های جایگزین با کلر ۲،۳،۷ و ۸ یکی از سمی‌ترین مواد شیمیایی هستند. توصیه می‌شود که کاربر با ویژگی‌های شیمیایی و فیزیکی PCDDs / PCDFs آشنا باشد. اقدامات پیشگیرانه باید به گونه‌ای باشد تا از تماس ترکیبات PCDDs / PCDFs با بدنه جلوگیری شود. تمام ظروف شیشه‌ای حاوی محلول‌های PCDDs / PCDFs را باید با استفاده از دستکش‌های مقاوم در برابر حلال‌ها تهیه و جابه‌جا کرد. توصیه می‌شود در عملیات نمونه‌برداری که ممکن است شامل قرار گرفتن در معرض طیف وسیعی از خطرات از قبیل حلال‌ها، گازهای داغ، گرم‌زدگی و کار در ارتفاع باشد، اقدامات لازم برای به حداقل رساندن در معرض قرار گرفتن چنین خطراتی انجام شود. هنگام حمل نمونه‌برای جلوگیری از آلودگی، شکستن لوازم و از بین رفتن نمونه‌ها باید مراقبت شود. آزمایشگاه باید همه مقررات ملی و منطقه‌ای حاکمیتی مدیریت پسماند و الزامات مجوز تخلیه به فاضلاب را رعایت کند.

۴-۱۴ سمیت معادل (TEQ)

در محیط PCDDs / PCDFs عملاً هرگز به صورت ترکیب‌های منفرد دیده نمی‌شوند و همیشه همانند ترکیب پیچیده‌ای با دیگر ترکیبات ساختاری مرتبط با ترکیبات مشابه دی‌اکسین‌ها ظاهر می‌شوند. به هر دی‌اکسین و فوران بر پایه سمیت نسبی آن نسبت به ۲،۳،۷ و ۸-TCDD، یک ضریب تعادل سمیت (TEF) نسبت داده می‌شود. از میان ۲۱۰ دی‌اکسین و فوران، ۱۷ ترکیب بیشترین سهم را در سمیت مخلوط پیچیده دارند و دارای بیشترین ارتباط هستند.

این معادل‌سازی بر پایه این فرض است که ترکیبات PCDDs / PCDFs و ترکیبات مشابه دی‌اکسین‌ها از طریق مکانیسم یکسان عمل می‌کنند. در مورد سمیت PCDDs / PCDFs هنوز ابهاماتی مطرح هست ولی اثرات سمی این ترکیبات از طریق مطالعات سمیت بیماری‌های مزمن از خواص بیوشیمیایی خاص مانند ظرفیت اتصال‌گیرنده Ah قابل‌سنجش هستند. پتانسیل سمیت از طریق ضریب تعادل سمیت (TEF) نسبت به اثر سمیت ۲،۳،۷ و ۸-TCDD نشان داده می‌شود. غلظت هر یک از ترکیبات مربوطه برای محاسبه TEQ از طریق محاسبه حاصل‌ضرب ضریب تعادل سمیت مربوطه به دست می‌آید.

ضریب تعادل سمیت بین المللی توسط ناتو ایجاد و به عنوان پایه‌ای برای تعیین TEQ به تصویب رسیده است (به جدول ۶ مراجعه شود)

در سال‌های اخیر سمیت PCDDs / PCDFs به طور عمده از طریق I-TEF- TEQ گزارش می‌شوند.

جدول ۶ - فاکتورهای ضریب تعادل سمیت بین المللی

PCDDs		PCDFs	
Congener	I-TEF	Congener	I-TEF
2,3,7,8- TCDD	1	2,3,7,8- TCDF	0.1
1,2,3,7,8-PeCDD	0.5	2,3,4,7,8-PeCDF	0.5
1,2,3,4,7,8 -HxCDD	0.1	1,2,3,7,8-PeCDF	0.05
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.1	1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.1
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.1	1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.01	1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.1
OCDD	0.001	2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.1
		1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.01
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.01
		OCDF	0.001

