

جلد پنجم



جمهوری اسلامی ایران
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی
مرکز سلامت محیط و کار



دانشگاه علوم پزشکی تهران
رژیم سکده محیط زیست

راه‌نمای شناسایی و ارزشیابی

عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار



الزامات، دستورالعمل‌ها و راهنمادهای تخصصی مراکز سلامت محیط و کار

پاییز ۱۳۹۱

۲۰۵۰۲۰۲-۰۹۰۸-۱





جمهوری اسلامی ایران
وزارت بهداشت، درمان و امور پزشکی
مرکز سلامت محیط و کار



دانشگاه علوم پزشکی تهران
پژوهشکده محیط زیست

راهنمای شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار

الزامات، دستورالعمل ها و رهنمودهای تخصصی مرکز سلامت محیط و کار

مرکز سلامت محیط و کار

پژوهشکده محیط زیست

ماینه ۱۳۹۱

- عنوان گایدلاین: شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار

- کد الزامات: ۱-۰۹۰۸-۲۰۵۰۲۰۲

- تعداد صفحات: ۳۱۸

مرکز سلامت محیط و کار:

تهران - خیابان حافظ - تقاطع جمهوری اسلامی - وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی - مرکز سلامت محیط و کار

تلفن: ۰۲۱-۶۶۷۰۷۶۳۶، ۰۲۱-۶۶۷۰۷۴۱۷، دورنگار: ۰۲۱-۶۶۷۰۷۴۱۷

<http://markazsalamat.behdasht.gov.ir>

پژوهشکده محیط زیست دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی تهران:

تهران - خیابان کارگر شمالی - نرسیده به بلوار کشاورز - پلاک ۱۵۴۷ - طبقه هشتم

تلفن: ۰۲۱-۸۸۹۷۸۳۹۹، ۰۲۱-۸۸۹۷۸۳۹۸، دورنگار: ۰۲۱-۸۸۹۷۸۳۹۸

<http://ier.tums.ac.ir>

کمیته فنی تدوین راهنما

نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی/سمت	محل خدمت
دکتر عبدالرحمن بهرامی	استاد/ رئیس کمیته	دانشگاه علوم پزشکی همدان
دکتر فریده گل بابایی	استاد	دانشگاه علوم پزشکی تهران
دکتر نوشین راستکاری	استادیار	پژوهشکده محیط زیست
مهندس فاضله کتایون مدیری	کارشناس/ دبیر کمیته	مرکز سلامت محیط و کار
مهندس فاطمه صادقی	کارشناس/ عضو کمیته	مرکز سلامت محیط و کار
مهندس فائزه ایزدپناه	کارشناس/ عضو کمیته	پژوهشکده محیط زیست

از سرکار خانم دکتر فریده گل بابایی که در تهیه این پیش نویس زحمات زیادی را متقبل شده اند صمیمانه سپاسگزاری می گردد.

فهرست

جلد اول

۱	۱- مقدمه
۱	۲- اهداف
۲	۳- اصطلاحات و تعاریف
۶	الف- بخارات آلی
۶	الف - ۱ - الکل ها
۶	اتانول
۱۰	اتیل الکل
۱۵	اتیلن گلیکول مونو متیل اتر
۱۹	الکل چوب
۲۴	آلیل الکل
۲۹	آنول
۳۳	ایزو بوتیل الکل
۳۸	ایزو بوتیل کرینول
۴۳	ایزو آمیل الکل
۴۸	ایزوپروپیل الکل
۵۲	ایزوپروپیل کرینول
۵۶	ایزوبنتیل الکل
۶۱	۲- پروپانول
۶۵	۲- پروپنول
۶۹	جوهر چوب
۷۴	سیکلو هگزانول
۷۸	فورفوریل الکل
۸۲	۲- فوریل کرینول

۸۶	۲- فوریل متانول
۹۰	کربینول
۹۵	متانول
۱۰۰	۲- متوکسی اتانول
۱۰۴	۲- متیل ۱- پروپانول
۱۰۸	متیل الکل
۱۱۳	متیل سلوسلو
۱۱۷	متیل سیکلو هگزانول
۱۲۱	۳- متیل ۱- بوتانول
۱۲۶	نفت چوب
۱۳۱	وینیل کربینول
۱۳۵	هگزالین
۱۳۹	هگزامیدرو کرزول
۱۴۳	هگزامیدرو متیل فنول
۱۴۷	هیدرالین
۱۵۱	هیدروکسی سیکلو هگزان
۱۵۵	۲- (هیدروکسی متیل) فوران
۱۵۹	الف - ۲ - آلدهیدها
۱۵۹	اقانال
۱۶۵	اتیل آلدهید
۱۷۱	استالدهید
۱۷۶	استیک آلدهید
۱۸۲	استیل آلدهید
۱۸۸	n- والرالدهید
۱۹۴	آمیل آلدهید

۲۰۰	بوتیل فرمال
۲۰۶	پروپالدهید
۲۱۲	پروپانال
۲۱۷	پروپیل آلدهید
۲۲۳	پروپیلک آلدهید
۲۲۸	پروپیونالدهید
۲۳۴	پنتانال
۲۳۹	فرمالدهید
۲۴۴	فرمالین
۲۴۹	۲-فوران کربوکسالدید
۲۵۴	۲-فور آلدهید
۲۵۹	فورفورال
۲۶۴	متانال
۲۶۹	متیل استالدید
۲۷۵	متیلن اکساید
۲۸۱	والرال
۲۸۶	والرالدهید
۲۹۲	والریک آلدهید
۲۹۸	الف - ۳- آمین ها
۲۹۸	n- اتیل اتانامین
۳۰۳	ارتو- تولوئیدین
۳۰۸	آمینوبزن
۳۱۳	۲- آمینو تولوئن
۳۱۸	آنیلین
۳۲۳	بنز آمین

۳۲۸	n-n-دی اتامین
۳۳۳	دی اتیل آمین
۳۳۸	دی آمید
۳۴۲	دی آمین
۳۴۶	دی متیل آمین
۳۵۱	دی متیل آمینو بنزن
۳۵۶	۴،۲- دی متیل آنیلین
۳۶۱	۴،۲-زایلیدین
۳۶۶	فنیل آمین
۳۷۱	n-متیل متانامین
۳۷۶	هیدرازین

جلد دوم

۳۸۱	الف-۴- اترها
۳۸۱	آلیل گلیسیدیل اتر
۳۸۶	پروپیلن گلیکول مونومتیل اتر استات
۳۹۰	پروپیلن گلیکول مونومتیل اتر
۳۹۴	دی اتیلن اتر
۳۹۸	۱، ۴-دی اتیلن دی اکسید
۴۰۲	دی اُکسان
۴۰۷	دی پروپیلن گلیکول مونومتیل اتر
۴۱۱	۲-متوکسی-۱-متیل اتانول
۴۱۵	۱-متوکسی-۲-پروپانول
۴۱۹	۱-متوکسی-۲-پروپیل استات
۴۲۳	الف-۵- استرها
۴۲۳	اتنیل استات

۴۲۷	۲- اتوکسی اتیل استات
۴۳۱	اتیل آکریلات
۴۳۵	اتیلن اتانوآت
۴۳۹	۱- استوکسی اتیلن
۴۴۳	استیک اسید اتیل استر
۴۴۷	استیک اسید اتیلن گلیکول مونو اتیل اتر
۴۵۱	استیک اسید ایزوبوتیل استر
۴۵۵	استیک اسید وینیل استر
۴۵۹	استیک اسید-۱- پنتانول استر
۴۶۳	استیک اسید-۴- متیل-۲- پنتانول استر
۴۶۷	ایزوبوتیل استات
۴۷۱	n- آمیل استات
۴۷۵	۲- پروپنویک اسید اتیل استر
۴۷۹	۱، ۳- دی متیل بوتیل استات
۴۸۳	سلوئلو استات
۴۸۷	متیل ایزو آمیل استات
۴۹۱	وینیل اتانوآت
۴۹۵	وینیل استات
۴۹۹	sec- هگزیل استات
۵۰۳	الف - ۶ - هیدروکربن ها
۵۰۳	الف-۶-۱- هیدروکربن های آروماتیک
۵۰۳	اتیل بنزن
۵۰۷	ارتو- کرزول
۵۱۱	استایرن
۵۱۵	اورتو-زایلن

۵۱۹	ایزوپروپیل بنزن
۵۲۳	بنزن
۵۲۷	بنزن (قرائت مستقیم)
۵۳۱	بنزول
۵۳۵	پارا-زایلن
۵۳۹	تترا-هیدروبنزن
۵۴۳	تولوئن
۵۴۷	n-دکان
۵۵۱	دی متیل بنزن
۵۵۵	سیکلو هگزا ترین
۵۵۹	سیکلو هگزان
۵۶۳	فنول
۵۶۷	کربولیک اسید
۵۷۱	کومن
۵۷۵	متا-زایلن
۵۷۹	متیل بنزن
۵۸۳	۲-متیل فنول
۵۸۷	وینیل بنزن
۵۹۱	هگزا هیدروبنزن
۵۹۵	هیدروکسی بنزن
۵۹۹	الف - ۶ - ۲ - هیدروکربن های هالوژنه
۵۹۹	اتیلن دی کلراید
۶۰۳	اورتو-دی کلروبنزن
۶۰۷	برموفرم
۶۱۱	بنزن کلرومتیل

۶۱۵	بنزیل کلراید
۶۱۹	پارا-دی کلرو بنزن
۶۲۳	تتراکلراید کربن
۶۲۷	تتراکلرومتان
۶۳۱	تری برمومتان
۶۳۵	تری کلرومتان
۶۳۹	۱،۲-دی کلرواتان
۶۴۳	۱-۴-دی کلروبنزن
۶۴۷	۱،۲-دی کلروبنزن
۶۵۱	دی کلرومتان
۶۵۶	فنیل کلراید
۶۶۰	کلرواتیلن
۶۶۵	کلروبنزن
۶۶۹	α-کلروتولوئن
۶۷۳	کلروفرم
۶۷۷	متیلن دی کلراید
۶۸۲	متیلن کلراید
۶۸۶	وینیل کلراید

جلد سوم

۶۹۲	الف - ۷ - کتون ها
۶۹۲	اتیل آمیل کتون
۶۹۶	اتیل بوتیل کتون
۷۰۰	استون
۷۰۴	ایزوپروپیل استون
۷۰۸	۲-پروپانون

۷۱۲	سیکلو هگزانون
۷۱۶	سیکلو هگزایل کتون
۷۲۰	کامفور
۷۲۴	متیل ان-بوتیل کتون
۷۲۸	متیل ایزوبوتیل کتون
۷۳۲	۴-متیل-۲-پنتانون
۷۳۶	۳-متیل-۳-هپتانون
۷۴۰	۳-هپتانون
۷۴۴	۲-هگزانون
۷۴۸	هگزون
۷۵۲	الف - ۸ - سیانایدها
۷۵۲	استونیتریل
۷۵۶	آکریلونیتریل
۷۶۱	۲-پروپن نیتریل
۷۶۶	سیانومتان
۷۷۱	متیل سیاناید
۷۷۵	وینیل سیاناید
۷۸۰	الف - ۹ - مرکاپتان ها
۷۸۰	اتان اتیول
۷۸۵	اتیول سولفیدرات
۷۹۰	اتیول مرکاپتان
۷۹۵	متان اتیول
۸۰۰	متیل سولفیدرات
۸۰۵	متیل مرکاپتان
۸۱۰	مرکاپتوانان

۸۱۵	مرکاپتومتان
۸۲۰	الف - ۱۰ - ترکیبات نیتروآروماتیک
۸۲۰	ارتومتیل نیتروبنزن
۸۲۴	ارتو-نیتروتولوئن
۸۲۸	۴-کلرو نیتروبنزن
۸۳۲	۱-کلرو-۴-نیتروبنزن
۸۳۶	۲-متیل نیتروبنزن
۸۴۰	نیتروبنزن
۸۴۴	نیتروبنزول
۸۴۸	۲-نیتروتولوئن
۸۵۲	۴-نیتروکلروبنزن
۸۵۶	الف - ۱۱ - نیتروزامین ها
۸۵۶	دی متیل نیتروزامین
۸۶۰	n-متیل-n-نیتروزومتانامین
۸۶۴	n-نیتروزوپیرولیدین
۸۶۸	۱-نیتروزوپینولیدین
۸۷۲	n-نیتروزودی متیل آمین
۸۷۶	۴-نیتروزومورفولین
۸۸۰	n-نیتروزومورفولین
۸۸۴	الف - ۱۲ - نفتا ها
۸۸۴	الکل معدنی
۸۸۸	بنزین
۸۹۲	قطران ذغال سنگ
۸۹۶	نفت چراغ
۹۰۰	نفت خام

۹۰۴	نفت سفید
۹۰۸	الف - ۱۳ - سایر بخارات آلی
۹۰۸	اسیدفرمیک
۹۱۳	آزابنزن
۹۱۷	آزین
۹۲۱	پیریدین
۹۲۵	تتراهیدروفوران
۹۲۹	دی اتیلن اکساید
۹۳۳	دی تیو کربنیک انیدرید
۹۳۹	کربن دی سولفید
۹۴۴	متانوئیک اسید
۹۴۹	هیدروژن کربوکسیلیک اسید

جلد چهارم

۹۵۵	ب - آئرسول های آلی
۹۵۵	ب - ۱ - هیدروکربن های آروماتیک چند هسته ای
۹۵۵	اسنفتن
۹۶۲	اورتو-بی فنیلن متان
۹۶۹	ایدریل
۹۷۶	آنتراسین
۹۸۳	بنز[a]آنتراسین
۹۹۰	بنز[e]اسفنانتریلن
۹۹۷	۱،۲-بنزآنتراسین
۱۰۰۴	بنزو[ghi]پیریلن
۱۰۱۱	بنزو[e]پیرن
۱۰۱۸	بنزو[a]پیرن

۱۰۲۵	بنزو [b] فلورانتین
۱۰۳۲	بنزو [jk] فلوئورین
۱۰۳۹	بنزو [a] فناترین
۱۰۴۶	۶،۷-بنزو پیرن
۱۰۵۳	۵،۴-بنزو پیرن
۱۰۶۰	۳،۴-بنزو پیرن
۱۰۶۷	۱،۱۲-بنزو پیرلین
۱۰۷۴	۱،۲-بنزو پیرن
۱۰۸۱	۳،۴-بنزو فلوئورانتین
۱۰۸۸	بنزو [def] فناترین
۱۰۹۵	۱،۲-بنزو فناترین
۱۱۰۲	بنزو [b] فناترین
۱۱۰۹	پیرین
۱۱۱۶	تترافین
۱۱۲۳	فلوئورانتین
۱۱۳۰	فلوئورین
۱۱۳۷	فن آنترین
۱۱۴۴	کریسین
۱۱۵۱	نفتالین
۱۱۵۸	نفتن
۱۱۶۵	ب-۲ - ایزوسیانات ها
۱۱۶۵	تولون-۲،۴-دی ایزوسیانات
۱۱۷۰	دی فیل متان-۴،۴-دی ایزوسیانات
۱۱۷۵	متیلن بیس فیل ایزوسیانات
۱۱۸۰	۴و۴-متیلن دی فیل ایزوسیانات

۱۱۸۵	هگزامتیل دی ایزوسیانات
۱۱۹۰	ب - ۳ - گلیگول ها
۱۱۹۰	۲، ۱- اقان دی اُل
۱۱۹۴	اتیلن گلیکول
۱۱۹۸	۲، ۱- پروپان دی اُل
۱۲۰۲	پروپیلن گلیکول
۱۲۰۶	تری اتیلن گلیکول
۱۲۱۰	ب - ۴ - حشره کش ها
۱۲۱۰	۲، ۴-D، ۲- اتیل هگزیل استر
۱۲۱۷	آرتازین
۱۲۲۴	آلاکلور
۱۲۳۱	سیانازین
۱۲۳۸	سیمازین
۱۲۴۵	متولاکلور
۱۲۵۲	ب - ۵ - آفت کش ها
۱۲۵۲	ب - ۵ - ۱ - آفت کش های ارگانونیتروژنه
۱۲۵۲	اُکسامیل
۱۲۵۹	آلدیکرب
۱۲۶۶	بنومیل
۱۲۷۳	پروپوکسور
۱۲۸۰	پروفام
۱۲۸۷	تیوبن کرب
۱۲۹۴	دیورون
۱۳۰۱	فورمتانات
۱۳۰۸	کاپتان

۱۳۱۵	کارباریل
۱۳۲۲	کاربندازیم
۱۳۲۹	کریوفوران
۱۳۳۶	کلرپروفام
۱۳۴۳	متومیل
۱۳۵۰	متیوکرب

جلد پنجم

۱۳۵۸	ب - ۵ - ۲ - آفت کش های ارگانوفسفره
۱۳۵۸	اتوپروپ
۱۳۶۵	اتیل پاراتیون
۱۳۷۲	اتیون
۱۳۷۹	اسپکترا سید
۱۳۸۶	آزودرین
۱۳۹۳	آزینفوز متیل
۱۴۰۰	بیدرین
۱۴۰۷	پاراتیون
۱۴۱۴	پروفوس
۱۴۲۱	تیمت
۱۴۲۸	دورسبان
۱۴۳۵	دی سیستون
۱۴۴۲	دیازینون
۱۴۴۹	دیسولفوتون
۱۴۵۶	دیفونات
۱۴۶۳	دیکروتوفوز
۱۴۷۰	سیتیون

۱۴۷۷	فُرَات
۱۴۸۴	فُدرین
۱۴۹۱	فنامیفوس
۱۴۹۸	فونوفوس
۱۵۰۵	کلرپیرفوز
۱۵۱۲	گوتیون
۱۵۱۹	مالاتیون
۱۵۲۶	مانیتور
۱۵۳۳	متامیدوفوس
۱۵۴۰	متیل پاراتیون
۱۵۴۷	مونوکروتوفوس
۱۵۵۴	مِوینفوس
۱۵۶۱	نماکور
۱۵۶۸	ب - ۶ - سایر آئروسول های آلی
۱۵۶۸	آزلایک اسید
۱۵۷۲	بنزیدین
۱۵۷۶	پارا-دی آمینودی فنیل
۱۵۸۰	دوده استیلنی
۱۵۸۳	دوده چراغ
۱۵۸۶	دوده کوره
۱۵۸۹	دوده
۱۵۹۲	۳,۳-دی کلروبنزیدین
۱۵۹۶	کربن آمورف
۱۵۹۹	لپارگیلیک اسید
۱۶۰۳	۱,۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید

۱۶۰۷	ج - گازهای معدنی
۱۶۰۷	آرسنیک تری هیدرید
۱۶۱۲	آرسین
۱۶۱۷	آمونیاک
۱۶۲۲	برمین
۱۶۲۷	کربن دی اکسید
۱۶۳۰	دی اکسید گوگرد
۱۶۳۵	دی اکسید نیتروژن
۱۶۳۹	کربنیک اسید
۱۶۴۲	کربنیک اکسید
۱۶۴۴	کلرین
۱۶۴۹	کربن مونو کسید
۱۶۵۱	مونو کسید نیتروژن
۱۶۵۵	نیتریک اکساید
۱۶۵۹	هیدروژن آرسنید
۱۶۶۴	هیدروژن سولفید
۱۶۶۹	هیدروسولفوریک اسید
۱۶۷۴	د - آئروسول های معدنی
۱۶۷۴	د - ۱ - اسیدهای معدنی
۱۶۷۴	ارتوفسفریک اسید
۱۶۷۸	جوهر گوگرد
۱۶۸۲	سولفوریک اسید
۱۶۸۶	فسفریک اسید
۱۶۹۰	متافسفریک اسید
۱۶۹۴	نیتریک اسید

۱۶۹۸	هیدرو برمیک اسید
۱۷۰۲	هیدروژن برماید
۱۷۰۶	هیدروژن فلوراید
۱۷۱۰	هیدروژن کلراید
۱۷۱۴	هیدروفلوئوریک اسید
۱۷۱۸	هیدروکلریک اسید

جلد ششم

۱۷۲۳	۵ - ۲ - عناصر
۱۷۲۳	آرسنیک
۱۷۲۷	استرانسیم
۱۷۳۱	آلومنیوم
۱۷۳۵	آنتیموان
۱۷۳۹	باریم
۱۷۴۳	بریلیوم
۱۷۴۷	تالیم
۱۷۵۰	تلوریوم
۱۷۵۳	تیتانیوم
۱۷۵۶	روی
۱۷۵۹	سرب
۱۷۶۳	سلنیوم
۱۷۶۷	فسفر
۱۷۷۱	قلع
۱۷۷۴	کادمیوم
۱۷۷۸	کبالت
۱۷۸۲	کروم ۶ ظرفیتی

۱۷۸۸	کروم
۱۷۹۲	لانتانایوم
۱۷۹۶	لیتیم
۱۸۰۰	مس
۱۸۰۴	منگنز
۱۸۰۸	منیزم
۱۸۱۲	مولیبدن
۱۸۱۶	نقره
۱۸۲۰	وانادیم
۱۸۲۳	د - ۳ - سایر آئروسول های معدنی
۱۸۲۳	اکسید کلسیم
۱۸۲۷	الیاف سرامیک نسوز
۱۸۳۴	آزبست
۱۸۴۱	آکتنولیت
۱۸۴۸	آموزیت
۱۸۵۵	آنتوفیلیت
۱۸۶۲	آهک خام
۱۸۶۶	آهک هیدراته
۱۸۷۰	بی کربنات کلسیم
۱۸۷۴	پروسیک اسید
۱۸۷۹	ترمولیت
۱۸۸۶	سرپنتین
۱۸۹۳	سنگ آهک
۱۸۹۷	سنگ مرمر
۱۹۰۱	سود سوزآور

۱۹۰۶	سیلیس کریستالی
۱۹۱۲	شیشه الیافی
۱۹۱۹	فورمونتریل
۱۹۲۴	کروزیدولیت
۱۹۳۱	کریزوتایل
۱۹۳۸	هیدروژن سیاناید
۱۹۴۳	هیدروسیانیک اسید
۱۹۴۸	هیدروکسید سدیم
۱۹۵۳	هیدروکسید کلسیم
۱۹۵۷	۵ - نمونه کلی هوا
۱۹۵۷	گرد و غبار قابل استنشاق
۱۹۵۹	گرد و غبار کلی
۱۹۶۱	۴ - پیوست ها
۱۹۶۱	پیوست الف - الزامی
۱۹۸۱	پیوست ب - الزامی
۱۹۹۷	پیوست پ - الزامی
۲۰۰۹	پیوست ت - الزامی
۲۰۱۰	پیوست ث - الزامی
۲۰۱۱	پیوست ج - الزامی
۲۰۱۵	پیوست چ - اطلاعاتی
۲۰۱۷	مراجع

پیشگفتار

یکی از برنامه های مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی تدوین و انتشار رهنمودهای مربوط به حوزه ها و زمینه های مختلف بهداشت محیط و حرفه ای و سایر موضوعات مرتبط است که با بهره گیری از توان علمی و تجربی همکاران متعددی از سراسر کشور، انجام شده است. در این راستا سعی شده است ضمن بهره گیری از آخرین دستاوردهای علمی، از تجربه کارشناسان و متخصصین حوزه ستادی مرکز سلامت محیط و کار نیز استفاده شود و در مواردی که در کشور قوانین، مقررات و دستورالعمل های مدونی وجود دارد در تدوین و انتشار این رهنمودها مورد استناد قرار گیرد. تمام تلاش کمیته های فنی مسئول تدوین رهنمودها این بوده است که محصولی فاخر و شایسته ارائه نمایند تا بتواند توسط همکاران در سراسر کشور و کاربران سایر سازمان ها و دستگاههای اجرائی و بعضاً عموم مردم قابل استفاده باشد ولی به هر حال ممکن است دارای نواقص و کاستی هایی باشد که بدینوسیله از همه متخصصین، کارشناسان و صاحب نظران ارجمند دعوت می شود با ارائه نظرات و پیشنهادات خود ما را در ارتقاء سطح علمی و نزدیکتر کردن هر چه بیشتر محتوای این رهنمودها به نیازهای روز جامعه یاری نمایند تا در ویراست های بعدی این رهنمودها بکار گرفته شود.