۵ روش‌های عملیات نمونه‌برداری

۵-۱ کلیات

در روش‌های نمونه‌برداری آلاینده‌های گازی دی‌اکسیدها و فوران‌ها امکان دارد محل قرارگرفتن فیلتر دستگاه نمونه‌بردار بعد از نازل (نوع درون دودکش) و یا بعد از پروب (نوع خارج از دودکش) باشد. دمای فیلتر در داخل محفظه باید در دمای پایین‌تر از 125°C نگاهداشته شود و البته این دما باید بالاتر از نقطه شبنم گاز خروجی باشد. در زمانی که انتظار غلظت بالای ذرات را از خروجی گاز دودکش می‌باشد، به منظور جلوگیری از بارگذاری زیاد ذرات بر روی فیلتر دستگاه نمونه‌بردار، یک فیلتر از جنس پشم کوارتز یا یک فیلتر سیکلون قبل از فیلتر اصلی دستگاه نمونه‌بردار قرار می‌گیرد. پروب دستگاه نمونه‌بردار امکان دارد از نوع خنک شونده^۱ یا گرم‌شونده باشد.

محلول‌های استاندارد داخلی نمونه‌برداری قبل از عملیات نمونه‌برداری به فیلتر مورد نظر افزوده می‌گردد. فیلتر به مدت کوتاهی در موقعیت عمودی قرار می‌گیرد تا حلال تبخیر شود. فیلتر نمونه‌برداری نباید کمتر از ۲ ساعت بعد از اضافه نمودن استانداردهای نمونه‌برداری استفاده شود. این فیلتر برای حداکثر چند روز می‌تواند نگهداری شود. علاوه بر این، محلول‌های استاندارد داخلی نمونه‌برداری ممکن است به ماده جاذب به صورت جایگزین افزوده شود. اگر در هنگام نمونه‌برداری نیاز به تعویض فیلتر ضروری باشد، باید محلول -

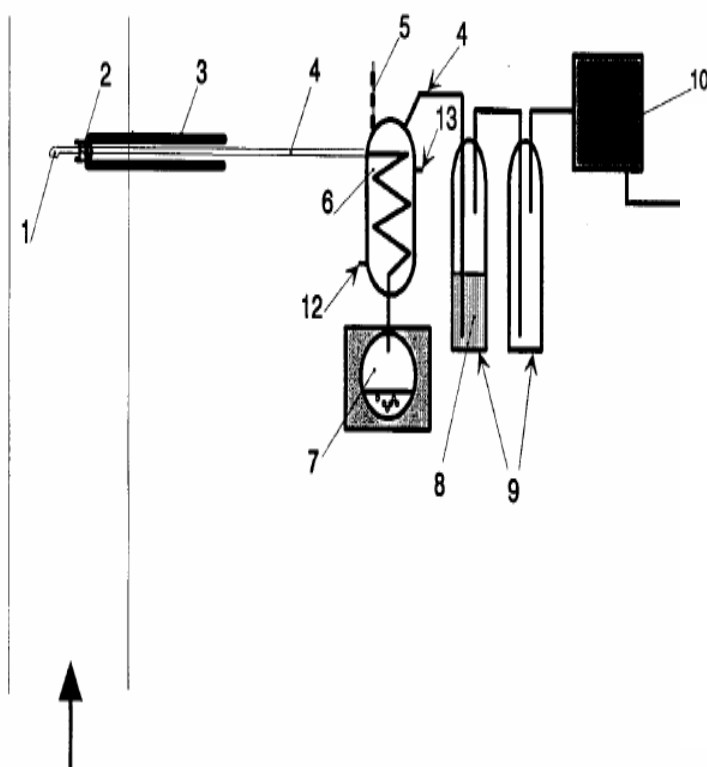
1-Cooled Probe
2- Heated Probe

های استانداردهای داخلی نمونه برداری به فیلتر جدید هم مانند قبل افزوده شوند. برای خنک کردن گاز نمونه برداری شده به دمای زیر 20°C از سیستم چگالنده استفاده می شود. البته اگر در نتایج به دست آمده تغییر معنی داری محسوس نشود از دمای بالاتر از 20°C هم می تواند مورد استفاده قرار گیرد. در نهایت PCDD و PCDF های موجود در فاز گازی و یا جذب شده به ذرات از طریق امپینجرها^۱ (جداساز برخورداری) و یا مواد جاذب جمع آوری می شوند.