با توجه به دسترسی بیشتر کاربران این رهنمودها به اینترنت، تمام رهنمودهای تدوین شده بر روی تارگاہ های وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی (وبدا)، معاونت بهداشتی، پژوهشکده محیط زیست دانشگاه علوم پزشکی تهران و مرکز سلامت محیط و کار قرار خواهد گرفت و تنها نسخ بسیار محدودی از آنها به چاپ خواهد رسید تا علاوه بر صرفه جویی، طیف گسترده ای از کاربران به آن دسترسی مداوم داشته باشند.

اکنون که با یاری خداوند متعال در آستانه سی و چهارمین سال پیروزی انقلاب شکوهمند اسلامی این رهنمودها آماده انتشار می گردد، لازم است از زحمات کلیه دست اندرکاران تدوین و انتشار این رهنمودها صمیمانه تشکر و قدردانی نمایم و پیشاپیش از کسانی که با ارائه پیشنهادات اصلاحی خود ما را در بهبود کیفیت این رهنمودها یاری خواهند نمود، صمیمانه سپاسگزاری نمایم.

دکتر کاظم ندافی

رئیس مرکز سلامت محیط و کار

ب-۵-۲- آفت کش های ارگانوفسفره

Ethoprop	اِتوپروپ
CAS: 13194-48-4 RTECS: TE4025000	فرمول شیمیایی: $C_8H_{19}O_2PS_2$ وزن مولکولی: ۲۴۲/۳۳ فرمول ساختاری: $(C_3H_7S)_2P(=O)OC_2H_5$ اسامی دیگر: پروفوس ؛ Phosphorodithioic acid, O-ethyl S,S-dipropyl ester ویژگی ها: روغن؛ فشار بخار $3/5 \times 10^{-4} \text{ mmHg}$ (۰/۰۴۷ Pa) در $26^\circ C$ ؛ دانسیته مایع $1/094 \text{ g/mL}$ در $20^\circ C$
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه: اِتوپروپ بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۲۹۴- اِتوپروپ و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۲۹۵- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۲۹۶- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۲۹۷- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۲۹۸- محلول استوک کالبراسیون اِتوپروپ، 10 mg/mL ؛ محلول های استاندارد اِتوپروپ را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید.	

اِتوپروپ در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۲۹۹- محلول spike مورد استفاده برای کالبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی

بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا

۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در

یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۰۰- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۳۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی

۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر

ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش

۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی

تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه

فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده

است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است.

لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر

حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآکسیدها)

خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۳۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۳۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵

نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

- ۱۷۳۳- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۷۳۴- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۷۳۵- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۷۳۶- حمام اولتراسونیک
- ۱۷۳۷- انبرک

نمونه برداری:

- ۹۵۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۵۴- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۵۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۵۶- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۶۱۹- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۶۲۰- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۶۲۱- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۲۲- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۶۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای اِتوپروپ در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم اِتوپروپ)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک اِتوپروپ به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم اِتوپروپ).

۵۶۹- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الباف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض

رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۵۷۰- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL, NIOSH REL, یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱

ارائه شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ایتوپروپ بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

- ۶۰۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ایتوپروپ
 - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۱۷/۱۵ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۰۲- مساحت پیک ایتوپروپ و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گرها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه اِتوپروپ واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

۴۰۴- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) اِتوپروپ موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۰۵- محاسبه غلظت (C) اِتوپروپ در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Ethyl Parathion	اتیل پاراتیون
CAS: 56-38-2 RTECS: TF4550000	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{14}NO_5PS$ وزن مولکولی: ۲۹۱/۲۶ فرمول ساختاری: $(C_2H_5O)_2P(=S)O(C_6H_4)NO_2$ اسامی دیگر: پاراتیون؛ Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-(4-nitrophenyl) ester ویژگی ها: نقطه جوش $^{\circ}C$ ۳۷۵؛ نقطه ذوب $^{\circ}C$ ۶؛ فشار بخار $mmHg$ $10^{-5} \times 3/78$ (۰/۰۰۵Pa) در $^{\circ}C$ ۲۰؛ دانسیته مایع ۱/۲۶ g/mL در $^{\circ}C$ ۲۰
OSHA: 0.1 mg/m ³	حد مجاز: NIOSH: 0.05 mg/m ³ ACGIH: 0.1 mg/m ³ (skin)
	احتیاطات ویژه: اتیل پاراتیون بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۱۳۰۱- اتیل پاراتیون و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۰۲- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۰۳- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۰۴- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر

تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.

۱۳۰۵- محلول استوک کالبراسیون اتیل پاراتیون، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد

اتیل پاراتیون را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید.

اتیل پاراتیون در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۰۶- محلول spike مورد استفاده برای کالبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰

میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک

بالن ژوزه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۰۷- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۳۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱mm؛

با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود.

بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط

یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه

داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که

حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم

پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبر گلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۷۳۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min-۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

- ۱۷۴۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۷۴۱- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نموگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۷۴۲- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۷۴۳- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۷۴۴- حمام اولتراسونیک
- ۱۷۴۵- انبرک

نمونه برداری:

- ۹۵۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۵۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۵۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۶۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۶۲۳- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترا فلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۶۲۴- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۶۲۵- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام

اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۲۶- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۷۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای اتیل پاراتیون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول (۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم اتیل پاراتیون)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک اتیل پاراتیون به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم اتیل پاراتیون).

۵۷۲- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با لیاف کوارتزی را با

- ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-Ispike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۵۷۳- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد :
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-Ispike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۹۰/۱۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS 2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول

spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم اتیل پاراتیون بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

- ۶۰۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): اتیل پاراتیون
 - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۲۸/۹۸ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۰۴- مساحت پیک اتیل پاراتیون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه اتیل پاراتیون واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

۴۰۶- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) اتیل پاراتیون موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۰۷- محاسبه غلظت (C) اتیل پاراتیون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Ethion	اِتیون
CAS: 563-12-2 RTECS: TE4550000	فرمول شیمیایی: $C_9H_{22}O_4P_2S_4$ وزن مولکولی: ۳۸۴/۴۶
فرمول ساختاری: $[(C_2H_5O)_2P(=S)S]_2CH_2$ اسامی دیگر: Phosphorodithioic acid, S,S'-methylene, O,O,O',O'-tetraethyl ester O,O,O',O'-Tetraethyl, S,S'-methylenediphosphorodithioate ویژگی ها: نقطه ذوب $12^{\circ}C$ تا $13^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $1.5 \times 10^{-6} mmHg$ ($0.0002 Pa$) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع $1.22 g/mL$ در $20^{\circ}C$	
OSHA: $0.4 mg/m^3$	حدمجاز: NIOSH: $0.4 mg/m^3$ ACGIH: $0.4 mg/m^3$ (skin)
احتیاطات ویژه: اِتیون بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۳۰۸- اِتیون و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۰۹- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۱۰- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۱۱- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۳۱۲- محلول استوک کالبراسیون اِتیون، $10 mg/mL$ ؛ محلول های استاندارد اِتیون را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. اِتیون در حداقل	

۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۱۳- محلول spike مورد استفاده برای کالبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰

میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک

بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۱۴- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۴۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛

با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود.

بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط

یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترافلورواتیلن در محل نگه

داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که

حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم

پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآمیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۷۴۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترافلورواتیلنی متخلخل

۱۷۴۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵

نانومتر، ثبت کننده نمودار، و ستون

۱۷۴۹- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE، ویال شیشه ای نمودگیر

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۵۰- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۷۵۱- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۷۵۲- حمام اولتراسونیک

۱۷۵۳- انبرک

نمونه برداری:

۹۶۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۹۶۲- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۹۶۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۹۶۴- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۲۷- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۲۸- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۲۹- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۳۰- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری

GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۷۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای اِتیون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول (۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولون یا محلول ۱۰/۹۰ تولون/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم اِتیون)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک اِتیون به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم اِتیون).

۵۷۵- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۵۷۶- هنگامی که این روش را در مورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
 $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)

- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ایتون بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۰۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): ایتون - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: 240°C - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$ - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$ - زمان ماند: ۳۷/۸ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۰۶- مساحت پیک ایتون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه ایتون واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۰۸- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ایتون موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۰۹- محاسبه غلظت (C) اِتیون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

اسپکتراسید	Spectracide
فرمول شیمیایی: $C_{12}H_{21}N_2O_3PS$	CAS: 333-41-5
وزن مولکولی: ۳۰۴/۳۴	RTECS: TF3325000
فرمول ساختاری: $(C_2H_5O)_2P(=S)O(C_4HN_2)(CH_3)CH(CH_3)_2$	
اسامی دیگر: دیازینون؛ Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-[6-methyl-2-(1-methylethyl)-4-pyrimidinyl] ester	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش بالاتر از $120^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $1/4 \times 10^{-4} mmHg$ ($0/019 Pa$) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع $1/118 - 1/116 g/mL$ در $20^{\circ}C$	
حدمجاز: NIOSH: $0.1 mg/m^3$ ACGIH: $0.1 mg/m^3$ (skin)	OSHA: $0.1 mg/m^3$
احتیاطات ویژه:	
اسپکتراسید بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۳۱۵- اسپکتراسید و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی	
۱۳۱۶- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش	
۱۳۱۷- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر	
۱۳۱۸- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید.	
نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.	
۱۳۱۹- محلول استوک کالیبراسیون اسپکتراسید، $10 mg/mL$ ؛ محلول های استاندارد اسپکتراسید را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید.	

اسپکتراسید در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۲۰- محلول spike مورد استفاده برای کالبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰

میلی لیتر با تولون یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولون/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولون در یک

بالن ژوزه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۲۱- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۵۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛

با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود.

بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط

یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورواتیلن در محل نگه

داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که

حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم

پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۷۵۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورواتیلنی متخلخل

۱۷۵۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵

نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۷۵۷- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگیر

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۵۸- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۷۵۹- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۷۶۰- حمام اولتراسونیک

۱۷۶۱- انبرک

نمونه برداری:

۹۶۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۹۶۶- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۹۶۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۹۶۸- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۳۱- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛

فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۳۲- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۳۳- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۳۴- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲

میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۷۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای اسپکتراسید در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم اسپکتراسید)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک اسپکتراسید به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم اسپکتراسید).

۵۷۸- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۵۷۹- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد :
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1 spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن / استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده ، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)

- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم اسپکتراسید بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۰۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): اسپکتراسید - جداساز: ۲ mL تولوئن / استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: 240°C - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$ - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$ - زمان ماند: ۲۳/۳۷ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۰۸- مساحت پیک اسپکتراسید و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه اسپکتراسید واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۱۰- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) اسپکتراسید موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که

ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۱۱- محاسبه غلظت (C) اسپکتراسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Azodrin	آزودرین
CAS: 919-44-8	فرمول شیمیایی: $C_7H_{14}NO_5P$
RTECS: TC4981100	وزن مولکولی: ۲۲۳/۱۷
	فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=O)OC(CH_3)=CHC(=O)NHCH_3$
	اسامی دیگر: مونوکروتوفوس؛
Phosphoric acid, dimethyl [1-methyl-3-(methylamino)-3-oxo-1-propenyl] ester	
Phosphoric acid, dimethyl ester, ester with (E)-3-hydroxy-N-methylcrotonamide	
ویژگی ها: نقطه ذوب $54-55^{\circ}C$ ؛ فشار بخار 7×10^{-6} mmHg (۰/۰۰۰۹ Pa) در $20^{\circ}C$	
NIOSH: 0.25 mg/m ³	حدمجاز: OSHA: 0.25 mg/m ³
	ACGIH: 0.25 mg/m ³ (skin)
احتیاطات ویژه: آزودرین بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۳۲۲- آزودرین و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۲۳- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۲۴- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۲۵- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۳۲۶- محلول استوک کالبراسیون آزودرین، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد آزودرین	

را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. آلودرین در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۲۷- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۲۸- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۶۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2). نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۷۶۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۷۶۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، و ستون

- ۱۷۶۵- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۷۶۶- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۷۶۷- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۷۶۸- حمام اولتراسونیک
- ۱۷۶۹- انبرک

نمونه برداری:

- ۹۶۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۷۰- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۷۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۷۲- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۶۳۵- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۶۳۶- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۶۳۷- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۳۸-۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۸۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای آزدورین در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده ، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم آزدورین)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود(نسبت مساحت پیک آزدورین به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم آزدورین).

۵۸۱- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1 spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن

- نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۵۸۲- هنگامی که این روش را در مورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL, NIOSH REL, یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند. - لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم آزودرین بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۰۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): آزودرین - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: 240°C - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$ - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$ - زمان ماند: ۱۸/۲۷ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۱۰- مساحت پیک آزودرین و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه آزودرین واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۱۲- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آزودرین موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۱۳- محاسبه غلظت (C) آلودرین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Azinphos methyl	آزینفوز متیل
CAS: 86-50-0 RTECS: TE1925000 فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{12}N_3O_3PS_2$ وزن مولکولی: ۳۱۷/۳۲ فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=S)SCH_2(C_7H_4N_3O)$ اسامی دیگر: گوتیون؛ Phosphorodithioic acid, O,O-dimethyl S-[(4-oxo-1,2,3-benzotriazin-3(4H)-yl)methyl] ester ویژگی ها: نقطه جوش بالاتر از $200^{\circ}C$؛ نقطه ذوب $37-74^{\circ}C$؛ فشار بخار 1.44×10^{-6} mmHg در $20^{\circ}C$؛ دانسیته مایع 1.44 g/mL در $20^{\circ}C$	
OSHA: 0.2 mg/m³	حد مجاز: NIOSH: 0.2 mg/m³ ACGIH: 0.2 mg/m³ (skin)
	احتیاطات ویژه: آزینفوز متیل بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تلوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۱۳۲۹- آزینفوز متیل و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۳۰- تلوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۳۱- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۳۲- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تلوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تلوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۳۳۳- محلول استوک کالبراسیون آزینفوز متیل، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد آزینفوز متیل را در ترکیب تلوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید.

آزینفوز متیل در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۳۴- محلول spike مورد استفاده برای کالبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.
- محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۳۵- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۷۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2). نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبر گلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآمیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۷۷۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحاً لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۷۷۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، و ستون

۱۷۷۳- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۷۴- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC

۱۷۷۵- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۷۷۶- حمام اولتراسونیک

۱۷۷۷- انبرک

نمونه برداری:

۹۷۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۹۷۴- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۹۷۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۹۷۶- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۳۹- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترافلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۴۰- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۴۱- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۴۲- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲

میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۸۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای آزینفوز متیل در هر

نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم آزینفوز متیل)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک آزینفوز متیل به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم آزینفوز متیل).

۵۸۴- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۵۸۵- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولونن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
 $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)

- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم آزینفوز متیل بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

- ۶۱۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آزینفوز متیل
- جداساز: ۲ mL تولوئن / استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
- دمای تزریق: 240°C
- دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
- زمان ماند: ۴۴/۱۶ دقیقه
- گاز حامل: هلیوم
- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۱۲- مساحت پیک آزینفوز متیل و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه آزینفوز متیل واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

- ۴۱۴- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آزینفوز متیل موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.
- نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که

ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۱۵- محاسبه غلظت (C) آزینفوز متیل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

بیدرین	Bidrin
فرمول شیمیایی: $C_8H_{16}NO_5P$ وزن مولکولی: ۲۳۷/۱۹ فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=O)OC(CH_3)=CHC(=O)N(CH_3)_2$ اسامی دیگر: دیکروتوفوز؛ Phosphoric acid, 3-(dimethylamino)-1-methyl-3-oxo-1-propenyl dimethyl ester Phosphoric acid, dimethyl ester, ester with cis-3-hydroxy-N,N-dimethylcrotonamide ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $400^{\circ}C$؛ دانسیته مایع $1/216 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$	CAS: 141-66-2 RTECS: TC3850000
حد مجاز: OSHA: 0.25 mg/m^3 NIOSH: 0.25 mg/m^3 ACGIH: 0.25 mg/m^3 (skin)	
احتیاطات ویژه: بیدرین بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۳۳۶- بیدرین و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۳۷- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۳۸- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۳۹- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۳۴۰- محلول استوک کالبراسیون بیدرین، 10 mg/mL؛ محلول های استاندارد بیدرین را در	

ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. بیدرین در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۴۱- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۴۲- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۷۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورواتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایر گلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۷۷۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحاً لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورواتیلنی متخلخل

۱۷۸۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۷۸۱- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE، ویال شیشه ای نمودگیر

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۸۲- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۷۸۳- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۷۸۴- حمام اولتراسونیک

۱۷۸۵- انبرک

نمونه برداری:

۹۷۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۹۷۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که

خللی در کار ایجاد نگردد.

۹۷۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای

۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۹۸۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۴۳- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛

فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی

اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۴۴- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر

یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۴۵- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام

اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار

دهید.

۶۴۶- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۸۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای بیدرین در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم بیدرین)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک بیدرین به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم بیدرین).

۵۸۷- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با لیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول spike SS-1 آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه

دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

۵۸- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:

- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.

- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۹۰/۱۰)

برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$

که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.

$(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.

- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.

- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه

شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم بیدرین بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

- ۶۱۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بیدرین
 - جداساز: ۲ mL تلولن / استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۱۸ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۱۴- مساحت پیک بیدرین و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه بیدرین واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

۴۱۶- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) بیدرین موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را

محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۱۷- محاسبه غلظت (C) بیدرین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

پاراتیون	Parathion
فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{14}NO_5PS$ وزن مولکولی: ۲۹۱/۲۶ فرمول ساختاری: $(C_2H_5O)_2P(=S)O(C_6H_4)NO_2$ اسامی دیگر: اتیل پاراتیون؛ Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-(4-nitrophenyl) ester ویژگی ها: نقطه جوش $375^{\circ}C$؛ نقطه ذوب $6^{\circ}C$؛ فشار بخار $10^{-5} \times 78/3$ mmHg (۰/۰۰۵Pa) در $20^{\circ}C$؛ دانسیته مایع $1/26$ g/mL در $20^{\circ}C$	CAS: 56-38-2 RTECS: TF4550000
حدمجاز: NIOSH: 0.05 mg/m^3 ACGIH: 0.1 mg/m^3 (skin) OSHA: 0.1 mg/m^3	
احتیاطات ویژه: پاراتیون بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تلوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۳۴۳- پاراتیون و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۴۴- تلوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۴۵- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۴۶- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تلوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تلوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۳۴۷- محلول استوک کالیبراسیون پاراتیون، 10 mg/mL؛ محلول های استاندارد پاراتیون را در ترکیب تلوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. پاراتیون در حداقل	

۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۴۸- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰

میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک

بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۴۹- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۸۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی

۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر

ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰

بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا

فلورواتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی

اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش

عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار

موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآمیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۷۸۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورواتیلنی متخلخل

۱۷۸۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵

نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۷۸۹- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۹۰- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC

۱۷۹۱- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۷۹۲- حمام اولتراسونیک

۱۷۹۳- انبرک

نمونه برداری:

۹۸۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۹۸۲- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۹۸۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $1 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۹۸۴- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۴۷- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۴۸- 2 mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۴۹- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۵۰- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۸۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای پاراتیون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده ، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن / استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم پاراتیون)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک پاراتیون به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم پاراتیون).