۵-۱-۲ روش چگالنده / فیلتر (بدون تقسیم جریان)

الف- گاز و ذرات دودکش از طریق نازل، پروب و فیلتر (دمای کمتر از 125°C) از طریق سیستم پمپ مکش وارد دستگاه نمونه بردار می گردد. سپس گاز از چگالنده و فلاکس میعانات عبور می کند و وارد دو شیشه بابلر (bubbler) که دارای دی اتیلن گلیکول^۳ / آب (۱:۲ V / V) می شوند. در کنار پروب، یک ترموکوپل از نوع K برای پایش دمای گاز دودکش و یک لوله پیتوت نوع S برای اندازه گیری سرعت گاز دودکش استفاده می شود (به شکل ۴ مراجعه شود).

یادآوری- محلول گلیکول / آب (۱:۲ V / V) قبل از استفاده با ۱۵۰ میلی لیتر دی کلرو متان با درجه خلوص بالا (سه بار تکرار) استخراج می شود.



راهنما:

- 1 نازل
- 2 فیلتر انگشتانه
- 3 پروب
- 4 اتصالات (شیشه ای)
- 5 کنترل دما
- 6 چگالنده
- 7 فلاسک چگالنده (فلاسک کندانس)
- 8 دی اتیلن گلیکول
- 9 بابلرها
- 10 برج خشک کننده
- 11 دستگاه مکش (پمپ، شیر، گاز متر)
- 12 ورود آب خنک کننده
- 13 خروجی آب خنک کننده

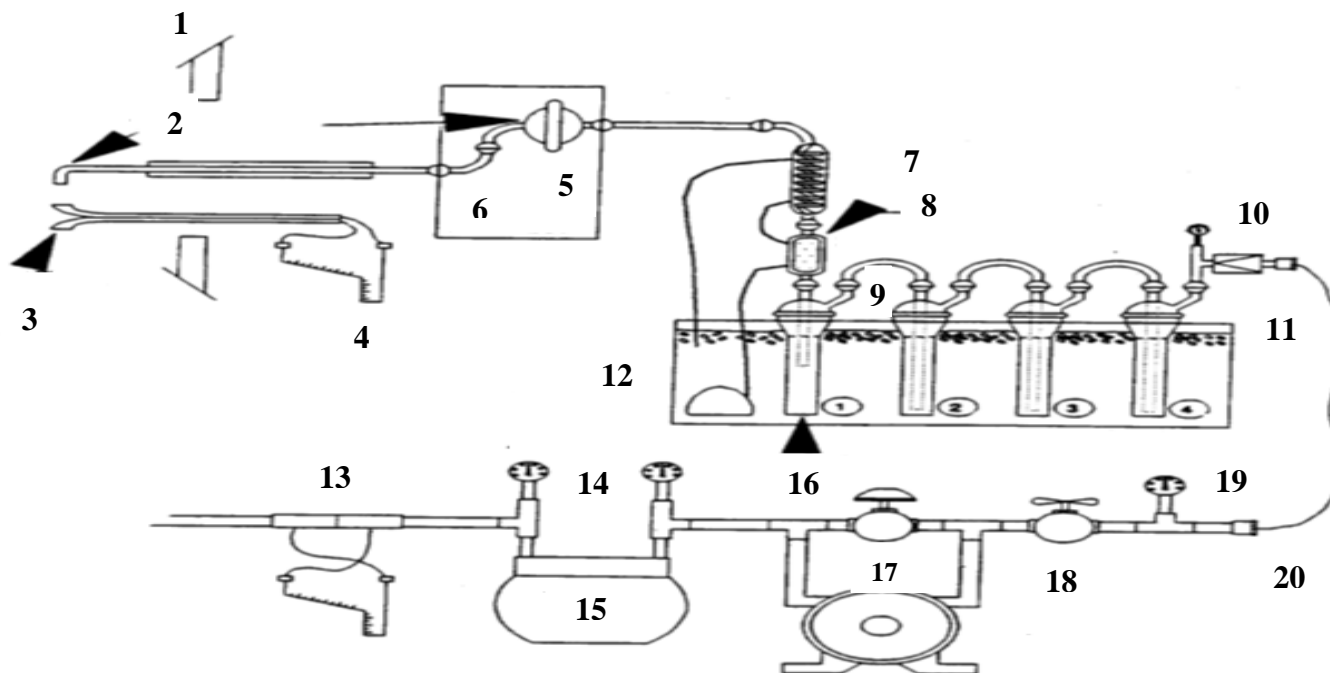
شکل ۴- روش چگالنده / فیلتر (بدون تقسیم جریان)

- 1- Impinger
- 2-Condenser
- 3-Diethylene Glycol

ب- گاز و ذرات دودکش از طریق نازل، پروب و فیلتر (دمای کمتر از 125°C) از طریق سیستم پمپ مکش وارد دستگاه نمونه بردار می‌گردد. اجزای دستگاه نمونه بردار شامل اجزاء شیشه‌ای نیمه جلو (نازل، پروب و جعبه فیلتر نیمه جلو)، فیلتر فایبرگلاس، اجزاء شیشه‌ای نیمه عقب (جعبه فیلتر نیمه عقب و چگالنده) و واحد جاذب جامد (XAD-2) است. در این روش چهار امپینجر به صورت سری با اتصالات شیشه‌ای، بدون نشت متصل می‌شوند. امپینجر اول باید از نوع میله کوتاه و امپینجر دوم از نوع گرینبرگ - اسمیت با نوک و صفحه استاندارد باشد. امپینجرهای سوم و چهارم باید طرح گرینبرگ - اسمیت اصلاح شده باشند به طوری که لوله شیشه‌ای دارای قطر داخلی 13 mm ID و تا 13 mm پایین تر از ته فلاسک امپینجر امتداد یافته باشد. اتصال خروجی امپینجر چهارم باید قابلیت اتصال به یک دماسنج با دقت $\pm 1^{\circ}\text{C}$ از مقدار واقعی که در محدوده 0°C تا 25°C را اندازه‌گیری می‌کند را داشته باشد.

یک وان و یک پمپ سیستم گردش آب که توانایی تامین جریان آب سرد برای چگالنده و خنک کردن امپینجرها را داشته باشد استفاده می‌گردد. پس از مرحله نمونه برداری، اجزاء شیشه‌ای دستگاه نمونه بردار

(نیمه جلو و عقب) با حلال‌های مناسب شسته می‌شوند و به همراه جاذب جامد جهت آنالیز به آزمایشگاه ارسال می‌گردد. (به شکل ۵ مراجعه شود)



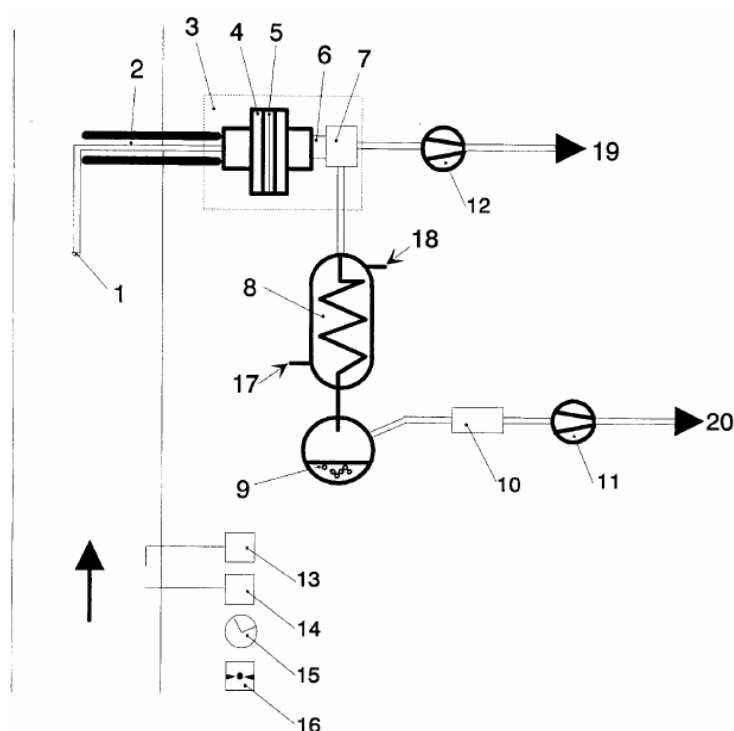
راهنما:

۱	دیواره کانال	۸	XAD2	۱۵	گازمتر
۲	ترموکوپل	۹	اتصالات شیشه ای	۱۶	میعان
۳	لوله پیتوت	۱۰	دماسنج	۱۷	شیر بای پس
۴	فشارسنج	۱۱	چک سوپاپ	۱۸	شیر اصلی
۵	فیلتر	۱۲	پمپ سیرکولاتور	۱۹	خلأ سنج
۶	جعبه فیلتر گرم شونده	۱۳	روزنه	۲۰	لوله خلأ
۷	چگالنده	۱۴	دماسنج		

شکل ۵- روش نمونه برداری مطابق روش EPA 23

۳-۱-۵ روش چگالنده / فیلتر (با تقسیم جریان)

گاز دودکش از طریق نازل، پروب و فیلتر (دمای کمتر از 125°C) وارد دستگاه نمونه بردار می گردد. در این سیستم، بعد از فیلتر یک سیستم تقسیم کننده جریان گاز قرار دارد و جریان هوای اصلی با دبی بالا برای رسیدن به شرایط ایزوکنتیک از فیلتر عبور می کند. بعد از تقسیم هوا جریان هوا جانبی وارد قسمت چگالنده و جاذب می شود (به شکل ۶ مراجعه شود).



راهنما:

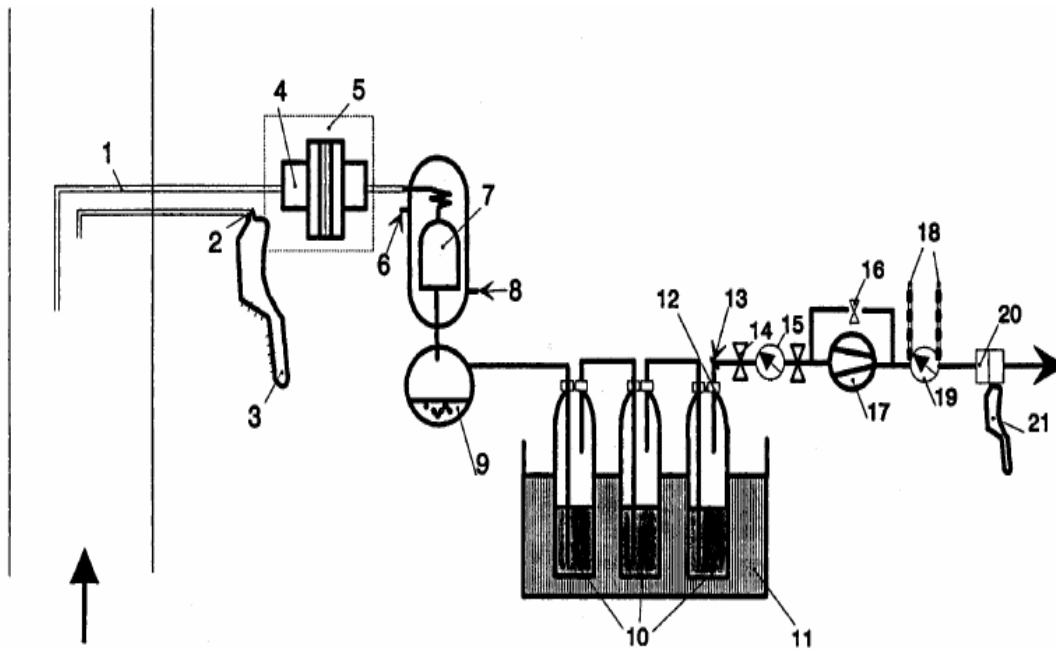
- 1 نازل
- 2 پروب
- 3 دما در جعبه فیلتر (حدود 125°C)
- 4 نگهدارنده فیلتر
- 5 فیلتر با قطر ۱۲۵ میلیمتر
- 6 دما سنج
- 7 تقسیم کننده جریان
- 8 چگالنده
- 9 فلاسک کندانس
- 10 جاذب جامد و یا سیستم امپینجر
- 11 پمپ (حداکثر ۱۵ لیتر در دقیقه)
- 12 پمپ مکش (حداکثر ۱۲۰ لیتر در دقیقه)
- 13 سیستم اندازه گیری سرعت و فشار
- 14 دماسنج گاز
- 15 ساعت
- 16 سیستم اندازه گیری فشار هوای اتمسفر
- 17 ورود آب خنک کننده
- 18 خروجی آب خنک کننده
- 19 خروجی جریان اصلی
- 20 خروجی جریان جانبی