۵۹۰- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن

- نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۵۹۱- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد :
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولون / استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده ، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند. - لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم پاراتیون بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۱۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): پاراتیون - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: ۲۴۰ °C - دمای آشکارساز: ۱۸۰-۲۱۵ °C - دمای ستون: ۱۰۰-۲۷۵ °C - زمان ماند: ۲۸/۹۸ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۱۶- مساحت پیک پاراتیون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه پاراتیون واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۱۸- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) پاراتیون موجود در بخش جلویی

(W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۱۹- محاسبه غلظت (C) پاراتیون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

پروفوس	Prophos
فرمول شیمیایی: $C_8H_{19}O_2PS_2$ وزن مولکولی: ۲۴۲/۳۳ فرمول ساختاری: $(C_3H_7S)_2P(=O)OC_2H_5$ اسامی دیگر: اتوپروپ ؛ Phosphorodithioic acid, O-ethyl S,S-dipropyl ester ویژگی ها: روغن؛ فشار بخار $3/5 \times 10^{-4} \text{ mmHg}$ (۰/۰۴۷ Pa) در $26^\circ C$؛ دانسیته مایع $1/094 \text{ g/mL}$ در $20^\circ C$	CAS: 13194-48-4 RTECS: TE4025000
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه: پروفوس بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۳۵۰- پروفوس و تری فیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۵۱- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۵۲- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۵۳- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۳۵۴- محلول استوک کالیراسیون پروفوس، 10 mg/mL؛ محلول های استاندارد پروفوس را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. پروفوس در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.	

۱۳۵۵- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۵۶- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۹۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبر گلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۷۹۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۷۹۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۷۹۷- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۹۸- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۷۹۹- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۸۰۰- حمام اولتراسونیک

۱۸۰۱- انبرک

نمونه برداری:

۹۸۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۹۸۶- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۹۸۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۹۸۸- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۵۱- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۵۲- 2 mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۵۳- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۵۴- ۱ تا $1/5$ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال

۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۹۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای پروفوس در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم پروفوس)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک پروفوس به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم پروفوس).

۵۹۳- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۵۹۴- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.

- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم پروفوس بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۱۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): پروفوس - جداساز: ۲ mL تولوئن / استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: 240°C - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$ - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$ - زمان ماند: ۱۷/۱۵ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۱۸- مساحت پیک پروفوس و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گرها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه پروفوس واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۲۰- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) پروفوس موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را

محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که

ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۲۱- محاسبه غلظت (C) پروفوس در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Thimet	تیمت
298-02-2 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_7H_{17}O_2PS_3$
TD9450000 : RTECS	وزن مولکولی: ۲۶۰/۳۶
	فرمول ساختاری: $(C_2H_5O)_2P(=S)SCH_2SC_2H_5$
	اسامی دیگر: فُرات ؛
	Phosphorodithioic acid, O,O-diethyl S-[(ethylthio)methyl] ester
	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $120 - 118^{\circ}C$ ؛ فشار بخار mmHg کمتر از 10^{-6} (۰/۱۱ Pa)
	در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع ۱/۱۵۶ g/mL در $20^{\circ}C$
OSHA: 0.05 mg/m ³	حد مجاز: NIOSH: 0.05 mg/m ³
	ACGIH: 0.05 mg/m ³ (skin)
	احتیاطات ویژه:
	تیمت بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۱۳۵۷- تیمت و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی
	۱۳۵۸- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش
	۱۳۵۹- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر
	۱۳۶۰- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید.
	نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.
	۱۳۶۱- محلول استوک کالبراسیون تیمت، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد تیمت را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. تیمت در حداقل

۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۶۲- محلول spike مورد استفاده برای کالبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰

میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک

بالن ژوزه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۶۳- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۰۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر

داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی

۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با

مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس

پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه

فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است.

بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار

موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۸۰۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۸۰۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، و ستون

- ۱۸۰۵- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۸۰۶- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۸۰۷- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۸۰۸- حمام اولتراسونیک
- ۱۸۰۹- انبرک

نمونه برداری:

- ۹۸۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۹۰- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۹۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۹۲- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۶۵۵- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۶۵۶- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۶۵۷- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۵۸-۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۹۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای تیمت در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولون یا محلول ۱۰/۹۰ تولون/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم تیمت)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود) نسبت مساحت پیک تیمت به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم تیمت).

۵۹۶- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1 spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن

- نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۵۹۷- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن / استون ۱۰/۹۰)
 - برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. (SS-1) $10/W =$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
 - (SS-2) $=(SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
 - سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده ، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم تیمت بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

- ۶۱۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): تیمت
 - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۱۹/۱۸ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۲۰- مساحت پیک تیمت و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه تیمت واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

- ۴۲۲- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) تیمت موجود در بخش جلویی

(W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۲۳- محاسبه غلظت (C) تیمت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

دورسبان	Dursban
فرمول شیمیایی: $C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$	CAS: 921-88-2
وزن مولکولی: ۳۵۰/۵۸	RTECS: TF6300000
فرمول ساختاری: $(C_2H_5O)_2P(=S)O(C_5HN)Cl_3$	
اسامی دیگر: کلرپرفوز؛ Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-(3,5,6-trichloro-2-pyridinyl) ester	
ویژگی ها: نقطه ذوب $42-42^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $1.07 \times 10^{-5} mmHg$ (۰/۰۰۲۵ Pa) در $25^{\circ}C$	
حدمجاز: OSHA: 0.2 mg/m ³ NIOSH: 0.2 mg/m ³ ACGIH: 0.2 mg/m ³ (skin)	
احتیاطات ویژه: دورسبان بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۳۶۴- دورسبان و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۶۵- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۶۶- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۶۷- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۳۶۸- محلول استوک کالبراسیون دورسبان، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد دورسبان را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. دورسبان در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.	

- ۱۳۶۹- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:
- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.
 - محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید
- ۱۳۷۰- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۱۸۱۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).
- نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.
- ۱۸۱۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min-۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحاً لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل
- ۱۸۱۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۸۱۳- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۱۴- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC

۱۸۱۵- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۸۱۶- حمام اولتراسونیک

۱۸۱۷- انبرک

نمونه برداری:

۹۹۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۹۹۴- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۹۹۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۹۹۶- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۵۹- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۶۰- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۶۱- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۶۲- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال

۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۹۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای دورسبان در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم دورسبان)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک دورسبان به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم دورسبان).

۵۹۹- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۰۰- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL, NIOSH REL, یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۹۰/۱۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.

- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم دورسبان بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۲۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): دورسبان - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: ۲۴۰ °C - دمای آشکارساز: ۱۸۰-۲۱۵ °C - دمای ستون: ۲۷۵-۱۰۰ °C - زمان ماند: ۲۹/۱۱ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۲۲- مساحت پیک دورسبان و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گرها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه دورسبان واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۲۴- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دورسبان موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را

محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که

ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۲۵- محاسبه غلظت (C) دورسبان در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{mg/m}^3$$

Di-Syston	دی سیستون
298-04-4 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_8H_{19}O_2PS_3$
TD9275000 : RTECS	وزن مولکولی: ۲۷۴/۳۹
	فرمول ساختاری: $(C_2H_5O)_2P(=S)S(CH_2)_2SC_2H_5$
	اسامی دیگر: دیسولفوتون؛
	Phosphorodithioic acid, O,O-diethyl S-[2-(ethylthio)ethyl] ester
	ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار 1.8×10^{-4} mmHg در $20^\circ C$ ؛ دانسیته مایع 1.144 g/mL در $20^\circ C$
OSHA: 0.1 mg/m ³	حد مجاز: NIOSH: 0.1 mg/m ³
	ACGIH: 0.1 mg/m ³ (skin)
	احتیاطات ویژه:
	دی سیستون بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۱۳۷۱- دی سیستون و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی
	۱۳۷۲- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش
	۱۳۷۳- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر
	۱۳۷۴- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید.
	نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.
	۱۳۷۵- محلول استوک کالبراسیون دی سیستون، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد دی سیستون را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. دی

سیستون در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۷۶- محلول spike مورد استفاده برای کالبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.
- محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۷۷- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۱۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآکسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۸۱۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۸۲۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای بانده عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

- ۱۸۲۱- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۸۲۲- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۸۲۳- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۸۲۴- حمام اولتراسونیک
- ۱۸۲۵- انبرک

نمونه برداری:

- ۹۹۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۹۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۹۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۱۰۰۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۶۶۳- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترا فلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۶۶۴- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۶۶۵- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۶۶- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۰۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای دی سیستون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم دی سیستون)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک دی سیستون به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم دی سیستون).

۶۰۲- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1 spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن

- نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۰۳- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۹۰/۱۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده ، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم دی سیستون بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

۶۲۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): دی سیستون
 - جداساز: ۲ mL تولوئن / استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۲۳/۰۹ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۲۴- مساحت پیک دی سیستون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه دی سیستون واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

۴۲۶- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی سیستون موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۲۷- محاسبه غلظت (C) دی سیستون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Diazinon	دiazینون
CAS: 333-41-5 RTECS: TF3325000	فرمول شیمیایی: $C_{12}H_{21}N_2O_3PS$ وزن مولکولی: ۳۰۴/۳۴ فرمول ساختاری: $(C_2H_5O)_2P(=S)O(C_4HN_2)(CH_3)CH(CH_3)_2$ اسامی دیگر: اسپکتراسید؛ Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-[6-methyl-2-(1-methylethyl)-4-pyrimidinyl] ester ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش بالاتر از $120^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $10^{-4} \times 1/4$ mmHg (۰/۰۱۹ Pa) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع ۱/۱۱۸-۱/۱۱۶ g/mL در $20^{\circ}C$
OSHA: 0.1 mg/m ³	حد مجاز: NIOSH: 0.1 mg/m ³ ACGIH: 0.1 mg/m ³ (skin)
	احتیاطات ویژه: دیازینون بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۱۳۷۸- دیازینون و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۷۹- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۸۰- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۸۱- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۳۸۲- محلول استوک کالبراسیون دیازینون، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد دیازینون را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. دیازینون در حداقل

۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۸۳- محلول spike مورد استفاده برای کالیراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.
- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۸۴- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۲۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبر گلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۸۲۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1 \text{ L/min} - 0.2$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۸۲۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، و ستون

- ۱۸۲۹- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۸۳۰- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۸۳۱- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۸۳۲- حمام اولتراسونیک
- ۱۸۳۳- انبرک

نمونه برداری:

- ۱۰۰۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۰۰۲- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۱۰۰۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۱۰۰۴- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۶۶۷- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۶۶۸- 2 mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۶۶۹- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۷۰- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۰۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای دیازینون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم دیازینون)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک دیازینون به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم دیازینون).

۶۰۵- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن

- نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۰۶- هنگامی که این روش را در مورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - در پوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند. - لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم دیازینون بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۲۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): دیازینون - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: ۲۴۰ °C - دمای آشکارساز: ۱۸۰-۲۱۵ °C - دمای ستون: ۱۰۰-۲۷۵ °C - زمان ماند: ۲۳/۳۷ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۲۶- مساحت پیک دیازینون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه دیازینون واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۲۸- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دیازینون موجود در بخش جلویی

(W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۲۹- محاسبه غلظت (C) دیازینون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Disulfoton	دیسولفوتون
CAS: 298-04-4 RTECS: TD9275000 فرمول شیمیایی: $C_8H_{19}O_2PS_3$ وزن مولکولی: ۲۷۴/۳۹ فرمول ساختاری: $(C_2H_5O)_2P(=S)S(CH_2)_2SC_2H_5$ اسامی دیگر: دی سیستون؛ Phosphorodithio1x acid, O,O-diethyl S-[2-(ethylthio)ethyl] ester ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار $1/8 \times 10^{-4}$ mmHg (۰/۰۲۴ Pa) در $20^\circ C$؛ دانسیته مایع $1/144$ g/mL در $20^\circ C$	
OSHA: 0.1 mg/m³ NIOSH: 0.1 mg/m³ ACGIH: 0.1 mg/m³ (skin)	حدمجاز:
	احتیاطات ویژه: دیسولفوتون بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۱۳۸۵- دیسولفوتون و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۸۶- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۸۷- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۸۸- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۳۸۹- محلول استوک کالیبراسیون دیسولفوتون، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد دیسولفوتون را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید.

دیسولفوتون در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۳۹۰- محلول spike مورد استفاده برای کالبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰

میلی لیتر با تولون یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولون/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولون در یک

بالن زوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۹۱- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۳۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر

داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی

۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با

مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی

تترا فلورواتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم

پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است.

بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار

موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآمیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۸۳۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورواتیلنی متخلخل

۱۸۳۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۸۳۷- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۳۸- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC

۱۸۳۹- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۸۴۰- حمام اولتراسونیک

۱۸۴۱- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۰۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۰۶- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۰۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۰۸- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۷۱- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۷۲- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۷۳- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۷۴- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۰۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای دیسولفوتون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول (۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم دیسولفوتون)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک دیسولفوتون به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم دیسولفوتون).

۶۰۸- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با یاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۰۹- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
 $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.

- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم دیسولفوتون بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۲۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): دیسولفوتون - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: 240°C - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$ - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$ - زمان ماند: ۲۳/۰۹ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۲۸- مساحت پیک دیسولفوتون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه دیسولفوتون واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۳۰- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دیسولفوتون موجود در بخش

جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۳۱- محاسبه غلظت (C) دیسولفوتون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Dyfonate	دیفونات
CAS: 944-22-9 RTECS: TA5950000	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{15}OPS_2$ وزن مولکولی: ۲۴۶/۳۲ فرمول ساختاری: $C_2H_5OP(C_2H_5)(=S)S(C_6H_5)$ اسامی دیگر: فونوفوس ؛ Ethyl phosphonodithioic acid, O-ethyl S-phenyl ester Phosphonodithioic acid, ethyl-, O-ethyl S-phenyl ester ویژگی ها: مایع؛ دانسیته ۱/۱۶ g/mL در ۲۰ °C
OSHA: 0.1 mg/m ³	NIOSH: 0.1 mg/m ³ حدمجاز: ACGIH: 0.1 mg/m ³ (skin)
احتیاطات ویژه: دیفونات بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۳۹۲- دیفونات و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۳۹۳- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۳۹۴- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۳۹۵- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۳۹۶- محلول استوک کالبراسیون دیفونات، ۱۰ mg/mL ؛ محلول های استاندارد دیفونات را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. دیفونات در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.	

۱۳۹۷- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا

۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک

بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۳۹۸- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۴۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر

داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی

۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با

مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس

پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه

فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است.

بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار

موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبر گلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۸۴۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min -۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۸۴۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۸۴۵- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۴۶- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۸۴۷- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۸۴۸- حمام اولتراسونیک

۱۸۴۹- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۰۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۱۰- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۱۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۱۲- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۷۵- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترافلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۷۶- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۷۷- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۷۸- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال

۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برجسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۱۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای دیفونات در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم دیفونات)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک دیفونات به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم دیفونات).

۶۱۱- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۱۲- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد :
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1 spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولون/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده ، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.

- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم دیفونات بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۲۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): دیفونات - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: 240°C - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$ - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$ - زمان ماند: ۲۲/۰۴ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۳۰- مساحت پیک دیفونات و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گرها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه دیفونات واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۳۲- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دیفونات موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را

محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که

ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۳۳- محاسبه غلظت (C) دیفونات در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{mg/m}^3$$

Dicrotophos	دیکروتوفوز
CAS: 141-66-2	فرمول شیمیایی: $C_8H_{16}NO_5P$
RTECS: TC3850000	وزن مولکولی: ۲۳۷/۱۹
فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=O)OC(CH_3)=CHC(=O)N(CH_3)_2$	
اسامی دیگر: بیدرین؛	
Phosphoric acid, 3-(dimethylamino)-1-methyl-3-oxo-1-propenyl dimethyl ester	
Phosphoric acid, dimethyl ester, ester with cis-3-hydroxy-N,N-dimethylcrotonamide	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $400^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع $1/216 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$	
OSHA: 0.25 mg/m^3	حدمجاز: NIOSH: 0.25 mg/m^3
ACGIH: 0.25 mg/m^3 (skin)	
احتیاطات ویژه:	
دیکروتوفوز بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۳۹۹- دیکروتوفوز و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی	
۱۴۰۰- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش	
۱۴۰۱- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر	
۱۴۰۲- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید.	
نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.	
۱۴۰۳- محلول استوک کالبراسیون دیکروتوفوز، 10 mg/mL ؛ محلول های استاندارد	

دیگروتوفوز را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید.

دیگروتوفوز در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۴۰۴- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.
- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۴۰۵- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۵۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۸۵۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۸۵۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۸۵۳- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگیر

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۵۴- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۸۵۵- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۸۵۶- حمام اولتراسونیک

۱۸۵۷- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۱۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۱۴- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که

خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۱۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای

۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۱۶- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۷۹- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛

فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم

پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۸۰- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر

یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۸۱- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام

اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر

قرار دهید.

۶۸۲- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۱۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای دیکروتوفوز در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده ، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم دیکروتوفوز)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود(نسبت مساحت پیک دیکروتوفوز به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم دیکروتوفوز).

۶۱۴- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه

دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن

نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

۶۱۵- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:

- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.

- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)

برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$

برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3 \text{، } ۱۲۰ \text{ لیتر،}$$

که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر

محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با

غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.

$(SS-2) = (SS-1) \times ۰/۱$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2)

می باشد.

- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر

مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱

محاسبه کرد.

- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول

spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه

شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم دیکروتوفوز بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

- ۶۳۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): دیکروتوفوز
 - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۱۸ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۳۲- مساحت پیک دیکروتوفوز و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه دیکروتوفوز واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

۴۳۴- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دیکروتوفوز موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۳۵- محاسبه غلظت (C) دیکروتوفوز در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Cythion	سیتیون
CAS: 121-75-5 RTECS: WM8400000	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{19}O_6PS_2$ وزن مولکولی: ۳۳۰/۳۵ فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=S)SCH[C(=O)OC_2H_5]CH_2C(=O)OC_2H_5$ اسامی دیگر: مالاتیون؛ [(Dimethoxyphosphinothioyl)thio]butanedioic acid diethyl ester Succinic acid, mercapto-, diethyl ester, S-ester with O,O-dimethylphosphorodithioate ویژگی ها: نقطه جوش $156^{\circ}C$؛ نقطه ذوب $2/9^{\circ}C$؛ فشار بخار $4 \times 10^{-5} mmHg$ (۰/۰۰۵Pa) در $30^{\circ}C$؛ دانسیته مایع $1/23 g/mL$ در $20^{\circ}C$
OSHA: $10 mg/m^3$	حدمجاز: NIOSH: $10 mg/m^3$ ACGIH: $10 mg/m^3$ (skin)
	احتیاطات ویژه: سیتیون بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۱۴۰۶- سیتیون و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۴۰۷- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۴۰۸- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۴۰۹- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.

- ۱۴۱۰- محلول استوک کالیبراسیون سیتون، 10 mg/mL ؛ محلول های استاندارد سیتون را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) $10/90$ تهیه کنید. سیتون در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.
- ۱۴۱۱- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:
- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی $10/90$ تولوئن/استون رقیق کنید.
 - محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید
- ۱۴۱۲- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۱۸۵۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش $60/20$ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).
- نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبر گلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند. ممکن است سیتون به طور کم یا نامنظم در مواجهه با فیلترهای فایبر گلاس باز یابی گردد.
- ۱۸۵۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی 1 L/min - 0.2 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۸۶۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۸۶۱- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۶۲- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۸۶۳- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۸۶۴- حمام اولتراسونیک

۱۸۶۵- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۱۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۱۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که

خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۱۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای

۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۲۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۸۳- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛

فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم

پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۸۴- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر

یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۸۵- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۸۶- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۱۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای سیتون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول (۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم سیتون)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک سیتون به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم سیتون).

۶۱۷- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
 - یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۱۸- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.

- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم سیتیون بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

- ۶۳۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): سیتیون
 - جداساز: ۲ mL تولونن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۲۸/۵۳ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۳۴- مساحت پیک سیتیون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه سیتیون واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

۴۳۶- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) سیتیون موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۳۷- محاسبه غلظت (C) سیتیون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Phorate	فُرات
298-02-2 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_7H_{17}O_2PS_3$
TD9450000 : RTECS	وزن مولکولی: ۲۶۰/۳۶
	فرمول ساختاری: $(C_2H_5O)_2P(=S)SCH_2SC_2H_5$
	اسامی دیگر: تیمت ؛
	Phosphorodithioic acid, O,O-diethyl S-[(ethylthio)methyl] ester
	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $120^{\circ}C - 118^{\circ}C$ ؛ فشار بخار mmHg کمتر از 10^{-6} (۰/۱۱ Pa)
	در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع ۱/۱۵۶ g/mL در $20^{\circ}C$
OSHA: 0.05 mg/m ³	حد مجاز: NIOSH: 0.05 mg/m ³
	ACGIH: 0.05 mg/m ³ (skin)
	احتیاطات ویژه:
	فُرات بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۱۴۱۳- فُرات و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی
	۱۴۱۴- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش
	۱۴۱۵- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر
	۱۴۱۶- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید.
	نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.
	۱۴۱۷- محلول استوک کالیبراسیون فُرات، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد فُرات را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. فُرات در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

- ۱۴۱۸- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:
- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.
 - محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید
- ۱۴۱۹- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۱۸۶۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm، با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترافلورواتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).
- نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآمیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.
- ۱۸۶۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحاً لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترافلورواتیلنی متخلخل
- ۱۸۶۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، و ستون
- ۱۸۶۹- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۷۰- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۸۷۱- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۸۷۲- حمام اولتراسونیک

۱۸۷۳- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۲۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۲۲- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که

خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۲۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای

۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۲۴- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۸۷- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛

فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم

پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۸۸- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر

یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۸۹- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام

اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار

دهید.

۶۹۰- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال

۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۱۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای فُرَات در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم فُرَات)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک فُرَات به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم فُرَات).

۶۲۰- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۲۱- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
 $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.

- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم فُرات بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۳۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): فُرات - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: ۲۴۰ °C - دمای آشکارساز: ۱۸۰-۲۱۵ °C - دمای ستون: ۱۰۰-۲۷۵ °C - زمان ماند: ۱۹/۱۸ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۳۶- مساحت پیک فُرات و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه فُرات واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۳۸- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) فُرات موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را

محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که

ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۳۹- محاسبه غلظت (C) قُرّات در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

فُسدرین	Phosdrin
فرمول شیمیایی: $C_7H_{13}O_6P$	CAS: 298-01-1
وزن مولکولی: ۲۲۴/۱۵	RTECS: GQ5250100
فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=O)OC(CH_3)=CHC(=O)OCH_3$	
اسامی دیگر: موفنفوس؛	
3-[(Dimethoxyphosphinyl)oxy]-2-butenic acid, methyl ester Crotonic acid, 3-hydroxy-, methyl ester dimethyl phosphate	
ویژگی ها: نقطه جوش $325^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $20/6^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $3 \times 10^{-3} mmHg$	
(۰/۴Pa) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع $1/25 g/mL$ در $20^{\circ}C$	
حدمجاز:	OSHA: $0.1 mg/m^3$
ACGIH: $0.1 mg/m^3$ (skin)	NIOSH: $0.1 mg/m^3$
احتیاطات ویژه:	
فُسدرین بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۴۲۰- فُسدرین و تری فیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی	
۱۴۲۱- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش	
۱۴۲۲- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر	
۱۴۲۳- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید.	
نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.	
۱۴۲۴- محلول استوک کالبراسیون فُسدرین، $10 mg/mL$ ؛ محلول های استاندارد فُسدرین را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. فُسدرین در حداقل	

۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۴۲۵- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا

۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک

بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۴۲۶- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۷۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر

داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی

۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با

مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس

پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه

فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است.

بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار

موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبر گلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۸۷۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min -۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۸۷۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

- ۱۸۷۷- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۸۷۸- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۸۷۹- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۸۸۰- حمام اولتراسونیک
- ۱۸۸۱- انبرک

نمونه برداری:

- ۱۰۲۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۰۲۶- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۱۰۲۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۱۰۲۸- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۶۹۱- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۶۹۲- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۶۹۳- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۶۹۴- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۲۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای فُسدین در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولون یا محلول ۱۰/۹۰ تولون/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم فُسدین)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود) نسبت مساحت پیک فُسدین به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم فُسدین).

۶۲۳- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن

- نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۲۴- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- (SS-2) = (SS-1) $\times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند. - لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو فُسدرین بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۳۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): فُسدرین - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: ۲۴۰ °C - دمای آشکارساز: ۱۸۰-۲۱۵ °C - دمای ستون: ۱۰۰-۲۷۵ °C - زمان ماند: ۱۰/۴۵ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۳۸- مساحت پیک فُسدرین و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه فُسدرین واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۴۰- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) فُسدرین موجود در بخش جلویی

(W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۴۱- محاسبه غلظت (C) فُسدِرین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Fenamiphos or Phenamiphos	فنامیفوس
CAS: 22224-92-6 RTECS: TB3675000 فرمول شیمیایی: $C_{13}H_{22}NO_3PS$ وزن مولکولی: ۳۰۳/۳۶ فرمول ساختاری: $(CH_3)_2CHNHP(=O)(O[C_2H_5])O(C_6H_3)(CH_3)SCH_3$ اسامی دیگر: نماکور؛ (1-Methylethyl)phosphoramidic acid, ethyl-3-methyl-4-(methylthio)phenyl ester Phosphoramidic acid, isopropyl-4-(methylthio)-m-tolyl ethyl ester ویژگی ها: نقطه جوش $^{\circ}C$ ۳۲۹؛ نقطه ذوب $^{\circ}C$ ۴۹؛ فشار بخار 9×10^{-7} mmHg (۰/۰۰۰۱۲Pa) در $^{\circ}C$ ۲۰	
OSHA: 0.1 mg/m³ NIOSH: 0.1 mg/m³ ACGIH: 0.1 mg/m³ (skin)	حدمجاز:
	احتیاطات ویژه: فنامیفوس بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۱۴۲۷- فنامیفوس و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۴۲۸- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۴۲۹- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۴۳۰- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۴۳۱- محلول استوک کالیبراسیون فنامیفوس، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد فنامیفوس

را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. فنامیفوس در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۴۳۲- محلول spike مورد استفاده برای کالبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.
- محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن زوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۴۳۳- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۸۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm، با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورواتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآمیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۸۸۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحاً لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورواتیلنی متخلخل

۱۸۸۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۸۸۵- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگیر

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۸۶- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۸۸۷- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۸۸۸- حمام اولتراسونیک

۱۸۸۹- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۲۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۳۰- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که

خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۳۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای

۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۳۲- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۹۵- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛

فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه

فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۶۹۶- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر

یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۹۷- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام

اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر

قرار دهید.

۶۹۸- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۲۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای فنمایفوس در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده ، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم فنمایفوس)، با اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود(نسبت مساحت پیک فنمایفوس به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم فنمایفوس).

۶۲۶- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه

دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

۶۲۷- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:

- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.

- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولونن/استون ۱۰/۹۰)

برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$

برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3, \text{ ۱۲۰ لیتر،}$$

که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر

محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با

غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.

$(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2)

می باشد.

- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر

مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱

محاسبه کرد.

- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول

spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه

شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم فنایمفوس بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

۶۳۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): فنایمفوس
 - جداساز: ۲ mL تولوئن / استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۳۴/۰۹ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۴۰- مساحت پیک فنایمفوس و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه فنایمفوس واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

۴۴۲- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) فنایمفوس موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه

شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که

ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۴۳- محاسبه غلظت (C) فنامیفوس در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Fonofos	فونوفوس
CAS: 944-22-9	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{15}OPS_2$
RTECS: TA5950000	وزن مولکولی: ۲۴۶/۳۲
	فرمول ساختاری: $C_2H_5OP(C_2H_5)(=S)S(C_6H_5)$
	اسامی دیگر: دیفونات؛
	Ethyl phosphonodithioic acid, O-ethyl S-phenyl ester
	Phosphonodithioic acid, ethyl-, O-ethyl S-phenyl ester
	ویژگی ها: مایع؛ دانسیته ۱/۱۶ g/mL در ۲۰ °C
OSHA: 0.1 mg/m ³	حد مجاز: NIOSH: 0.1 mg/m ³
	ACGIH: 0.1 mg/m ³ (skin)
احتیاطات ویژه: فونوفوس بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۴۳۴- فونوفوس و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۴۳۵- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۴۳۶- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۴۳۷- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۴۳۸- محلول استوک کالبراسیون فونوفوس، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد فونوفوس را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. فونوفوس در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.	

۱۴۳۹- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا

۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک

بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۴۴۰- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۹۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر

داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی

۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با

مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی

تترا فلورواتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم

پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است.

بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار

موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۸۹۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min-۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورواتیلنی متخلخل

۱۸۹۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۸۹۳- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۹۴- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۸۹۵- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۸۹۶- حمام اولتراسونیک

۱۸۹۷- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۳۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۳۴- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۳۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۳۶- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۶۹۹- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۷۰۰- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۷۰۱- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۷۰۲- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال

۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۲۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای فونوفوس در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم فونوفوس)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک فونوفوس به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم فونوفوس).

۶۲۹- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با لیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۳۰- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.

- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم فونوفوس بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۴۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): فونوفوس - جداساز: ۲ mL تولوئن / استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: ۲۴۰ °C - دمای آشکارساز: ۱۸۰-۲۱۵ °C - دمای ستون: ۱۰۰-۲۷۵ °C - زمان ماند: ۲۲/۰۴ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۴۲- مساحت پیک فونوفوس و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه فونوفوس واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۴۴- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) فونوفوس موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه

شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که

ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۴۵- محاسبه غلظت (C) فونوفوس در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

کلرپیرفوز	Chlorpyrifos
فرمول شیمیایی: $C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$	CAS: 921-88-2
وزن مولکولی: ۳۵۰/۵۸	RTECS: TF6300000
فرمول ساختاری: $(C_2H_5O)_2P(=S)O(C_5HN)Cl_3$	
اسامی دیگر: دورسبان ؛	
Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-(3,5,6-trichloro-2-pyridinyl) ester	
ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۴۲-۴۲؛ فشار بخار 10^{-5} mmHg $\times 1/87$ (Pa) ۰/۰۰۲۵ در °C ۲۵	
حدمجاز:	OSHA: 0.2 mg/m ³ NIOSH: 0.2 mg/m ³ ACGIH: 0.2 mg/m ³ (skin)
احتیاطات ویژه:	
کلرپیرفوز بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۴۴۱- کلرپیرفوز و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی	
۱۴۴۲- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش	
۱۴۴۳- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر	
۱۴۴۴- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید.	
نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.	
۱۴۴۵- محلول استوک کالیبراسیون کلرپیرفوز، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد کلرپیرفوز را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. کلرپیرفوز در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.	

۱۴۴۶- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.
- محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۴۴۷- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۹۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآمیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۸۹۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحاً لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۹۰۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، و ستون

۱۹۰۱- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۹۰۲- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۹۰۳- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۹۰۴- حمام اولتراسونیک

۱۹۰۵- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۳۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۳۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۳۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۴۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۷۰۳- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۷۰۴- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۷۰۵- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۷۰۶- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال

۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۳۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای کلرپرفوز در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم کلرپرفوز)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک کلرپرفوز به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم کلرپرفوز).

۶۳۲- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۳۳- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.

- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم کلرپرفوز بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

- ۶۴۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): کلرپرفوز
 - جداساز: ۲ mL تولوئن / استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۲۹/۱۱ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۴۴- مساحت پیک کلرپرفوز و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه کلرپرفوز واجذب شده و ایجاد

تداخل نمایند.

محاسبات:

- ۴۴۶- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کلرپرفوز موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه

شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که

ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۴۷- محاسبه غلظت (C) کلرپرفوز در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Guthion	گوتیون
CAS: 86-50-0	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{12}N_3O_3PS_2$
RTECS: TE1925000	وزن مولکولی: ۳۱۷/۳۲
	فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=S)SCH_2(C_7H_4N_3O)$
	اسامی دیگر: آزینفوز متیل ؛
Phosphorodithioic acid, O,O-dimethyl S-[(4-oxo-1,2,3-benzotriazin-3(4H)-yl)methyl] ester	
ویژگی ها: نقطه جوش بالاتر از $200^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $37-74^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $10^{-6} mmHg$	
	$1/35$ (۰/۰۰۰۱۸ Pa) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع $1/44 g/mL$ در $20^{\circ}C$
OSHA: $0.2 mg/m^3$	حد مجاز: NIOSH: $0.2 mg/m^3$
	ACGIH: $0.2 mg/m^3$ (skin)
	احتیاطات ویژه:
گوتیون بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
	مواد و محلولهای لازم:
۱۴۴۸- گوتیون و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی	
۱۴۴۹- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش	
۱۴۵۰- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر	
۱۴۵۱- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید.	
نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.	
۱۴۵۲- محلول استوک کالیبراسیون گوتیون، $10 mg/mL$ ؛ محلول های استاندارد گوتیون را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. گوتیون در حداقل ۱۰	

میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۴۵۳- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰

میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک

بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۴۵۴- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۰۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر

داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی

۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با

مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی

تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم

پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است.

بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار

موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآمیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۹۰۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min-۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۹۰۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

- ۱۹۰۹- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۹۱۰- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۹۱۱- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۹۱۲- حمام اولتراسونیک
- ۱۹۱۳- انبرک

نمونه برداری:

- ۱۰۴۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۰۴۲- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۱۰۴۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۱۰۴۴- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۷۰۷- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۷۰۸- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۷۰۹- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۷۱۰- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۳۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای گوتیون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولون یا محلول ۱۰/۹۰ تولون/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم گوتیون)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک گوتیون به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم گوتیون).

۶۳۵- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن

- نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۳۶- هنگامی که این روش را در مورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - در پوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند. - لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم گوتیون بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۴۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): گوتیون - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: ۲۴۰ °C - دمای آشکارساز: ۱۸۰-۲۱۵ °C - دمای ستون: ۱۰۰-۲۷۵ °C - زمان ماند: ۴۴/۱۶ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۴۶- مساحت پیک گوتیون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه گوتیون واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۴۸- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) گوتیون موجود در بخش جلویی

(W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۴۹- محاسبه غلظت (C) گوتیون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

مالاتیون	Malathion
فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{19}O_6PS_2$ وزن مولکولی: ۳۳۰/۳۵ فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=S)SCH[C(=O)OC_2H_5]CH_2C(=O)OC_2H_5$ اسامی دیگر: سیتیون ؛ [(Dimethoxyphosphinothioyl)thio]butanedioic acid diethyl ester Succinic acid, mercapto-, diethyl ester, S-ester with O,O-dimethylphosphorodithioate ویژگی ها: نقطه جوش $156^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $2/9^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $4 \times 10^{-5} mmHg$ ($0/005 Pa$) در $30^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع $1/23 g/mL$ در $20^{\circ}C$	CAS: 121-75-5 RTECS: WM8400000
حدمجاز: ACGIH: $10 mg/m^3$ (skin)	OSHA: $10 mg/m^3$ NIOSH: $10 mg/m^3$
احتیاطات ویژه: مالاتیون بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۴۵۵- مالاتیون و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۴۵۶- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۴۵۷- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۴۵۸- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.	

۱۴۵۹- محلول استوک کالیبراسیون مالاتیون، 10 mg/mL ؛ محلول های استاندارد مالاتیون را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) $10/90$ تهیه کنید. مالاتیون در حداقل 10 میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۴۶۰- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا 10 میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی $10/90$ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه 10 میلی لیتری رقیق کنید

۱۴۶۱- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۱۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 5 cm ، قطر خارجی 13 mm و قطر داخلی 11 mm ؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول 25 میلی متر و قطر خارجی 6 میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی 270 میلی گرم جاذب XAD-2 با مش $60/20$ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی 140 میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآکسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند. ممکن است مالاتیون به طور کم یا نامنظم در مواجهه با فیلترهای فایبرگلاس بازیابی گردد.

۱۹۱۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی 1 L/min - $0/2$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۹۱۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۹۱۷- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۹۱۸- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۹۱۹- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۹۲۰- حمام اولتراسونیک

۱۹۲۱- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۴۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۴۶- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۴۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۴۸- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۷۱۱- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛

فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه

فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۷۱۲- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر

یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۷۱۳- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۷۱۴- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۳۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای مالاتیون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولون یا محلول ۱۰/۹۰ تولون/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم مالاتیون)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک مالاتیون به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم مالاتیون).

۶۳۸- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۳۹- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولون/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
 $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.

- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با لیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم مالاتیون بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

- ۶۴۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مالاتیون
 - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $215-180^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $275-100^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۲۸/۵۳ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۴۸- مساحت پیک مالاتیون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
- مداخله گر ها:** ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه مالاتیون واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

۴۵۰- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) مالاتیون موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۵۱- محاسبه غلظت (C) مالاتیون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

مانیتور	Monitor
فرمول شیمیایی: $C_2H_8NO_2PS$ وزن مولکولی: ۱۴۱/۱۲	CAS: 10265-92-6 RTECS: TB4970000
فرمول ساختاری: $CH_3OP(=O)(NH_2)SCH_3$ اسامی دیگر: متامیدوفوس ؛ Phosphoramidothioic acid, O,S-dimethyl ester ویژگی ها: نقطه ذوب $54^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $3 \times 10^{-4} mmHg$ (۰/۰۴ Pa) در $30^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع $1.31 g/mL$ در $20^{\circ}C$	
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه: مانیتور بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۴۶۲- مانیتور و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۴۶۳- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۴۶۴- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۴۶۵- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۴۶۶- محلول استوک کالیبراسیون مانیتور، $10 mg/mL$ ؛ محلول های استاندارد مانیتور را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. مانیتور در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد. ۱۴۶۷- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر	

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا

۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک

بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۴۶۸- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۲۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر

داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی

۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با

مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس

پلی تترا فلورواتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه

فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است.

بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار

موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۹۲۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورواتیلنی متخلخل

۱۹۲۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۹۲۵- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

- ۱۹۲۶- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۹۲۷- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۹۲۸- حمام اولتراسونیک
- ۱۹۲۹- انبرک

نمونه برداری:

- ۱۰۴۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۰۵۰- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۱۰۵۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۱۰۵۲- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۷۱۵- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۷۱۶- 2 mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۷۱۷- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.
- ۷۱۸- ۱ تا $1/5$ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را

برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۴۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای مانیتور در هر نمونه

پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن / استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم مانیتور)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک مانیتور به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم مانیتور).

۶۴۱- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۴۲- هنگامی که این روش را در مورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
 که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- (SS-2) = (SS-1) $\times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)

- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم مانیتور بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۴۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): مانیتور - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: 240°C - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$ - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$ - زمان ماند: ۵/۱۲ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۵۰- مساحت پیک مانیتور و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه مانیتور واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۵۲- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) مانیتور موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۵۳- محاسبه غلظت (C) مانیتور در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{mg/m}^3$$

Methamidophos	متامیدوفوس
CAS: 10265-92-6 RTECS: TB4970000	فرمول شیمیایی: $C_2H_8NO_2PS$ وزن مولکولی: ۱۴۱/۱۲
فرمول ساختاری: $CH_3OP(=O)(NH_2)SCH_3$ اسامی دیگر: مانیتور؛ Phosphoramidothioic acid, O,S-dimethyl ester ویژگی ها: نقطه ذوب $54^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $3 \times 10^{-4} mmHg$ ($0.04 Pa$) در $30^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع $1.31 g/mL$ در $20^{\circ}C$	
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه: متامیدوفوس بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۴۶۹- متامیدوفوس و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۴۷۰- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۴۷۱- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۴۷۲- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۴۷۳- محلول استوک کالیبراسیون متامیدوفوس، $10 mg/mL$ ؛ محلول های استاندارد متامیدوفوس را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. متامیدوفوس در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد. ۱۴۷۴- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر	

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.
 - محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید
- ۱۴۷۵- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۳۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۹۳۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحاً لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۹۳۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، و ستون

۱۹۳۳- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۹۳۴- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۹۳۵- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۹۳۶- حمام اولتراسونیک

۱۹۳۷- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۵۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۵۴- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۵۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۵۶- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۷۱۹- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۷۲۰- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۷۲۱- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۷۲۲- تا ۱ تا $1/5$ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را

برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۴۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای متامیدوفوس در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن / استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم متامیدوفوس)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک متامیدوفوس به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم متامیدوفوس).

۶۴۴- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۴۵- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
- محلول SS-1 spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
 برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.
- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)

- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم متامیدوفوس بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۵۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): متامیدوفوس - جداساز: ۲ mL تولوئن / استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: ۲۴۰ °C - دمای آشکارساز: ۱۸۰-۲۱۵ °C - دمای ستون: ۱۰۰-۲۷۵ °C - زمان ماند: ۵/۱۲ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۵۲- مساحت پیک متامیدوفوس و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه متامیدوفوس واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۵۴- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متامیدوفوس موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه

شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که

ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۵۵- محاسبه غلظت (C) متامیدوفوس در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Methyl parathion	متیل پاراتیون
CAS: 298-00-0 RTECS: TG0175000 فرمول شیمیایی: $C_8H_{10}NO_5PS$ وزن مولکولی: ۲۶۳/۲ فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=S)O(C_6H_4)NO_2$ اسامی دیگر: پاراتیون متیل؛ Phosphorothioic acid, O,O-dimethyl O-(4-nitrophenyl) ester ویژگی ها: نقطه ذوب $37-38^{\circ}C$؛ فشار بخار $1/5 \times 10^{-6} mmHg$ ($0/0002 Pa$) در $20^{\circ}C$؛ دانسیته مایع $1/44 g/mL$ در $20^{\circ}C$	
OSHA: $0.2 mg/m^3$	حدمجاز: NIOSH: $0.2 mg/m^3$ ACGIH: $0.2 mg/m^3$ (skin)
احتیاطات ویژه: متیل پاراتیون بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۴۷۶- متیل پاراتیون و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۴۷۷- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۴۷۸- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۴۷۹- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۴۸۰- محلول استوک کالیراسیون متیل پاراتیون، $10 mg/mL$؛ محلول های استاندارد متیل پاراتیون را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی $10/90 (V/V)$ تهیه کنید.	

متیل پاراتیون در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۴۸۱- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰

میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک

بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۴۸۲- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۳۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر

داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی

۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با

مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس

پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه

فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است.

بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار

موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبر گلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفو کسیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۹۳۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۹۴۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

- ۱۹۴۱- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۹۴۲- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۹۴۳- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۹۴۴- حمام اولتراسونیک
- ۱۹۴۵- انبرک

نمونه برداری:

- ۱۰۵۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۰۵۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۱۰۵۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۱۰۶۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۷۲۳- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۷۲۴- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۷۲۵- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۷۲۶- ۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۴۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای متیل پاراتیون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولون یا محلول ۱۰/۹۰ تولون/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم متیل پاراتیون)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک متیل پاراتیون به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم متیل پاراتیون).

۶۴۷- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن

- نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۴۸- هنگامی که این روش را در مورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند. - لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم متیل پاراتیون بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۵۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): متیل پاراتیون - جداساز: ۲ mL تولونن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: 240°C - دمای آشکارساز: $215-180^{\circ}\text{C}$ - دمای ستون: $275-100^{\circ}\text{C}$ - زمان ماند: ۲۵/۳۷ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۵۴- مساحت پیک متیل پاراتیون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه متیل پاراتیون واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

۴۵۶- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متیل پاراتیون موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۵۷- محاسبه غلظت (C) متیل پاراتیون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

Monocrotophos	مونوکروتوفوس
CAS: 919-44-8	فرمول شیمیایی: $C_7H_{14}NO_5P$
RTECS: TC4981100	وزن مولکولی: ۲۲۳/۱۷
	فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=O)OC(CH_3)=CHC(=O)NHCH_3$
	اسامی دیگر: آزودرین؛ Phosphoric acid, dimethyl [1-methyl-3-(methylamino)-3-oxo-1-propenyl] ester Phosphoric acid, dimethyl ester, ester with (E)-3-hydroxy-N-methylcrotonamide
	ویژگی ها: نقطه ذوب $55-54^{\circ}C$ ؛ فشار بخار 7×10^{-6} mmHg (Pa) در $20^{\circ}C$
OSHA: 0.25 mg/m ³	حدمجاز: NIOSH: 0.25 mg/m ³ ACGIH: 0.25 mg/m ³ (skin)
	احتیاطات ویژه: مونوکروتوفوس بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۱۴۸۳- مونوکروتوفوس و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۴۸۴- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۴۸۵- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۴۸۶- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید. ۱۴۸۷- محلول استوک کالیبراسیون مونوکروتوفوس، ۱۰ mg/mL؛ محلول های استاندارد

مونوکروتوفوس را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید.
 مونوکروتوفوس در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.
 ۱۴۸۸- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:
 - محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.
 - محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید
 ۱۴۸۹- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۴۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآمیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۹۴۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحاً لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل
 ۱۹۴۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۹۴۹- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۹۵۰- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به

دستگاه GC

۱۹۵۱- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری

۱۹۵۲- حمام اولتراسونیک

۱۹۵۳- انبرک

نمونه برداری:

۱۰۶۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۶۲- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.

۱۰۶۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۶۴- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۷۲۷- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.

۷۲۸- 2 mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۷۲۹- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر

قرار دهید.

۷۳۰-۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۴۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای مونوکروتوفوس در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول ۱۰/۹۰ تولوئن/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم مونوکروتوفوس)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک مونوکروتوفوس به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم مونوکروتوفوس).

۶۵۰- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه

دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.

- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

۶۵۱- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:

- OSHA PEL، NIOSH REL یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.

- محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولونن/استون ۱۰/۹۰)

برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،

$$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$

برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،

$$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$

که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.

$(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.

- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.

- درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱

ارائه شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
- لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی)
- توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم مونوکروتوفوس بازیافت شده ترسیم کنید.
- ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد

اندازه گیری:

۶۵۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مونوکروتوفوس
 - جداساز: ۲ mL تولوئن / استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰
 - دمای تزریق: 240°C
 - دمای آشکارساز: $180-215^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $100-275^{\circ}\text{C}$
 - زمان ماند: ۱۸/۲۷ دقیقه
 - گاز حامل: هلیوم
 - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۵۶- مساحت پیک مونوکروتوفوس و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه مونوکروتوفوس واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.

محاسبات:

۴۵۸- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) مونوکروتوفوس موجود در بخش

جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۵۹- محاسبه غلظت (C) مونوکروئوفوس در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

مِوینفوس	Mevinphos
فرمول شیمیایی: $C_7H_{13}O_6P$	CAS: 298-01-1
وزن مولکولی: ۲۲۴/۱۵	RTECS: GQ5250100
فرمول ساختاری: $(CH_3O)_2P(=O)OC(CH_3)=CHC(=O)OCH_3$	
اسامی دیگر: فُسدرین؛	
3-[(Dimethoxyphosphinyl)oxy]-2-butenic acid, methyl ester Crotonic acid, 3-hydroxy-, methyl ester dimethyl phosphate	
ویژگی ها: نقطه جوش $325^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $20/6^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $3 \times 10^{-3} mmHg$	
(۰/۴Pa) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته مایع $1/25 g/mL$ در $20^{\circ}C$	
حدمجاز:	OSHA: $0.1 mg/m^3$ NIOSH: $0.1 mg/m^3$
ACGIH: $0.1 mg/m^3 (skin)$	
احتیاطات ویژه:	
مِوینفوس بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۴۹۰- مِوینفوس و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی	
۱۴۹۱- تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش	
۱۴۹۲- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر	
۱۴۹۳- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید.	
نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.	
۱۴۹۴- محلول استوک کالبراسیون مِوینفوس، $10 mg/mL$ ؛ محلول های استاندارد مِوینفوس را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. مِوینفوس در	

حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۴۹۵- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر

از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰

میلی لیتر با تولون یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولون/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولون در یک

بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۴۹۶- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد

نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۵۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر

داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی

۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با

مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس

پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه

فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است.

بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار

موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبر گلاس می باشند. به هر حال این

لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفر آمیدها و سولفوکسیدها) خیلی خوب

عمل نمی کنند.

۱۹۵۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min -۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

۱۹۵۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری

۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون

- ۱۹۵۷- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۹۵۸- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۹۵۹- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۹۶۰- حمام اولتراسونیک
- ۱۹۶۱- انبرک

نمونه برداری:

- ۱۰۶۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۰۶۶- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۱۰۶۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۱۰۶۸- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۷۳۱- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۷۳۲- ۲ mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۷۳۳- ۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۷۳۴-۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۵۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای مونیفوس در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولون یا محلول ۱۰/۹۰ تولون/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم مونیفوس)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود) نسبت مساحت پیک مونیفوس به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم مونیفوس).

۶۵۳- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن

- نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۵۴- هنگامی که این روش را در مورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL, NIOSH REL یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $10/W = (SS-1)$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند. - لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم مِوینفوس بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۵۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): مِوینفوس - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: ۲۴۰ °C - دمای آشکارساز: ۱۸۰-۲۱۵ °C - دمای ستون: ۱۰۰-۲۷۵ °C - زمان ماند: ۱۰/۴۵ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۵۸- مساحت پیک مِوینفوس و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه مِوینفوس واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۶۰- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) مِوینفوس موجود در بخش

جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۶۱- محاسبه غلظت (C) موینفوس در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

نِماکور	Nemacur
CAS: 22224-92-6 RTECS: TB3675000 فرمول شیمیایی: $C_{13}H_{22}NO_3PS$ وزن مولکولی: ۳۰۳/۳۶ فرمول ساختاری: $(CH_3)_2CHNHP(=O)(O[C_2H_5])O(C_6H_3)(CH_3)SCH_3$ اسامی دیگر: فنامیفوس ؛ (1-Methylethyl)phosphoramidic acid, ethyl-3-methyl-4-(methylthio)phenyl ester Phosphoramidic acid, isopropyl-4-(methylthio)-m-tolyl ethyl ester ویژگی ها: نقطه جوش $329^{\circ}C$؛ نقطه ذوب $49^{\circ}C$؛ فشار بخار $9 \times 10^{-7} mmHg$ ($0.00012 Pa$) در $20^{\circ}C$	حدمجاز: OSHA: $0.1 mg/m^3$ NIOSH: $0.1 mg/m^3$ ACGIH: $0.1 mg/m^3 (skin)$ احتیاطات ویژه: نِماکور بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تلولن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید. مواد و محلولهای لازم: ۱۴۹۷- نِماکور و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی ۱۴۹۸- تلولن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش ۱۴۹۹- استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر ۱۵۰۰- محلول واجذب، ۵۰ میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و آن را با تلولن به حجم برسانید. نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، ۱ میلی لیتر محلول ۵ میلی گرم بر میلی لیتر

تری فنیل فسفات در تولوئن را به ۵۰۰ میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.

۱۵۰۱- محلول استوک کالیبراسیون نِماکور، ۱۰ mg/mL ؛ محلول های استاندارد نِماکور را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ تهیه کنید. نِماکور در حداقل ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.

۱۵۰۲- محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:

- محلول SS-1spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول ۱ را تا ۱۰ میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی ۱۰/۹۰ تولوئن/استون رقیق کنید.

- محلول SS-2spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری رقیق کنید

۱۵۰۳- گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن (اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۶۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵ cm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول ۲۵ میلی متر و قطر خارجی ۶ میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۶۰/۲۰ بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورو اتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).
نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبر گلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوآمیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.

۱۹۶۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحاً لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورو اتیلنی متخلخل

- ۱۹۶۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری ۵۲۵ نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۹۶۵- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۹۶۶- سرنگ های ۵، ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
- ۱۹۶۷- بالن ژوژه ۲، ۱۰ و ۵۰۰ میلی لیتری
- ۱۹۶۸- حمام اولتراسونیک
- ۱۹۶۹- انبرک

نمونه برداری:

- ۱۰۶۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۰۷۰- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۱۰۷۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 1 L/min - 0.2 برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۲۴۰ لیتر انجام دهید.
- ۱۰۷۲- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۷۳۵- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۷۳۶- 2 mL حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۷۳۷-۳۰ دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع ۱۵ میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت ۱ ساعت در یک شیکر قرار دهید.

۷۳۸-۱ تا ۱/۵ میلی لیتر از محتوی هر ویال ۴ میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال ۲ میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۵۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای نماکور در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول ۱۱) را در یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، ۲ میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده، آن را تا ۲ میلی لیتر توسط تولون یا محلول ۱۰/۹۰ تولون/ استون رقیق کنید.

- یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم نماکور)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود (نسبت مساحت پیک نماکور به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم نماکور).

۶۵۶- نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.

- درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با ۳۰ میکرولیتر از محلول SS-1spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل ۱ ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت

- پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
- یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ نمونه برداری).
- ۶۵۷- هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد:
- OSHA PEL، NIOSH REL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
 - محلول SS-1spike را آماده کنید. (به جدول ۱ مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به ۱۰ میلی لیتر تولوئن/استون ۱۰/۹۰)
- برای REL بزرگتر از ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲ لیتر)،
- $$W = REL \times 4 \text{ m}^3$$
- برای REL کوچکتر مساوی ۱ میلی گرم بر متر مکعب (با فرض حجم کل ۱۲۰ لیتر)،
- $$W = REL \times 40 \text{ m}^3$$
- که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی است. $(SS-1) = 10/W$ میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.
- $(SS-2) = (SS-1) \times 0.1$ که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.
- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20، بخش دوم جدول ۱ محاسبه کرد.
 - درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش ۱ جدول ۱ ارائه شده، استفاده کنید.

- درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند. - لوله ها را برای آنالیز آماده کنید (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) - توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری) - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم نِماکُور بازیافت شده ترسیم کنید. - ملاک جداسازی قابل قبول برای ۶ استاندارد بالاتر از ۷۵٪ با انحراف معیار کوچکتر مساوی ۹٪ می باشد
اندازه گیری: ۶۵۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید. - آنالیت (ماده مورد تجزیه): نِماکُور - جداساز: ۲ mL تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) ۱۰/۹۰ - دمای تزریق: ۲۴۰ °C - دمای آشکارساز: ۱۸۰-۲۱۵ °C - دمای ستون: ۱۰۰-۲۷۵ °C - زمان ماند: ۳۴/۰۹ دقیقه - گاز حامل: هلیوم - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۶۶۰- مساحت پیک نِماکُور و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
مداخله گر ها: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه نِماکُور واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند.
محاسبات: ۴۶۲- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نِماکُور موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۶۳- محاسبه غلظت (C) نِماکُور در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

ب-۶- سایر آئروسول های آلی

Azelaic Acid	آزلایک اسید
CAS: 123-99-9	فرمول شیمیایی: $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
RTECS: CM1980000	وزن مولکولی: ۱۸۸/۲۵
اسامی مترادف: nonanedionic acid، ۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیک اسید، لپارگیلیک اسید	
ویژگی ها: جامد، دانسیته $1/225 \text{ g/ml}$ در 25°C ، نقطه ذوب 5°C ، نقطه جوش 360°C (تجزیه)	
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه: پیریدین ممکن است موجب آسیب به سیستم عصبی مرکزی و تحریک پوست و مجاری تنفسی می شود. کار با آن باید در زیر هود مخصوص فیوم انجام گیرد.	
مواد و محلولهای لازم: ۱- این، اُبیس (تری متیل سیلیل) تری فلئورو-استامید (BSTFA) حاوی ۱٪ تری متیل کلروسیلان (TMCS) که می توان آن را از توزیع کننده محصولات کروماتوگرافی تهیه کرد. نکته: در دسیکاتور نگهداری شود. ۲- پیریدین، گرید خلوص طیفی ۳- اتانول، گرید خلوص طیفی ۴- آزلایک اسید، با بالاترین خلوص موجود است. ۵- هلیوم، تصفیه شده ۶- هیدروژن، تصفیه شده ۷- هوا، با درجه خلوص صفر	

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۱- نمونه بردار: فیلتر غشایی PVC، با پورسایز $5\text{ }\mu\text{m}$ ، و قطر 37 میلی متر؛ در کاست نگهدارنده فیلتر نگهداری شود.
- ۲- پمپ نمونه بردار فردی، $1-3\text{ L/min}$ ، با لوله رابط قابل انعطاف
- ۳- گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای - یونی، رسم کننده نمودار و ستون
- ۴- کوره خلا و هیتر
- ۵- بالانس کننده تجزیه، 0.01 mg
- ۶- حمام آب گرم، 70°C
- ۷- ویال های شیشه ای 20 میلی لیتری، با درپوش پیچ دار PTFE
- ۸- پیپت های 1 تا 5 میلی لیتری
- ۹- سرنگ های 10 میکرولیتری
- ۱۰- انبرک، کاردک کوچک، برگه های توزین

نمونه برداری:

- ۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $1-3\text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای 200 تا 1000 لیتر انجام دهید.
- ۳- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۱- فیلتر را توسط انبرک از هولدر برداشته و به ویال شیشه ای منتقل کنید. فیلتر را به آرامی به انتهای ویال هل دهید.
 - ۲- توسط پیپت 5 میلی لیتر اتانول را به داخل ویال انتقال داده و درپوش آن را ببندید.
 - ۳- ویال را به مدت 20 دقیقه در حمام آب گرم با دمای 70°C قرار داده و هر 5 دقیقه یکبار آن را تکان دهید.
- نکته: استفاده از حمام اولتراسونیک توصیه نمی شود، زیرا موجب انحلال فیلتر را

PVC می شود.

- ۴- فیلتر را توسط انبرک طوری بالا بیاورید که بالاتر از سطح اتانول در داخل ویال قرار گیرد. فیلتر را ۱۰ بار و هر بار توسط ۱ میلی لیتر اتانول شستشو داده سپس آن را دور بیندازید.
- ۵- ویال را در کوره خلا یا هیتر با دمای ۴۵ تا ۵۰ درجه سانتیگراد قرار دهید و محتوی آن را تبخیر کنید تا خشک شود.
- ۶- استخراج کنید
 - ۱ میلی لیتر پیریدین به ویال اضافه کرده تا قسمت باقیمانده را حل کنید.
 - ۱ میلی لیتر ترکیب BSTFA به ویال اضافه کرده و آن را به مدت ۱ دقیقه تکان دهید.
 نکته: از کار کردن در محیط مرطوب خودداری کنید، زیرا آب باعث تجزیه شدن معرف تری متیل سیلیل و مواد استخراج شده می شود.
- در پوش ویال را گذاشته و آن را به مدت ۲۰ دقیقه در حمام آب گرم با دمای 70°C قرار دهید. هر ۵ دقیقه یکبار ویال را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۱۰ میلی گرم از آزلایک اسید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
 - مقادیر مشخصی از آزلایک اسید را وزن کرده و به ویال های علامت گذاری شده که حاوی ۵ میلی لیتر اتانول می باشند، اضافه کنید.
 - محتوی ویال ها تبخیر و سپس استخراج کنید (مراحل ۵ و ۶ آماده سازی)
 - نمونه ها و شاهد را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم آزلایک اسید)
 نکته: اگر آزلایک اسید ۱۰۰٪ خالص نبود، قبل از ترسیم منحنی کالیبراسیون جرم استانداردهای آزلایک اسید را اصلاح کنید.
- ۲- میزان بازیافت آزلایک اسید از فیلتر PVC را حداقل یکبار برای هر تعداد از فیلتر مورد استفاده محاسبه کنید.
 - مقادیر مختلفی از آزلایک اسید را وزن کنید، طوری که گستره غلظت مورد نظر ما را

پوشش دهد. سپس آن را به فیلترهای PVC در ویال های شیشه ای اضافه کنید.

- همانند مراحل ۲ تا ۶ آماده سازی و ۱ و ۲ اندازه گیری عمل کنید.

اندازه گیری:

- ۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به آن تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بیس (تری متیل سیلیل) استر از آزلائیک اسید
- جداساز: ۵ mL اتانول؛ ۲۰ دقیقه در دمای °C ۷۰ تبخیر شده تا خشک شود، سپس توسط پیریدین استخراج شده و مجدداً حل می شود
- استخراج: BSTFA/TMCS در پیریدین
- دمای تزریق: °C ۲۵۰
- دمای آشکارساز: °C ۲۵۰
- دمای ستون: °C ۲۵۰-۹۰؛ °C/min ۶ یا °C ۲۰۰ هم دما
- حجم تزریق: ۱ μL
- گاز حامل: هلیوم، ۳۹ mL/min
- ستون: ۶٪ متیل سیلیکون به همراه کروموزورب ۶۰ یا ۸۰ مش (WAW DMCS)، با قطر داخلی ۲ mm
- ۲- بعد از هر تزریق مساحت زیر پیک را تعیین کرده و میانگین آن را محاسبه کنید.
- نکته: روزانه فلز های سفیدرنگی را که بر روی آشکارساز شعله ای - یونی جمع شده اند حذف کنید.

مداخله گر ها:

رطوبت هم معرف تری متیل سیلیل و هم موادی را که با آن استخراج شده اند، تجزیه می کند.

محاسبات:

- ۱- جرم آزلائیک اسید جمع آوری شده بر روی فیلتر اصلی (W) و شاهد (B) را بر حسب mg توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.
- ۲- محاسبه غلظت (C) آزلائیک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{W - B}{V} \times 10^3, mg/m^3$$

benzidine	بنزیدین
CAS: 92-87-5 RTECS: DC9625000	فرمول شیمیایی: $(C_6H_4NH_2)_2$ وزن مولکولی: ۱۸۴/۲۳
اسامی مترادف: [۱،۱-بی فنیل]-۴،۴-دی آمین؛ پارا-دی آمینودی فنیل ویژگی ها: جامد؛ نقطه ذوب °C ۱۲۷؛ نقطه جوش °C ۴۰۰	
OSHA: carcinogen	NIOSH: carcinogen ACGIH: carcinogen (skin)
احتیاطات ویژه: بنزیدین سرطانزای انسانی است و می تواند از طریق پوست جذب شود. احتیاطات لازم را بکار گیرید تا از آلوده شدن محیط و افراد جلوگیری شود.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۵۰۴- متانول؛ خلوص HPLC ۱۵۰۵- تری اتیل آمین ۱۵۰۶- آب مقطر دیونیزه ۱۵۰۷- بنزیدین ۱۵۰۸- حلال: ۱۷٪ حجمی تری اتیل آمین در متانول؛ ۱۷۰ میکرولیتر تری اتیل آمین را با متانول به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. ۱۵۰۹- محلول استوک کالیراسیون، ۵۰/۵ $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ؛ ۵۰ میلی گرم بنزیدین را در ۱۰۰ میلی لیتر حلال حل کنید. ۱۵۱۰- محلول استوک بازیافت، ۵۰/۵ $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ؛ ۵۰ میلی گرم بنزیدین را در ۱۰۰ میلی لیتر متانول حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۹۷۰- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس، ۱۳ میلی متری، نوع AE (Gelman یا انواع مشابه)، در فیلتر هولدر ۱۳ میلی متری (Gelman, swinney یا انواع مشابه) ۱۹۷۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	

۱۹۷۲- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده

نمودار، وستون

۱۹۷۳- لوله آزمایش، ۱ میلی لیتری، با مهار کننده پلی اتیلنی

۱۹۷۴- سرنگ های ۱۰ و ۲۵ میکرولیتری، با درجه بندی ۰/۱ میکرو لیتری

۱۹۷۵- پیست ۰/۵ و ۵ میلی لیتری، با درجه بندی ۰/۱ میلی لیتری

۱۹۷۶- بالن ژوژه ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۹۷۷- دستگاه سانتریفیوژ

۱۹۷۸- تکاننده (Shaker) لوله آزمایش، از نوع Vortex

نمونه برداری:

۱۰۷۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۰۷۴- نمونه برداری را در دبی بین ۰/۲ L/min برای عبور حجم هوای ۲۰ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

۱۰۷۵- درپوش نمونه بردار را ببندید.

۱۰۷۶- نمونه را در دمای °C ۱۵- نگهداری کرده و انتقال دهید.

آماده سازی:

۷۳۹- فیلتر فایبرگلاس را در یک لوله آزمایش قرار دهید.

۷۴۰- ۰/۵ میلی لیتر حلال به لوله آزمایش انتقال دهید. لوله آزمایش را پوشانده و آن را توسط

تکاننده لوله آزمایش تکان دهید.

۷۴۱- به مدت ۱ ساعت نمونه ها را رها کرده و متناوباً آن را تکان دهید.

۷۴۲- هر نمونه را به مدت ۱۰ دقیقه سانتریفیوژ کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۵۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۰/۲ تا ۷ میکروگرم بنزیدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری انتقال داده و با حلال به حجم برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم بنزیدین).
- ۶۵۹- میزان بازیافت (R) را حداقل سالی یکبار برای فیلتر ها تعیین کنید. ۴ فیلتر در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید.
- فیلتر های نمونه را در لوله های آزمایش جداگانه قرار دهید
 - بخشی از محلول استوک بازیافت را مستقیما به فیلتر تزریق کنید.
 - درپوش لوله های آزمایش را گذاشته و بگذارید به مدت ۱ شب بماند.
 - محلول را آماده کرده (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - نموداری از میزان بازیافت در برابر μg بنزیدین بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۶۰- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۶۶۱- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنزیدین
 - جداسازی: ۰/۵ میلی لیتر، تری اتیل آمین در متانول (۱۷٪ حجمی)
 - حجم تزریق: ۱۰ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۲۵۴ نانومتر)
 - فاز متحرک: متانول (۶۰٪) / آب (۴۰٪)
 - ستون: $\mu\text{Bondapak C}_{18}$

نکته: در صورت وجود آنیلین از ستون Waters Radial Pak A (C_{18}) استفاده کنید.