شکل ۶- روش چگالنده / فیلتر (با تقسیم جریان)

۴-۱-۵ روش چگالنده / فیلتر (با جریان از قسمت بالای جاذب جامد به فلاکس میعانات)

در سیستم های نمونه برداری با جریان از قسمت بالای جاذب جامد به فلاکس میعانات، گاز دودکش از طریق یک پروب با لاینر شیشه ای که با سیستم الکتریکی گرم می شود وارد دستگاه نمونه بردار می گردد. این سیستم به یک پوشش فیلتر شیشه ای متصل است که در آن فیلتر کوارتز در محفظه PTFE قرار می گیرد. محفظه فیلتر در داخل یک جعبه الکتریکی گرم می شود. رزین XAD-2 توسط چگالنده سردکننده با آب خنک می شود و میعانات و گاز از طریق رزین به یک فلاسک ته گرد منتقل می شوند که میعانات در آن جمع

می‌شود. دمای گاز موجود در پروب و فیلتر بین نقطه شبنم گاز و دمای 120°C تنظیم می‌شود. در کنار پروب، یک ترموکوپل نوع K برای کنترل دمای گاز دودکش و یک لوله پیتوت نوع S برای اندازه‌گیری میزان سرعت گاز دودکش متصل می‌باشد. پس از مرحله فلاسک میعانات، گاز باقی مانده از طریق محفظه‌های سیلیکاژل^۱ وارد سیستم پمپ می‌شود. سیستم‌های نمونه‌برداری به‌طور معمول بر اساس دبی در حدود ۵ لیتر در دقیقه تا ۲۵ لیتر در دقیقه ساخته می‌شود. اگر سیلیکاژل قبلاً استفاده شده باشد باید در دمای 175°C به مدت دو ساعت خشک شود. سیلیکاژل جدید ممکن است همان‌گونه که دریافت شده استفاده شود. (به شکل ۷ مراجعه شود).



راهنما:

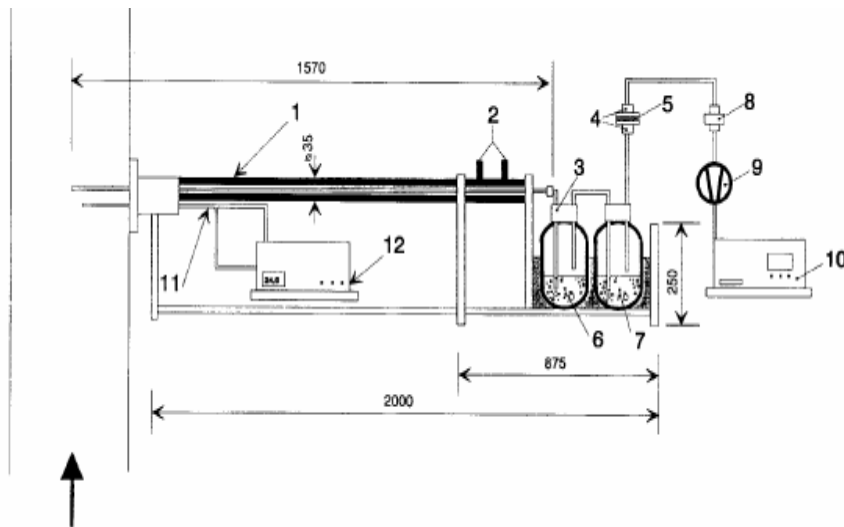
1	پروب شیشه‌ای	12	ترموکوپل
2	لوله پیتوت	13	اتصالات
3	فشار سنچ	14	چک سوپاپ
4	نگهدارنده فیلتر	15	خلا سنچ
5	جعبه گرم شده	16	شیر بای پس
6	خروجی آب	17	پمپ
7	رزین XAD-2	18	ترموکوپل
8	آب خنک	19	گاز متر
9	فلاکس کندانس	20	روزنه
10	سیلیکاژل	21	فشار سنچ
11	حمام یخ		

شکل ۷- روش چگالنده / فیلتر (جریان از بالای جاذب جامد به فلاکس میعانات)

۵-۱-۵ روش پروب خنک شونده (امپینجر / بابلر)

در این روش گاز نمونه از نازل و پروب خنک شونده عبور می‌کند تا دمای گاز به کمتر از 20°C خنک شود. دمای بالاتر هم می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد اگر در نتایج به دست آمده تغییر معنی‌داری محسوس نشود. در این روش میعانات در یک فلاسک چگالنده جمع‌آوری می‌گردد و به منظور جمع‌آوری آلاینده‌های گازی PCDD / PCDFها از امپینجرها و یا جاذب جامد استفاده می‌شود. قبل از امپینجرها / بابلرها و یا جاذب جامد، از یک فیلتر برای جداسازی ذرات استفاده می‌شود (به شکل ۸ مراجعه شود).

راهنما:



- 1 پروب خنک شونده
- 2 آب خنک
- 3 حباب ساز
- 4 فوم PU
- 5 فیلتر
- 6 فلاسک کندانس
- 7 حلال آلی
- 8 مواد جاذب آب
- 9 پمپ
- 10 فلومتر
- 11 لوله پیتوت
- 12 فشارسنج