۶۶۲- بخشی از نمونه را به HPLC تزریق کنید.

۶۶۳- مساحت پیک را بدست آورید.

مداخله گر ها: آنیلین در آنالیز بنزیدین ایجاد تداخل می کند، ولی می توان آن را حذف کرد.

محاسبات:

۴۶۴- جرم برحسب μg بنزیدین موجود در فیلتر نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۴۶۵- با استفاده از فرمول زیر غلظت بنزیدین (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

p-diaminodiphenyl	پارا-دی آمینودی فنیل
CAS: 92-87-5 RTECS: DC9625000	فرمول شیمیایی: $(C_6H_4NH_2)_2$ وزن مولکولی: ۱۸۴/۲۳ اسامی مترادف: [۱،۱-بی فنیل]-۴،۴-دی آمین؛ بنزیدین ویژگی ها: جامد؛ نقطه ذوب °C ۱۲۷؛ نقطه جوش °C ۴۰۰
OSHA: carcinogen	NIOSH: carcinogen ACGIH: carcinogen (skin) حدمجاز:
احتیاطات ویژه: پارا-دی آمینودی فنیل سرطانزای انسانی است و می تواند از طریق پوست جذب شود. احتیاطات لازم را بکار گیرید تا از آلوده شدن محیط و افراد جلوگیری شود.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۵۱۱- متانول؛ خلوص HPLC ۱۵۱۲- تری اتیل آمین ۱۵۱۳- آب مقطر دیونیزه ۱۵۱۴- پارا-دی آمینودی فنیل ۱۵۱۵- حلال: ۱۷٪ حجمی تری اتیل آمین در متانول ؛ ۱۷۰ میکرولیتر تری اتیل آمین را با متانول به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. ۱۵۱۶- محلول استوک کالبراسیون، ۰/۵ μg/μL ؛ ۵۰ میلی گرم پارا-دی آمینودی فنیل را در ۱۰۰ میلی لیتر حلال حل کنید. ۱۵۱۷- محلول استوک بازیافت، ۰/۵ μg/μL ؛ ۵۰ میلی گرم پارا-دی آمینودی فنیل را در ۱۰۰ میلی لیتر متانول حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۹۷۹- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس، ۱۳ میلی متری، نوع AE (Gelman یا انواع مشابه)، در فیلتر هولدر ۱۳ میلی متری (Gelman,swinney یا انواع مشابه)	

۱۹۸۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی 0.2 L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ۱۹۸۱- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون ۱۹۸۲- لوله آزمایش، ۱ میلی لیتری، با مهار کننده پلی اتیلنی ۱۹۸۳- سرنگ های ۱۰ و ۲۵ میکرولیتری، با درجه بندی 0.1 میکرو لیتری ۱۹۸۴- پیپت 0.5 و ۵ میلی لیتری، با درجه بندی 0.1 میلی لیتری ۱۹۸۵- بالن ژوژه ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری ۱۹۸۶- دستگاه سانتریفیوژ ۱۹۸۷- تکاننده (Shaker) لوله آزمایش، از نوع Vortex
نمونه برداری: ۱۰۷۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۱۰۷۸- نمونه برداری را در دبی بین 0.2 L/min برای عبور حجم هوای ۲۰ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید. ۱۰۷۹- درپوش نمونه بردار را ببندید. ۱۰۸۰- نمونه را در دمای 15°C - نگهداری کرده و انتقال دهید.
آماده سازی: ۷۴۳- فیلتر فایبر گلاس را در یک لوله آزمایش قرار دهید. ۷۴۴- 0.5 میلی لیتر حلال به لوله آزمایش انتقال دهید. لوله آزمایش را پوشانده و آن را توسط تکاننده لوله آزمایش تکان دهید. ۷۴۵- به مدت ۱ ساعت نمونه ها را رها کرده و متناوباً آن را تکان دهید. ۷۴۶- هر نمونه را به مدت ۱۰ دقیقه سانتریفیوژ کنید.
کالیبراسیون و کنترل کیفی: ۶۶۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره 0.2 تا ۷ میکرو گرم پارا-دی آمینودی فنیل را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری انتقال داده و با حلال به حجم برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم پارا-دی آمینودی فنیل).
- ۶۶۲- میزان بازیافت (R) را حداقل سالی یکبار برای فیلتر ها تعیین کنید. ۴ فیلتر در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید.
- فیلتر های نمونه را در لوله های آزمایش جداگانه قرار دهید
- بخشی از محلول استوک بازیافت را مستقیما به فیلتر تزریق کنید.
- درپوش لوله های آزمایش را گذاشته و بگذارید به مدت ۱ شب بماند.
- محلول را آماده کرده (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg پارا-دی آمینودی فنیل بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۶۳- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۶۶۴- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): پارا-دی آمینودی فنیل
- جداسازی: ۰/۵ میلی لیتر، تری اتیل آمین در متانول (۱۷٪ حجمی)
- حجم تزریق: ۱۰ میکرولیتر
- آشکارساز: UV (۲۵۴ نانومتر)
- فاز متحرک: متانول (۶۰٪) / آب (۴۰٪)
- ستون: $\mu\text{Bondapak C}_{18}$
- نکته: در صورت وجود آتیلین از ستون Waters Radial Pak A (C_{18}) استفاده کنید.
- ۶۶۵- بخشی از نمونه را به HPLC تزریق کنید.
- ۶۶۶- مساحت پیک را بدست آورید.

مداخله گرها: آنالیز در آنالیز پارا-دی آمینودی فنیل ایجاد تداخل می کند، ولی می توان آن را حذف کرد.

محاسبات:

۴۶۶- جرم بر حسب μg پارا-دی آمینودی فنیل موجود در فیلتر نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۴۶۷- با استفاده از فرمول زیر غلظت پارا-دی آمینودی فنیل (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

دوده استیلنی	acetylene black
فرمول شیمیایی: C	CA: 1333-86-4
وزن مولکولی: ۱۲/۰۱	RTEC: FF5800000
اسامی مترادف: دوده؛ کربن آمورف؛ دوده کوره؛ دوده چراغ	
ویژگی ها: جامد؛ ممکن است حاوی هیدروکربن های چند هسته ای آروماتیک باشد	
حدمجاز:	OSHA: 3.5 mg/m ³
	NIOSH: 3.5 mg/m ³ , 0.1 mg/m ³ (in presence of PAHs)
	ACGIH: 3.5 mg/m ³
احتیاطات ویژه: دوده استیلنی حاوی هیدروکربن های چند هسته ای آروماتیک (مواد قابل استخراج توسط سیکلو هگزان) بیش از ۰/۱٪ وزنی، مظنون به سرطانزایی است.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۵۱۸- نمونه بردار: فیلتر پلی وینیل کلراید (PVC) غشایی؛ با قطر ۳۷ میلی متر و پورسایز ۵ μm به همراه هولدر فیلتر کاست و صفحه پشتیبان ۳۷ میلی لیتری از جنس فولاد ضدزنگ	
۱۵۱۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min - ۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	
۱۵۲۰- خنثی ساز (به عنوان مثال Po-210)، ۹ ماه پس از تولید تعویض شود	
۱۵۲۱- ترازو، قادر به توزین ۰/۰۰۱ میلی گرم	
۱۵۲۲- انبرک؛ ترجیحا نایلونی	
۱۵۲۳- اتاق تعادل محیطی (به عنوان مثال ۱ °C ± ۲۰ و ۵۰ ± ٪ رطوبت نسبی)	
نمونه برداری:	
۱۰۸۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.	
۱۰۸۲- قبل از نمونه برداری فیلتر را به مدت ۱ ساعت در اتاق تعادل محیطی قرار دهید. سپس آن را توزین کرده و در فیلتر هولدر قرار داده و توسط لوله های رابط به پمپ نمونه بردار وصل کنید.	

۱۰۸۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $2-1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای 30 تا 570 لیتر انجام دهید. اجازه ندهید بار فیلتر بیش از 2 میلی گرم شود. 2 تا 4 بار نمونه برداری را تکرار کنید.
آماده سازی: ۷۴۷- برای کاهش آلودگی سطح خارجی کاست فیلتر را توسط دستمال کاغذی مرطوب تمیز کنید. سپس دستمال کاغذی را دور بیندازید. ۷۴۸- درپوش کاست فیلتر را برداشته و به مدت 2 ساعت آن را در اتاق تعادل قرار دهید. ۷۴۹- پوشش کاست را برداشته و برای جلوگیری از ریزش نمونه به آرامی فیلتر را بردارید. نکته: اگر فیلتر به بالای کاست چسبید، توسط لبه ی کارد به آرامی آن را جدا کنید. مراقب باشید آسیبی به فیلتر نرسد.
کالیبراسیون و کنترل کیفی: ۱- قبل از توزین ترازو را صفر کنید. برای توزین اولیه و ثانویه فیلترها از یک ترازو استفاده کنید. ترازو را بر طبق استاندارد ASTM Class 1 یا استاندارد Class S-1.1 موسسه ملی استاندارد و تکنولوژی کالیبره کنید. ۲- نمونه های تکراری باید در معرض همان محیطی قرار گیرند که نمونه های اصلی قرار گرفته اند. نمونه های کنترل کیفی باید با همان تجهیزات، روش و افراد مورد استفاده در تهیه نمونه های اصلی آماده شوند. انحراف استاندارد نسبی بدست آمده از این نمونه ها را ثبت کنید.
اندازه گیری: ۶۶۷- فیلترهای نمونه و شاهد را توزین کنید. وزن ثانویه فیلترها (W_2) را بر حسب میلی گرم ثبت کنید. هر موردی را در مورد فیلتر ثبت کنید (مانند باراضافه، نشی، رطوبت و پارگی فیلتر).
مداخله گرها: از آنجایی که روش مورد استفاده گراویمتری است، وجود سایر ذرات در هوای نمونه برداری شده ممکن است تداخل مثبت ایجاد کند.
محاسبات: ۴۶۸- محاسبه غلظت (C) دوده استیلنی در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_2 - W_1) - (B_2 - B_1) \cdot 10^3}{V}, \text{mg/m}^3$$

W_1 : وزن اولیه فیلتر نمونه (قبل از نمونه برداری) بر حسب mg

W_2 : وزن ثانویه فیلتر نمونه (بعد از نمونه برداری) بر حسب mg

B_1 : وزن اولیه فیلتر شاهد (قبل از نمونه برداری) بر حسب mg

B_2 : وزن ثانویه فیلتر شاهد (بعد از نمونه برداری) بر حسب mg

V : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

دوده چراغ	lamp black
فرمول شیمیایی: C	CAS : 1333-86-4
وزن مولکولی: ۱۲/۰۱	RTECS : FF5800000
اسامی مترادف: دوده ؛ کربن آمورف؛ دوده کوره؛ دوده استیلنی	
ویژگی ها: جامد؛ ممکن است حاوی هیدروکربن های چند هسته ای آروماتیک باشد	
حدمجاز:	OSHA: 3.5 mg/m ³
	NIOSH: 3.5 mg/m ³ , 0.1 mg/m ³ (in presence of PAHs)
	ACGIH: 3.5 mg/m ³
احتیاطات ویژه: دوده چراغ حاوی هیدروکربن های چند هسته ای آروماتیک (مواد قابل استخراج توسط سیکلوهاگزان) بیش از ۰/۱٪ وزنی، مظنون به سرطانزایی است.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۵۲۴- نمونه بردار: فیلتر پلی وینیل کلراید (PVC) غشایی؛ با قطر ۳۷ میلی متر و پورسایز ۵ μm به همراه هولدر فیلتر کاست و صفحه پشتیبان ۳۷ میلی لیتری از جنس فولاد ضدزنگ	
۱۵۲۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱-۲ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	
۱۵۲۶- خنثی ساز (به عنوان مثال Po-210)، ۹ ماه پس از تولید تعویض شود	
۱۵۲۷- ترازو، قادر به توزین ۰/۰۰۱ میلی گرم	
۱۵۲۸- انبرک؛ ترجیحا نایلونی	
۱۵۲۹- اتاق تعادل محیطی (به عنوان مثال °C ۱ ± ۲۰ و ۵ ± ۵۰٪ رطوبت نسبی)	
نمونه برداری:	
۱۰۸۴- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.	
۱۰۸۵- قبل از نمونه برداری فیلتر را به مدت ۱ ساعت در اتاق تعادل محیطی قرار دهید. سپس آن را توزین کرده و در فیلتر هولدر قرار داده و توسط لوله های رابط به پمپ نمونه بردار وصل کنید.	
۱۰۸۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱-۲ L/min برای عبور حجم هوای	

۳۰ تا ۵۷۰ لیتر انجام دهید. اجازه ندهید بار فیلتر بیش از ۲ میلی گرم شود. ۲ تا ۴ بار نمونه برداری را تکرار کنید.

آماده سازی:

۷۵۰- برای کاهش آلودگی سطح خارجی کاست فیلتر را توسط دستمال کاغذی مرطوب تمیز کنید. سپس دستمال کاغذی را دور بیندازید.

۷۵۱- درپوش کاست فیلتر را برداشته و به مدت ۲ ساعت آن را در اتاق تعادل قرار دهید.

۷۵۲- پوشش کاست را برداشته و برای جلوگیری از ریزش نمونه به آرامی فیلتر را بردارید.

نکته: اگر فیلتر به بالای کاست چسبید، توسط لبه ی کارد به آرامی آن را جدا کنید. مراقب باشید آسیبی به فیلتر نرسد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۳- قبل از توزین ترازو را صفر کنید. برای توزین اولیه و ثانویه فیلترها از یک ترازو استفاده کنید. ترازو را بر طبق استاندارد ASTM Class 1 یا استاندارد Class S-1.1 موسسه ملی استاندارد و تکنولوژی کالیبره کنید.

۴- نمونه های تکراری باید در معرض همان محیطی قرار گیرند که نمونه های اصلی قرار گرفته اند. نمونه های کنترل کیفی باید با همان تجهیزات ، روش و افراد مورد استفاده در تهیه نمونه های اصلی آماده شوند. انحراف استاندارد نسبی بدست آمده از این نمونه ها را ثبت کنید.

اندازه گیری:

۶۶۸- فیلترهای نمونه و شاهد را توزین کنید. وزن ثانویه فیلترها (W_2) را بر حسب میلی گرم ثبت کنید. هر موردی را در مورد فیلتر ثبت کنید (مانند باراضافه، نشتی، رطوبت و پارگی فیلتر).

مداخله گر ها: از آنجایی که روش مورد استفاده گراویمتری است، وجود سایر ذرات در هوای نمونه برداری شده ممکن است تداخل مثبت ایجاد کند.

محاسبات:

۴۶۹- محاسبه غلظت (C) دوده چراغ در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_2 - W_1) - (B_2 - B_1) \cdot 10^3}{V}, \text{mg/m}^3$$

W_1 : وزن اولیه فیلتر نمونه (قبل از نمونه برداری) بر حسب mg

W_2 : وزن ثانویه فیلتر نمونه (بعد از نمونه برداری) بر حسب mg

B_1 : وزن اولیه فیلتر شاهد (قبل از نمونه برداری) بر حسب mg

B_2 : وزن ثانویه فیلتر شاهد (بعد از نمونه برداری) بر حسب mg

V : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

furnace black	دوده کوره
CAS: 1333-86-4	فرمول شیمیایی: C
RTECS: FF5800000	وزن مولکولی: ۱۲/۰۱
اسامی مترادف: دوده ؛ کربن آمورف؛ دوده استیلنی؛ دوده چراغ ویژگی ها: جامد؛ ممکن است حاوی هیدروکربن های چند هسته ای آروماتیک باشد	
OSHA: 3.5 mg/m ³ NIOSH: 3.5 mg/m ³ , 0.1 mg/m ³ (in presence of PAHs)	حدمجاز: ACGIH: 3.5 mg/m ³
احتیاطات ویژه: دوده کوره حاوی هیدروکربن های چند هسته ای آروماتیک (مواد قابل استخراج توسط سیکلوهگزان) بیش از ۰/۱٪ وزنی، مظنون به سرطانزایی است.	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۵۳۰- نمونه بردار: فیلتر پلی وینیل کلراید (PVC) غشایی؛ با قطر ۳۷ میلی متر و پورسایز ۵ μm به همراه هولدر فیلتر کاست و صفحه پشتیبان ۳۷ میلی لیتری از جنس فولاد ضدزنگ ۱۵۳۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱-۲ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ۱۵۳۲- خنثی ساز (به عنوان مثال Po-210)، ۹ ماه پس از تولید تعویض شود ۱۵۳۳- ترازو، قادر به توزین ۰/۰۰۱ میلی گرم ۱۵۳۴- انبرک؛ ترجیحا نایلونی ۱۵۳۵- اتاق تعادل محیطی (به عنوان مثال ۱ °C ± ۲۰ و ۵۰ ± ٪ رطوبت نسبی)	
نمونه برداری: ۱۰۸۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۱۰۸۸- قبل از نمونه برداری فیلتر را به مدت ۱ ساعت در اتاق تعادل محیطی قرار دهید. سپس آن را توزین کرده و در فیلتر هولدر قرار داده و توسط لوله های رابط به پمپ نمونه بردار وصل کنید. ۱۰۸۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱-۲ L/min برای عبور حجم هوای	

۳۰ تا ۵۷۰ لیتر انجام دهید. اجازه ندهید بار فیلتر بیش از ۲ میلی گرم شود. ۲ تا ۴ بار نمونه برداری را تکرار کنید.
آماده سازی: ۷۵۳- برای کاهش آلودگی سطح خارجی کاست فیلتر را توسط دستمال کاغذی مرطوب تمیز کنید. سپس دستمال کاغذی را دور بیندازید. ۷۵۴- درپوش کاست فیلتر را برداشته و به مدت ۲ ساعت آن را در اتاق تعادل قرار دهید. ۷۵۵- پوشش کاست را برداشته و برای جلوگیری از ریزش نمونه به آرامی فیلتر را بردارید. نکته: اگر فیلتر به بالای کاست چسبید، توسط لبه ی کارد به آرامی آن را جدا کنید. مراقب باشید آسیبی به فیلتر نرسد.
کالیبراسیون و کنترل کیفی: ۵- قبل از توزین ترازو را صفر کنید. برای توزین اولیه و ثانویه فیلترها از یک ترازو استفاده کنید. ترازو را بر طبق استاندارد ASTM Class 1 یا استاندارد Class S-1.1 موسسه ملی استاندارد و تکنولوژی کالیبره کنید. ۶- نمونه های تکراری باید در معرض همان محیطی قرار گیرند که نمونه های اصلی قرار گرفته اند. نمونه های کنترل کیفی باید با همان تجهیزات، روش و افراد مورد استفاده در تهیه نمونه های اصلی آماده شوند. انحراف استاندارد نسبی بدست آمده از این نمونه ها را ثبت کنید.
اندازه گیری: ۶۶۹- فیلترهای نمونه و شاهد را توزین کنید. وزن ثانویه فیلترها (W_2) را بر حسب میلی گرم ثبت کنید. هر موردی را در مورد فیلتر ثبت کنید (مانند باراضافه، نشی، رطوبت و پارگی فیلتر).
مداخله گرها: از آنجایی که روش مورد استفاده گراویمتری است، وجود سایر ذرات در هوای نمونه برداری شده ممکن است تداخل مثبت ایجاد کند.
محاسبات: ۴۷۰- محاسبه غلظت (C) دوده کوره در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_2 - W_1) - (B_2 - B_1) \cdot 10^3}{V}, \text{mg/m}^3$$

W_1 : وزن اولیه فیلتر نمونه (قبل از نمونه برداری) بر حسب mg

W_2 : وزن ثانویه فیلتر نمونه (بعد از نمونه برداری) بر حسب mg

B_1 : وزن اولیه فیلتر شاهد (قبل از نمونه برداری) بر حسب mg

B_2 : وزن ثانویه فیلتر شاهد (بعد از نمونه برداری) بر حسب mg

V : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

دوده	carbon black
فرمول شیمیایی: C	CAS: 1333-86-4
وزن مولکولی: ۱۲/۰۱	RTECS: FF5800000
اسامی مترادف: دوده استیلنی؛ کربن آمورف؛ دوده کوره؛ دوده چراغ	
ویژگی ها: جامد؛ ممکن است حاوی هیدروکربن های چند هسته ای آروماتیک باشد	
حدمجاز:	OSHA: 3.5 mg/m ³
	NIOSH: 3.5 mg/m ³ , 0.1 mg/m ³ (in presence of PAHs)
	ACGIH: 3.5 mg/m ³
احتیاطات ویژه: دوده حاوی هیدروکربن های چند هسته ای آروماتیک (مواد قابل استخراج توسط سیکلوهگزان) بیش از ۰/۱٪ وزنی، مظنون به سرطانزایی است.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۵۳۶- نمونه بردار: فیلتر پلی وینیل کلراید (PVC) غشایی؛ با قطر ۳۷ میلی متر و پورسایز ۵ μm	
به همراه هولدر فیلتر کاست و صفحه پشتیبان ۳۷ میلی لیتری از جنس فولاد ضدزنگ	
۱۵۳۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۲-۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	
۱۵۳۸- خنثی ساز (به عنوان مثال Po-210)، ۹ ماه پس از تولید تعویض شود	
۱۵۳۹- ترازو، قادر به توزین ۰/۰۰۱ میلی گرم	
۱۵۴۰- انبرک؛ ترجیحا نایلونی	
۱۵۴۱- اتاق تعادل محیطی (به عنوان مثال °C ۱ ± ۲۰ و ۵ ± ۵۰٪ رطوبت نسبی)	
نمونه برداری:	
۱۰۹۰- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.	
۱۰۹۱- قبل از نمونه برداری فیلتر را به مدت ۱ ساعت در اتاق تعادل محیطی قرار دهید. سپس آن را توزین کرده و در فیلتر هولدر قرار داده و توسط لوله های رابط به پمپ نمونه بردار وصل کنید.	
۱۰۹۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min ۲-۱ برای عبور حجم هوای	

۳۰ تا ۵۷۰ لیتر انجام دهید. اجازه ندهید بار فیلتر بیش از ۲ میلی گرم شود. ۲ تا ۴ بار نمونه برداری را تکرار کنید.