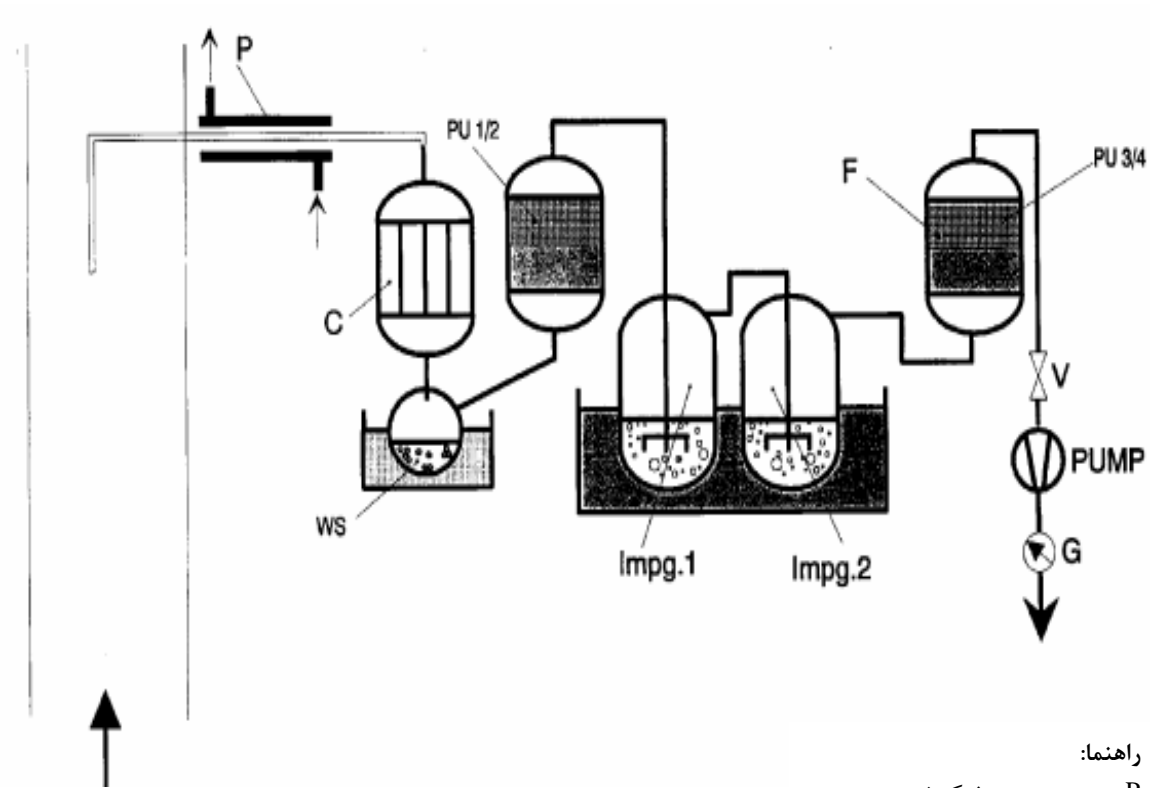
شکل ۸- روش چگالنده / فیلتر (روش پروب خنک شونده- امپینجر / بابلر)

۵-۱-۶ روش پروب خنک شونده (چگالنده چند لوله‌ای)

در مقایسه با دیگر روش پروب خنک کننده، این روش می‌تواند حجم گاز نمونه بیشتری را در بازه‌های زمانی مشابه جمع‌آوری کند. نمونه گاز دودکش از طریق یک پروب خنک‌شونده به یک چگالنده چند لوله‌ای انتقال می‌یابد. چگالنده شامل مجموعه‌ای از لوله‌های شیشه‌ای به تعداد ۲۰ تا ۵۰ (به طول ۳۰۰ میلی‌متر تا ۴۰۰ میلی‌متر، قطر ۱۰ میلی‌متر تا ۲۰ میلی‌متر) تشکیل شده است. ترکیب پروب خنک شونده و چگالنده، دمای گاز دودکش را به میزان لازم کاهش می‌دهد. دو فوم پلی یورتان (PU) در واحد جاذب و دو امپینجر مولتی‌جت دارای محلول اتوکسی اتانول و یک فیلتر بین دو فوم پلی یورتان به‌طور سری متصل شده‌اند. این سیستم نمونه‌بردار برای دبی با جریان ۵ مترمکعب در ساعت تا ۱۰ مترمکعب در ساعت تأیید می‌شود. (به شکل ۹ مراجعه شود)

جاذب به کار رفته در این سیستم فوم پلی اتر تولوئن دی ایزوسیانات (TDI) با تراکم حدود 33 گرم در لیتر است. این فوم در سیلندرها ۱۰۰ میلی‌متر در ۱۰۰ میلی‌متر استفاده می‌شود. شاخه‌های فوم پلی یورتان

با استخراج متوالی سوکسله ۲ ساعته تا ۳ ساعته با متانول، دی کلرومتان، تولوئن و استون درجه خلوص بالا تمیز می‌شوند. سپس آن‌ها در یک آون خلا در دمای 40°C به مدت یک شب خشک می‌شوند.



راهنما:

P	پروپ خنک شونده
C	چگالنده
PU1/2	فوم پلی یورتان ۲،۱
PU3/4	فوم پلی یورتان ۴،۳
Impg 1	امپینجر ۱
Impg 2	امپینجر ۲
F	فیلتر
WS	فلاکس کندانس
V	شیر
PUMP	پمپ
G	گاز متر

شکل ۹- روش پروپ خنک شونده (چگالنده چند لوله‌ای)