آماده سازی:

۷۵۶- برای کاهش آلودگی سطح خارجی کاست فیلتر را توسط دستمال کاغذی مرطوب تمیز کنید. سپس دستمال کاغذی را دور بیندازید.

۷۵۷- درپوش کاست فیلتر را برداشته و به مدت ۲ ساعت آن را در اتاق تعادل قرار دهید.

۷۵۸- پوشش کاست را برداشته و برای جلوگیری از ریزش نمونه به آرامی فیلتر را بردارید.

نکته: اگر فیلتر به بالای کاست چسبید، توسط لبه ی کارد به آرامی آن را جدا کنید. مراقب باشید آسیبی به فیلتر نرسد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷- قبل از توزین ترازو را صفر کنید. برای توزین اولیه و ثانویه فیلترها از یک ترازو استفاده کنید. ترازو را بر طبق استاندارد ASTM Class 1 یا استاندارد Class S-1.1 موسسه ملی استاندارد و تکنولوژی کالیبره کنید.

۸- نمونه های تکراری باید در معرض همان محیطی قرار گیرند که نمونه های اصلی قرار گرفته اند. نمونه های کنترل کیفی باید با همان تجهیزات ، روش و افراد مورد استفاده در تهیه نمونه های اصلی آماده شوند. انحراف استاندارد نسبی بدست آمده از این نمونه ها را ثبت کنید.

اندازه گیری:

۶۷۰- فیلترهای نمونه و شاهد را توزین کنید. وزن ثانویه فیلترها (W_2) را بر حسب میلی گرم ثبت کنید. هر موردی را در مورد فیلتر ثبت کنید (مانند باراضافه، نشتی، رطوبت و پارگی فیلتر).

مداخله گر ها: از آنجایی که روش مورد استفاده گراویمتری است، وجود سایر ذرات در هوای نمونه برداری شده ممکن است تداخل مثبت ایجاد کند.

محاسبات:

۴۷۱- محاسبه غلظت (C) دوده در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_2 - W_1) - (B_2 - B_1) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

W_1 : وزن اولیه فیلتر نمونه (قبل از نمونه برداری) بر حسب mg

W_2 : وزن ثانویه فیلتر نمونه (بعد از نمونه برداری) بر حسب mg

B_1 : وزن اولیه فیلتر شاهد (قبل از نمونه برداری) بر حسب mg

B_2 : وزن ثانویه فیلتر شاهد (بعد از نمونه برداری) بر حسب mg

V : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

3,3-dichlorobenzidine	۳،۳-دی کلروبنزیدین
CAS: 91-94-1 RTECS: DD0525000	فرمول شیمیایی: $(C_6H_3ClNH_2)_2$ وزن مولکولی: ۲۵۵/۱۳ اسامی مترادف: ۳،۳-دی کلرو[۱،۱-بی فنیل]-۴،۴-دی آمین ویژگی ها: جامد؛ نقطه ذوب ۱۳۲ C
OSHA: carcinogen	NIOSH: carcinogen ACGIH: carcinogen (skin)
احتیاطات ویژه: ۳،۳-دی کلروبنزیدین سرطانزا است. احتیاطات لازم را بکار گیرید تا از آلوده شدن محیط و افراد جلوگیری شود.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۵۴۲- متانول؛ خلوص HPLC ۱۵۴۳- استونیتریل؛ خلوص HPLC ۱۵۴۴- تری اتیل آمین ۱۵۴۵- آب مقطر دیونیزه ۱۵۴۶- ۳،۳-دی کلروبنزیدین ۱۵۴۷- حلال: ۱۷٪ حجمی تری اتیل آمین در متانول؛ ۱۷۰ میکرولیتر تری اتیل آمین را با متانول به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. ۱۵۴۸- محلول استوک کالبراسیون، $0.5 \mu g/\mu L$ ؛ ۵۰ میلی گرم ۳،۳-دی کلروبنزیدین را در ۱۰۰ میلی لیتر حلال حل کنید. ۱۵۴۹- محلول استوک بازیافت، $0.5 \mu g/\mu L$ ؛ ۵۰ میلی گرم ۳،۳-دی کلروبنزیدین را در ۱۰۰ میلی لیتر متانول حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۹۸۸- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس، ۱۳ میلی متری، نوع AE (Gelman یا انواع مشابه)، در فیلتر هولدر ۱۳ میلی متری (Gelman، swinney یا انواع مشابه)	

۱۹۸۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی 0.2 L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
 ۱۹۹۰- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده
 نمودار، و ستون

۱۹۹۱- لوله آزمایش، ۱ میلی لیتری، با مهار کننده پلی اتیلنی
 ۱۹۹۲- سرنگ های ۱۰ و ۲۵ میکرولیتری، با درجه بندی 0.1 میکرو لیتری
 ۱۹۹۳- پیپت 0.5 و ۵ میلی لیتری، با درجه بندی 0.1 میلی لیتری
 ۱۹۹۴- بالن ژوژه ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۹۹۵- دستگاه ساترifiوژ

۱۹۹۶- تکاننده (Shaker) لوله آزمایش، از نوع Vortex

نمونه برداری:

۱۰۹۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک
 نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
 ۱۰۹۴- نمونه برداری را در دبی بین 0.2 L/min برای عبور حجم هوای ۲۰ تا ۱۰۰ لیتر انجام
 دهید.

۱۰۹۵- درپوش نمونه بردار را ببندید.

۱۰۹۶- نمونه را در دمای اتاق نگهداری کرده و انتقال دهید.

آماده سازی:

۷۵۹- فیلتر فایبر گلاس را در یک لوله آزمایش قرار دهید.
 ۷۶۰- 0.5 میلی لیتر حلال به لوله آزمایش انتقال دهید. لوله آزمایش را پوشانده و آن را توسط
 تکاننده لوله آزمایش تکان دهید.
 ۷۶۱- به مدت ۱ ساعت نمونه ها را رها کرده و متناوباً آن را تکان دهید.
 ۷۶۲- هر نمونه را به مدت ۱۰ دقیقه ساترifiوژ کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۶۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۰/۲ تا ۷ میکروگرم ۳،۳-دی کلروبنزیدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری انتقال داده و با حلال به حجم برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم ۳،۳-دی کلروبنزیدین).
- ۶۶۵- میزان بازیافت (R) را حداقل سالی یکبار برای فیلتر ها تعیین کنید. ۴ فیلتر در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید.
- فیلتر های نمونه را در لوله های آزمایش جداگانه قرار دهید
 - بخشی از محلول استوک بازیافت را مستقیما به فیلتر تزریق کنید.
 - درپوش لوله های آزمایش را گذاشته و بگذارید به مدت ۱ شب بماند.
 - محلول را آماده کرده (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - نموداری از میزان بازیافت در برابر $3,3\text{-}\mu\text{g}$ دی کلروبنزیدین بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۶۶- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۶۷۱- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۳،۳-دی کلروبنزیدین
 - جداسازی: ۰/۵ میلی لیتر، تری اتیل آمین در متانول (۱۷٪ حجمی)
 - حجم تزریق: ۱۵ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۲۵۴ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۷۰٪) / آب (۳۰٪)
 - ستون: $\mu\text{Bondapak C}_{18}$

۶۷۲- بخشی از نمونه را به HPLC تزریق کنید.

۶۷۳- مساحت پیک را بدست آورید.

مداخله گرها: ۴،۴-متیلن بیس (۲-کلروآنیلین) در آنالیز ۳،۳-دی کلروبنزیدین تداخل ایجاد می کند.

محاسبات:

۴۷۲- جرم بر حسب μg ۳،۳-دی کلروبنزیدین موجود در فیلتر نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۴۷۳- با استفاده از فرمول زیر غلظت ۳،۳-دی کلروبنزیدین (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

کربن آمورف	amorphous carbon
فرمول شیمیایی: C	CA: 1333-86-4
وزن مولکولی: ۱۲/۰۱	RTEC: FF5800000
اسامی مترادف: دوده؛ دوده استیلنی؛ دوده کوره؛ دوده چراغ	
ویژگی ها: جامد؛ ممکن است حاوی هیدروکربن های چند هسته ای آروماتیک باشد	
حدمجاز:	OSHA: 3.5 mg/m ³ NIOSH: 3.5 mg/m ³ , 0.1 mg/m ³ (in presence of PAHs) ACGIH: 3.5 mg/m ³
احتیاطات ویژه:	کربن آمورف حاوی هیدروکربن های چند هسته ای آروماتیک (مواد قابل استخراج توسط سیکلو هگزان) بیش از ۰/۱٪ وزنی، مظنون به سرطانزایی است.
وسایل و تجهیزات لازم:	۱۵۵۰- نمونه بردار: فیلتر پلی وینیل کلراید (PVC) غشایی؛ با قطر ۳۷ میلی متر و پورسایز ۵ μm به همراه هولدر فیلتر کاست و صفحه پشتیبان ۳۷ میلی لیتری از جنس فولاد ضدزنگ ۱۵۵۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱-۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ۱۵۵۲- خنثی ساز (به عنوان مثال Po-210)، ۹ ماه پس از تولید تعویض شود ۱۵۵۳- ترازو، قادر به توزین ۰/۰۰۱ میلی گرم ۱۵۵۴- انبرک؛ ترجیحا نایلونی ۱۵۵۵- اتاق تعادل محیطی (به عنوان مثال ۱°C ± ۲۰ و ۵۰٪ ± ۵۰٪ رطوبت نسبی)
نمونه برداری:	۱۰۹۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۱۰۹۸- قبل از نمونه برداری فیلتر را به مدت ۱ ساعت در اتاق تعادل محیطی قرار دهید. سپس آن را توزین کرده و در فیلتر هولدر قرار داده و توسط لوله های رابط به پمپ نمونه بردار وصل کنید. ۱۰۹۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱-۲ L/min برای عبور حجم هوای

۳۰ تا ۵۷۰ لیتر انجام دهید. اجازه ندهید بار فیلتر بیش از ۲ میلی گرم شود. ۲ تا ۴ بار نمونه برداری را تکرار کنید.
آماده سازی: ۷۶۳- برای کاهش آلودگی سطح خارجی کاست فیلتر را توسط دستمال کاغذی مرطوب تمیز کنید. سپس دستمال کاغذی را دور بیندازید. ۷۶۴- درپوش کاست فیلتر را برداشته و به مدت ۲ ساعت آن را در اتاق تعادل قرار دهید. ۷۶۵- پوشش کاست را برداشته و برای جلوگیری از ریزش نمونه به آرامی فیلتر را بردارید. نکته: اگر فیلتر به بالای کاست چسبید، توسط لوله ی کارد به آرامی آن را جدا کنید. مراقب باشید آسیبی به فیلتر نرسد.
کالیبراسیون و کنترل کیفی: ۹- قبل از توزین ترازو را صفر کنید. برای توزین اولیه و ثانویه فیلترها از یک ترازو استفاده کنید. ترازو را بر طبق استاندارد ASTM Class 1 یا استاندارد Class S-1.1 موسسه ملی استاندارد و تکنولوژی کالیبره کنید. ۱۰- نمونه های تکراری باید در معرض همان محیطی قرار گیرند که نمونه های اصلی قرار گرفته اند. نمونه های کنترل کیفی باید با همان تجهیزات، روش و افراد مورد استفاده در تهیه نمونه های اصلی آماده شوند. انحراف استاندارد نسبی بدست آمده از این نمونه ها را ثبت کنید.
اندازه گیری: ۶۷۴- فیلترهای نمونه و شاهد را توزین کنید. وزن ثانویه فیلترها (W_2) را بر حسب میلی گرم ثبت کنید. هر موردی را در مورد فیلتر ثبت کنید (مانند باراضافه، نشتی، رطوبت و پارگی فیلتر).
مداخله گرها: از آنجایی که روش مورد استفاده گراویمتری است، وجود سایر ذرات در هوای نمونه برداری شده ممکن است تداخل مثبت ایجاد کند.
محاسبات: ۴۷۴- محاسبه غلظت (C) کربن آمورف در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_2 - W_1) - (B_2 - B_1) \cdot 10^3}{V}, \text{mg/m}^3$$

W_1 : وزن اولیه فیلتر نمونه (قبل از نمونه برداری) بر حسب mg

W_2 : وزن ثانویه فیلتر نمونه (بعد از نمونه برداری) بر حسب mg

B_1 : وزن اولیه فیلتر شاهد (قبل از نمونه برداری) بر حسب mg

B_2 : وزن ثانویه فیلتر شاهد (بعد از نمونه برداری) بر حسب mg

V : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

lepargylic acid	لپار گیلیک اسید
123-99-9: CAS	فرمول شیمیایی: $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
CM1980000: RTECS	وزن مولکولی: ۱۸۸/۲۵
اسامی مترادف: nonanedionic acid، ۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیک اسید، آزلائیک اسید	
ویژگی ها: جامد، دانسیته $1/225 \text{ g/ml}$ در 25°C ، نقطه ذوب 5°C ، نقطه جوش $<360^\circ\text{C}$ (تجزیه)	
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه:	
پیریدین ممکن است موجب آسیب به سیستم عصبی مرکزی و تحریک پوست و مجاری تنفسی می شود. کار با آن باید در زیر هود مخصوص فیوم انجام گیرد.	
مواد و محلولهای لازم:	
۸- اِن، اُ بیس (تری متیل سیلیل) تری فلئورو-استامید (BSTFA) حاوی ۱٪ تری متیل کلروسیلان (TMCS) که می توان آن را از توزیع کننده محصولات کروماتوگرافی تهیه کرد.	
نکته: در دسیکاتور نگهداری شود.	
۹- پیریدین، گرید خلوص طیفی	
۱۰- اتانول، گرید خلوص طیفی	
۱۱- لپار گیلیک اسید، با بالاترین خلوص موجود است.	
۱۲- هلیوم، تصفیه شده	
۱۳- هیدروژن، تصفیه شده	
۱۴- هوا، با درجه خلوص صفر	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۱- نمونه بردار: فیلتر غشایی PVC، با پورسایز $5 \mu\text{m}$ ، و قطر 37 میلی متر؛ در کاست	

نگهدارنده فیلتر نگهداری شود.

- ۱۲- پمپ نمونه بردار فردی، $1-3 \text{ L/min}$ ، با لوله رابط قابل انعطاف
- ۱۳- گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای - یونی، رسم کننده نمودار و ستون
- ۱۴- کوره خلا و هیتز
- ۱۵- بالانس کننده تجزیه، 0.01 mg
- ۱۶- حمام آب گرم، 70°C
- ۱۷- ویال های شیشه ای 20 میلی لیتری، با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۸- پیپت های 1 تا 5 میلی لیتری
- ۱۹- سرنگ های 10 میکرولیتری
- ۲۰- انبرک، کاردک کوچک، برگه های توزین

نمونه برداری:

- ۴- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $1-3 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای 200 تا 1000 لیتر انجام دهید.
- ۶- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۷- فیلتر را توسط انبرک از هولدر برداشته و به ویال شیشه ای منتقل کنید. فیلتر را به آرامی به انتهای ویال هل دهید.
- ۸- توسط پیپت 5 میلی لیتر اتانول را به داخل ویال انتقال داده و درپوش آن را ببندید.
- ۹- ویال را به مدت 20 دقیقه در حمام آب گرم با دمای 70°C قرار داده و هر 5 دقیقه یکبار آن را تکان دهید.
- نکته: استفاده از حمام اولتراسونیک توصیه نمی شود، زیرا موجب انحلال فیلتر PVC می شود.
- ۱۰- فیلتر را توسط انبرک طوری بالا بیاورید که بالاتر از سطح اتانول در داخل ویال قرار گیرد.

فیلتر را ۱۰ بار و هر بار توسط ۱ میلی لیتر اتانول شستشو داده سپس آن را دور بیندازید.

۱۱- ویال را در کوره خلا یا هیتر با دمای ۴۵ تا ۵۰ درجه سانتیگراد قرار دهید و محتوی آن را تبخیر کنید تا خشک شود.

۱۲- استخراج کنید

- ۱ میلی لیتر پیریدین به ویال اضافه کرده تا قسمت باقیمانده را حل کنید.
- ۱ میلی لیتر ترکیب BSTFA به ویال اضافه کرده و آن را به مدت ۱ دقیقه تکان دهید.
- نکته: از کار کردن در محیط مرطوب خودداری کنید، زیرا آب باعث تجزیه شدن معرف تری متیل سیلیل و مواد استخراج شده می شود.
- درپوش ویال را گذاشته و آن را به مدت ۲۰ دقیقه در حمام آب گرم با دمای 70°C قرار دهید. هر ۵ دقیقه یکبار ویال را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۱۰ میلی گرم از لپارگیلیک اسید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقادیر مشخصی از لپارگیلیک اسید را وزن کرده و به ویال های علامت گذاری شده که حاوی ۵ میلی لیتر اتانول می باشند، اضافه کنید.
- محتوی ویال ها تبخیر و سپس استخراج کنید (مراحل ۵ و ۶ آماده سازی)
- نمونه ها و شاهد را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم لپارگیلیک اسید)
- نکته: اگر لپارگیلیک اسید ۱۰۰٪ خالص نبود، قبل از ترسیم منحنی کالیبراسیون جرم استانداردهای لپارگیلیک اسید را اصلاح کنید.
- ۴- میزان بازیافت لپارگیلیک اسید از فیلتر PVC را حداقل یکبار برای هر تعداد از فیلتر مورد استفاده محاسبه کنید.
- مقادیر مختلفی از لپارگیلیک اسید را وزن کنید، طوری که گستره غلظت مورد نظر ما را پوشش دهد. سپس آن را به فیلتر های PVC در ویال های شیشه ای اضافه کنید.
- همانند مراحل ۲ تا ۶ آماده سازی و ۱ و ۲ اندازه گیری عمل کنید.

اندازه گیری:

- ۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به آن تزریق کنید.
 - آنالیت (ماده مورد تجزیه): بیس (تری متیل سیلیل) استر از لپار گیلیک اسید
 - جداساز: ۵ mL اتانول؛ ۲۰ دقیقه در دمای °C ۷۰ تبخیر شده تا خشک شود، سپس توسط پیریدین استخراج شده و مجدداً حل می شود
 - استخراج: BSTFA/TMCS در پیریدین
 - دمای تزریق: °C ۲۵۰
 - دمای آشکارساز: °C ۲۵۰
 - دمای ستون: °C ۲۵۰-۹۰؛ °C/min ۶ یا °C ۲۰۰ هم دما
 - حجم تزریق: ۱ μL
 - گاز حامل: هلیوم، ۳۹ mL/min
 - ستون: ۶٪ متیل سیلیکون به همراه کروموزورب ۶۰ یا ۸۰ مش (WAW DMCS)، با قطر داخلی ۲ mm
- ۴- بعد از هر تزریق مساحت زیر پیک را تعیین کرده و میانگین آن را محاسبه کنید.
نکته: روزانه فلس های سفیدرنگی را که بر روی آشکارساز شعله ای - یونی جمع شده اند حذف کنید.

مداخله گر ها:

رطوبت هم معرف تری متیل سیلیل و هم موادی را که با آن استخراج شده اند، تجزیه می کند.

محاسبات:

- ۳- جرم لپار گیلیک اسید جمع آوری شده بر روی فیلتر اصلی (W) و شاهد (B) را بر حسب mg توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.
- ۴- محاسبه غلظت (C) لپار گیلیک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{W - B}{V} \times 10^3, mg/m^3$$

1,7-heptanedicarboxylic acid	"۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیک اسید"
CAS: 123-99-9 RTECS: CM1980000	فرمول شیمیایی: $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$ وزن مولکولی: ۱۸۸/۲۵
اسامی مترادف: nonanedionic acid، آزلایک اسید، لپارگیلیک اسید ویژگی ها: جامد، دانسیته $1/225 \text{ g/ml}$ در 25°C ، نقطه ذوب 5°C ، نقطه جوش $<360^\circ\text{C}$ (تجزیه)	
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه: پیریدین ممکن است موجب آسیب به سیستم عصبی مرکزی و تحریک پوست و مجاری تنفسی می شود. کار با آن باید در زیر هود مخصوص فیوم انجام گیرد.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۵- ان، اُ بیس (تری متیل سیلیل) تری فلئورو-استامید (BSTFA) حاوی ۱٪ تری متیل کلروسیلان (TMCS) که می توان آن را از توزیع کننده محصولات کروماتوگرافی تهیه کرد. نکته: در دسیکاتور نگهداری شود. ۱۶- پیریدین، گرید خلوص طیفی ۱۷- اتانول، گرید خلوص طیفی ۱۸- "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیک اسید"، با بالاترین خلوص موجود است. ۱۹- هلیوم، تصفیه شده ۲۰- هیدروژن، تصفیه شده ۲۱- هوا، با درجه خلوص صفر	
وسایل و تجهیزات لازم: ۲۱- نمونه بردار: فیلتر غشایی PVC، با پورسایز $5 \mu\text{m}$ ، و قطر 37 میلی متر ؛ در کاست نگهدارنده فیلتر نگهداری شود. ۲۲- پمپ نمونه بردار فردی، $1-3 \text{ L/min}$ ، با لوله رابط قابل انعطاف	

۲۳- گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای - یونی، رسم کننده نمودار و ستون

۲۴- کوره خلا و هیتر

۲۵- بالانس کننده تجزیه، ۰/۰۱ mg

۲۶- حمام آب گرم، °C ۷۰

۲۷- ویال های شیشه ای ۲۰ میلی لیتری، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۸- پیپت های ۱ تا ۵ میلی لیتری

۲۹- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری

۳۰- انبرک، کاردک کوچک، برگه های توزین

نمونه برداری:

۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۳-۱ L/min برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر انجام دهید.

۹- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۱۳- فیلتر را توسط انبرک از هولدر برداشته و به ویال شیشه ای منتقل کنید. فیلتر را به آرامی به انتهای ویال هل دهید.

۱۴- توسط پیپت ۵ میلی لیتر اتانول را به داخل ویال انتقال داده و درپوش آن را ببندید.

۱۵- ویال را به مدت ۲۰ دقیقه در حمام آب گرم با دمای °C ۷۰ قرار داده و هر ۵ دقیقه یکبار آن را تکان دهید.

نکته: استفاده از حمام اولتراسونیک توصیه نمی شود، زیرا موجب انحلال فیلتر PVC می شود.

۱۶- فیلتر را توسط انبرک طوری بالا بیاورید که بالاتر از سطح اتانول در داخل ویال قرار گیرد. فیلتر را ۱۰ بار و هر بار توسط ۱ میلی لیتر اتانول شستشو داده سپس آن را دور بیندازید.

۱۷- ویال را در کوره خلا یا هیتر با دمای ۴۵ تا ۵۰ درجه سانتیگراد قرار دهید و محتوی آن را

تبخیر کنید تا خشک شود.

۱۸- استخراج کنید

- ۱ میلی لیتر پیریدین به ویال اضافه کرده تا قسمت باقیمانده را حل کنید.
- ۱ میلی لیتر ترکیب BSTFA به ویال اضافه کرده و آن را به مدت ۱ دقیقه تکان دهید.
- نکته: از کار کردن در محیط مرطوب خودداری کنید، زیرا آب باعث تجزیه شدن معرف تری متیل سیلیل و مواد استخراج شده می شود.
- درپوش ویال را گذاشته و آن را به مدت ۲۰ دقیقه در حمام آب گرم با دمای 70°C قرار دهید. هر ۵ دقیقه یکبار ویال را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۱۰ میلی گرم از "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید" را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقادیر مشخصی از "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید" را وزن کرده و به ویال های علامت گذاری شده که حاوی ۵ میلی لیتر اتانول می باشند، اضافه کنید.
- محتوی ویال ها تبخیر و سپس استخراج کنید (مراحل ۵ و ۶ آماده سازی)
- نمونه ها و شاهد را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید")
- نکته: اگر "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید" ۱۰۰٪ خالص نبود، قبل از ترسیم منحنی کالیبراسیون جرم استانداردهای "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید" را اصلاح کنید.
- ۶- میزان بازیافت "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید" از فیلتر PVC را حداقل یکبار برای هر تعداد از فیلتر مورد استفاده محاسبه کنید.
- مقادیر مختلفی از "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید" را وزن کنید، طوری که گستره غلظت مورد نظر ما را پوشش دهد. سپس آن را به فیلتر های PVC در ویال های شیشه ای اضافه کنید.
- همانند مراحل ۲ تا ۶ آماده سازی و ۱ و ۲ اندازه گیری عمل کنید.

اندازه گیری:

- ۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به آن تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بیس (تری متیل سیلیل) استر از "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید"
- جداساز: ۵ mL اتانول؛ ۲۰ دقیقه در دمای °C ۷۰ تبخیر شده تا خشک شود، سپس توسط پیریدین استخراج شده و مجدداً حل می شود
- استخراج: BSTFA/TMCS در پیریدین
- دمای تزریق: °C ۲۵۰
- دمای آشکارساز: °C ۲۵۰
- دمای ستون: °C ۲۵۰-۹۰؛ °C/min ۶ یا °C ۲۰۰ هم دما
- حجم تزریق: ۱ μL
- گاز حامل: هلیوم، ۳۹ mL/min
- ستون: ۶٪ متیل سیلیکون به همراه کروموزورب ۶۰ یا ۸۰ مش (WAW DMCS)، با قطر داخلی ۲ mm
- ۶- بعد از هر تزریق مساحت زیر پیک را تعیین کرده و میانگین آن را محاسبه کنید.
- نکته: روزانه فلس های سفیدرنگی را که بر روی آشکارساز شعله ای - یونی جمع شده اند حذف کنید.

مداخله گر ها:

رطوبت هم معرف تری متیل سیلیل و هم موادی را که با آن استخراج شده اند، تجزیه می کند.

محاسبات:

- ۵- جرم "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید" جمع آوری شده بر روی فیلتر اصلی (W) و شاهد (B) را بر حسب mg توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.
- ۶- محاسبه غلظت (C) "۱،۷-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید" در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{W - B}{V} \times 10^3, mg/m^3$$

ج- گازهای معدنی

آرسنیک تری هیدرید	arsenic trihydride
فرمول شیمیایی: AsH_3	CAS: 7784-42-1
وزن مولکولی: ۷۷/۹۵	RTECS: CG6475000
اسامی مترادف: هیدروژن آرسنید؛ آرسین	
ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $62/5^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $116/3^{\circ}C$ ؛ دانسیته $3/484 g/mL$ در $20^{\circ}C$	
حدمجاز:	OSHA: 0.05 ppm
	NIOSH: 0.002 mg/m ³ /15 min C; carcinogen
	ACGIH: 0.05 ppm; carcinogen
احتیاطات ویژه:	
آرسنیک تری هیدرید سرطانزایی انسانی است. با کلیه اسیدهای غلیظ در زیرهود کار کنید. آرسنیک تری هیدرید از راه جذب تنفسی بینهایت سمی است، در زیر هود دارای تهویه مناسب با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۵۵۶- آب مقطر دیونیزه	
۱۵۵۷- اسید نیتریک غلیظ	
۱۵۵۸- اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار؛ ۰/۴ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با ۱ لیتر آب مقطر رقیق کنید.	
۱۵۵۹- اسید نیتریک ۰/۱ مولار؛ ۴ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با ۱ لیتر آب مقطر رقیق کنید	
۱۵۶۰- محلول استوک آرسنیک، $1000 \mu g/mL$ آرسنیک ۳ ظرفیتی؛ $1/322$ گرم As_2O_3 خشک شده را در ۱۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک ۰/۱ مولار حل کرده و با اسید نیتریک ۰/۱ مولار حجم ۱ لیتر برسانید.	
۱۵۶۱- محلول استوک کالبراسیون، $1 \mu g/mL$ آرسنیک ۳ ظرفیتی؛ ۰/۱ میلی لیتر محلول استوک آرسنیک ($1000 \mu g/mL$ آرسنیک) را با اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار حجم ۱۰۰	

میلی لیتر برسانید. محلول ها را روزانه آماده کنید.

۱۵۶۲- محلول نیترات نیکل، $1000 \mu\text{g/mL}$ نیکل؛ $3/112$ گرم $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ خشک شده را در ۱۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک ۰/۱ مولار حل کرده و با اسید نیتریک ۰/۱ مولار حجم ۱ لیتر برسانید.

۱۵۶۳- آرگون؛ فشرده

۱۵۶۴- آرسنیک تری هیدرید ۹۹٪؛ یا ترکیب آن در نیتروژن

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۹۷- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در صورت وجود ذرات آرسنیک، از یک فیلتر غشایی استرسولوزی در جلوی نمونه بردار استفاده کنید.

۱۹۹۸- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۹۹۹- دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی، با کوره گرافیتی، لوله های غیر پیرولیتیک، تصحیح کننده زمینه، تخلیه الکتریکی بدون الکتروود یا لامپ هالوکاتد برای آرسنیک

۲۰۰۰- بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری و ۱ لیتری

۲۰۰۱- میکروپیت ۵ تا ۵۰۰ میکرولیتری

۲۰۰۲- لوله سانتیفریوژ ۱۰ یا ۱۵ میلی لیتری

۲۰۰۳- حمام التراسونیک

۲۰۰۴- دستگاه سانتیفریوژ

۲۰۰۵- سرنگ مخصوص گاز، ۰/۱ میلی لیتری با درجه بندی ۱ میکرولیتری نکته: قبل از استفاده از تجهیزات شیشه ای آنها را با اسید نیتریک غلیظ و سپس با آب مقطر بشوئید.
نمونه برداری: ۱۱۰۰- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۱۱۰۱- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکند و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نکته: در صورت وجود ذرات آرسنیک، از یک فیلتر غشایی استرسولوزی در جلوی نمونه بردار استفاده کنید. ۱۱۰۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۰/۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید. ۱۱۰۳- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.
آماده سازی: ۷۶۶- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در لوله های سانتریفیوژ جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۷۶۷- ۱ mL اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار را به هر کدام از لوله ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ۷۶۸- لوله ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام التراسونیک تکان دهید. ۷۶۹- لوله ها را در دستگاه سانتریفیوژ قرار دهید.
کالیبراسیون و کنترل کیفی: ۶۶۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۴ تا ۰/۳ میکرو گرم آرسنیک تری هیدرید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. - مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون و اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار را برای تهیه محلول ۱ لیتری به لوله سانتریفیوژ که حاوی ۱۰۰ میلی گرم ذغال فعال (شاهد) است بیفزایید.

- استانداردها را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری). یک استاندارد کاربردی را برای هر ۵ نمونه به جهت چک کردن انحراف دستگاهی آنالیز کنید.
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکرو گرم آرسنیک).
- ۶۶۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره $2-20 \mu\text{g}/\text{sample}$ آرسنیک، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از گاز آرسنیک تری هیدرید خالص را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم آرسنیک بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۶۹- سه شاهد spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی و کوره را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آرسنیک
- جداساز: ۱ mL اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار
- طول موج: ۱۹۳/۷ نانومتر
- حجم تزریق: ۵۰ μL
- شرایط کوره گرافیتی: ۴۰ ثانیه در دمای 110°C خشک شود؛ ۱۵ ثانیه در دمای 120°C نیمسوز شود؛ ۷ ثانیه در دمای 2540°C اتمایزه شود
- ۶۷۵- قبل از شروع آنالیز ۵۰ میکرولیتر محلول نترات نیکل را تزریق کنید. سپس ۵۰ میکرولیتر از

نمونه را به دستگاه تزریق کرده، و مساحت پیک را محاسبه کنید.

نکته ۱: اگر میزان جذب نمونه بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۲: تکرار پذیری پیک جذب را برای استانداردهای کاربردی بررسی کنید. اگر نتایج نامعقولی مشاهده شد، پارامترهای دستگاهی را بهینه کرده و لوله گرافیتی را جایگزین کنید.

مداخله گر ها: سایر ترکیبات آرسنیک (گاز یا ذرات) می توانند ایجاد تداخل مثبت کنند. استفاده از یک فیلتر غشایی استرسولوزی در جلوی نمونه بردار می تواند ذرات را حذف کند.

محاسبات:

۴۷۵- جرم برحسب μg آرسنیک تری هیدرید موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را از طریق ضرب کردن جرم آرسنیک موجود در این بخش ها در ۱/۰۴ (وزن مولکولی آرسنیک تری هیدرید تقسیم بر وزن مولکولی آرسنیک) محاسبه کنید.

نکته: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشست کرده و نمونه از دست می رود.

۴۷۶- محاسبه غلظت (C) آرسنیک تری هیدرید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg/m}^3$$

آرسین	Arsine
فرمول شیمیایی: AsH_3	CAS: 7784-42-1
وزن مولکولی: ۷۷/۹۵	RTECS: CG6475000
اسامی مترادف: هیدروژن آرسنید؛ آرسنیک تری هیدرید	
ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $^{\circ}\text{C}$ ۶۲/۵-؛ نقطه ذوب $^{\circ}\text{C}$ ۱۱۶/۳-؛ دانسیته ۳/۴۸۴ g/mL در $^{\circ}\text{C}$ ۲۰	
حدمجاز:	OSHA: 0.05 ppm
	NIOSH: 0.002 mg/m ³ /15 min C; carcinogen
	ACGIH: 0.05 ppm; carcinogen
احتیاطات ویژه:	
آرسین سرطانزایی انسانی است. با کلیه اسیدهای غلیظ در زیرهود کار کنید. آرسین از راه جذب تنفسی بینهایت سمی است، در زیر هود دارای تهویه مناسب با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۵۶۵- آب مقطر دیونیزه	
۱۵۶۶- اسید نیتریک غلیظ	
۱۵۶۷- اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار؛ ۰/۴ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با ۱ لیتر آب مقطر رقیق کنید.	
۱۵۶۸- اسید نیتریک ۰/۱ مولار؛ ۴ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با ۱ لیتر آب مقطر رقیق کنید	
۱۵۶۹- محلول استوک آرسنیک، ۱۰۰۰ $\mu\text{g/mL}$ آرسنیک ۳ ظرفیتی؛ ۱/۳۲۲ گرم As_2O_3 خشک شده را در ۱۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک ۰/۱ مولار حل کرده و با اسید نیتریک ۰/۱ مولار حجم ۱ لیتر برسانید.	
۱۵۷۰- محلول استوک کالبراسیون، ۱ $\mu\text{g/mL}$ آرسنیک ۳ ظرفیتی؛ ۰/۱ میلی لیتر محلول استوک آرسنیک (۱۰۰۰ $\mu\text{g/mL}$ آرسنیک) را با اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. محلول ها را روزانه آماده کنید.	
۱۵۷۱- محلول نترات نیکل، ۱۰۰۰ $\mu\text{g/mL}$ نیکل؛ ۳/۱۱۲ گرم $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ خشک شده را در	

۱۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک ۰/۱ مولار حل کرده و با اسید نیتریک ۰/۱ مولار حجم ۱ لیتر

برسانید.

۱۵۷۲- آرگون؛ فشرده

۱۵۷۳- آرسین ۹۹٪؛ یا ترکیب آن در نیتروژن

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۰۰۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در صورت وجود ذرات آرسنیک، از یک فیلتر غشایی استرسلولزی در جلوی نمونه بردار استفاده کنید.

۲۰۰۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۰۰۸- دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی، با کوره گرافیتی، لوله های غیر پیرولیتیک، تصحیح کننده زمینه، تخلیه الکتریکی بدون الکتروود یا لامپ هالوکاند برای آرسنیک

۲۰۰۹- بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری و ۱ لیتری

۲۰۱۰- میکروپیپت ۵ تا ۵۰۰ میکرولیتری

۲۰۱۱- لوله سانتریفیوژ ۱۰ یا ۱۵ میلی لیتری

۲۰۱۲- حمام التراسونیک

۲۰۱۳- دستگاه سانتریفیوژ

۲۰۱۴- سرنگ مخصوص گاز، ۰/۱ میلی لیتری با درجه بندی ۱ میکرولیتری

نکته: قبل از استفاده از تجهیزات شیشه ای آنها را با اسید نیتریک غلیظ و سپس با آب مقطر بشوئید.

نمونه برداری:

- ۱۱۰۴- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۱۰۵- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- نکته: در صورت وجود ذرات آرسنیک، از یک فیلتر غشایی استرسولوزی در جلوی نمونه بردار استفاده کنید.
- ۱۱۰۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 0.2 L/min - 0.1 برای عبور حجم هوای 0.1 تا 10 لیتر انجام دهید.
- ۱۱۰۷- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۷۷۰- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در لوله های سانتریفیوژ جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور ببندازید.
- ۷۷۱- 1 mL اسید نیتریک 0.1 مولار را به هر کدام از لوله ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۷۷۲- لوله ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام التراسونیک تکان دهید.
- ۷۷۳- لوله ها را در دستگاه سانتریفیوژ قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۷۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی 0.004 تا 0.3 میکرو گرم آرسین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون و اسید نیتریک 0.1 مولار را برای تهیه محلول ۱ لیتری به لوله سانتریفیوژ که حاوی ۱۰۰ میلی گرم ذغال فعال (شاهد) است بیفزایید.
 - استانداردها را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- یک استاندارد کاربردی را به ازای هر ۵ نمونه به جهت چک کردن انحراف دستگاهی آنالیز کنید.

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکرو گرم آرسنیک).
- ۶۷۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره $2-0.04 \mu\text{g/sample}$ آرسنیک، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از گاز آرسین خالص را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم آرسنیک بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۷۲- سه شاهد spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی و کوره را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آرسنیک
- جداساز: ۱ mL اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار
- طول موج: ۱۹۳/۷ نانومتر
- حجم تزریق: ۵۰ μL
- شرایط کوره گرافیتی: ۴۰ ثانیه در دمای 110°C خشک شود؛ ۱۵ ثانیه در دمای 120°C نیمسوز شود؛ ۷ ثانیه در دمای 2540°C اتمایزه شود
- ۶۷۶- قبل از شروع آنالیز ۵۰ میکرولیتر محلول نترات نیکل را تزریق کنید. سپس ۵۰ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کرده، و مساحت پیک را محاسبه کنید.
- نکته ۱: اگر میزان جذب نمونه بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در

محاسبات وارد کنید.

نکته ۲: تکرار پذیری پیک جذب را برای استانداردهای کاربردی بررسی کنید. اگر نتایج نامعقولی مشاهده شد، پارامترهای دستگاهی را بهینه کرده و لوله گرافیتی را جایگزین کنید.

مداخله گر ها: سایر ترکیبات آرسنیک (گاز یا ذرات) می توانند ایجاد تداخل مثبت کنند. استفاده از یک فیلتر غشایی استرسولوزی در جلوی نمونه بردار می تواند ذرات را حذف کند.

محاسبات:

۴۷۷- جرم برحسب μg آرسین موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را از طریق ضرب کردن جرم آرسنیک موجود در این بخش ها در $1/0.4$ (وزن مولکولی آرسین تقسیم بر وزن مولکولی آرسنیک) محاسبه کنید.

نکته: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۷۸- محاسبه غلظت (C) آرسین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$$

ammonia	آمونیاک
CAS: 7664-41-7	فرمول شیمیایی: NH_3
RTECS: BO0875000	وزن مولکولی: ۱۷/۰۳
	اسامی مترادف:-
	ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $^{\circ}\text{C}$ ۳۳/۴-؛ نقطه ذوب $^{\circ}\text{C}$ ۷۷/۷-؛ فشار بخار ۸/۷۶ atm (۸۸۸ kPa) در $^{\circ}\text{C}$ ۲۱/۱؛ چگالی بخار ۰/۶ (هوا=۱)؛ گستره انفجار ۱۶ تا ۲۵ درصد حجمی در هوا
NIOSH: 25 ppm; 35 ppm STEL, Group III Pesticide ACGIH: 25 ppm; 35 ppm STEL	حدمجاز: OSHA: 50 ppm
	احتیاطات ویژه: اسید های غلیظ بر روی پوست اثر خوردگی دارند. از دستکش حفاظتی مناسب استفاده کرده و در زیر هود با آنها کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۳۱- آب مقطر دیونیزه، تصفیه شده ۳۲- اسید سولفوریک (H_2SO_4) ۰/۰۱ نرمال؛ ۰/۲۸ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را در بالن ژوژه ۱ لیتری در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه حل کنید و با آب مقطر به حجم برسانید. ۳۳- هیدروکلریک اسید (HCl) ۱ نرمال؛ ۸۲/۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ را در بالن ژوژه ۱ لیتری در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه حل کنید و با آب مقطر به حجم برسانید. ۳۴- ۲،۳-دی آمینوپروپینیک اسید مونوهیدروکلراید (DAP-HCl) ۳۵- ال-هیستیدین مونوهیدروکلراید مونو هیدرات (L-Histidine-HCL) ۳۶- حلال (حلال قوی): هیدروکلریک اسید (HCl) ۴۸ میلی مولار / ۲،۳-دی آمینوپروپینیک اسید مونوهیدروکلراید ۴ میلی مولار / ال-هیستیدین مونوهیدروکلراید مونو هیدرات ۴ میلی مولار؛ ۰/۵۶ گرم ۲،۳-دی آمینوپروپینیک اسید مونوهیدروکلراید، ۰/۸۴ گرم ال-

هیستیدین مونوهیدروکلراید مونو هیدرات را به یک بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری انتقال داده، سپس ۴۸ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (HCl) ۱ نرمال را به آن افزوده و با آب مقطر دیونیزه به حجم برسانید. محلول ها را ماهیانه آماده کنید.

۳۷- حلال جایگزین (حلال ضعیف): هیدروکلریک اسید (HCl) ۱۲ میلی مولار/۲،۳-دی آمینوپروپیونیک اسید مونوهیدروکلراید ۰/۲۵ میلی مولار/ ال-هیستیدین مونوهیدروکلراید مونو هیدرات ۰/۲۵ میلی مولار؛ ۲۵۲ میلی لیتر حلال قوی و ۳۶ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (HCl) ۱ نرمال را با ۴ لیتر آب مقطر دیونیزه رقیق کنید. محلول را برای هر بار استفاده آماده کنید.

۳۸- تترا متیل آمونیوم هیدروکساید (TMAOH) ۰/۲۵٪، (کمپانی Aldrich Chemical (Milwaukee, WI

۳۹- محلول مهار کننده: ۵۷/۴ میلی لیتر تترا متیل آمونیوم هیدروکساید را با ۴ لیتر آب مقطر دیونیزه رقیق کنید.

۴۰- محلول استوک کالیراسیون، ۱۰۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون NH_4^+ : ۳/۱۴۰۹ گرم کلرید آمونیوم را در با آب مقطر دیونیزه به حجم ۱ لیتر برسانید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۱- نمونه بردار:

a- پیش فیلتر: فیلتر غشایی استرسلولزی، ۳۷ میلی متری با پورسایز ۰/۸ میکرون، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک متخلخل یا فولاد ضد زنگ، در نگهدارنده فیلتر کاست دو قسمتی
b- سیلیکاژل آغشته شده به اسید سولفوریک؛ لوله شیشه ای، با طول ۰/۶ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی سیلیکاژل آغشته شده به اسید سولفوریک (قسمت جلویی: ۲۰۰ mg، قسمت عقبی: ۱۰۰ mg) که توسط یک لایه پشم شیشه از هم جدا شده و در جای خود نگه داشته شده است. دارای درپوش پلاستیکی بوده و در بازار موجود می باشند.

۳۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۵ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۳۳- یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایتی، محافظ و ستون کاتیون، مهار کننده میکروغشایی

کاتیون

۳۴- سرنگ ۱۰ میلی لیتری پلی اتیلنی

۳۵- لوله سانتریفیوژ، ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی، با درپوش پیچ دار

۳۶- بالن ژوژه ۱۰ و ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری و ۱ لیتری

۳۷- فیلتر سرنگ: فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری با پورسایز ۰/۸ میکرون

۳۸- میکرو پیپت مصرفی

۳۹- ترازو (با حساسیت ۰/۰۱ میلی گرم)

نمونه برداری:

۱۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۵ L/min - ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۰/۱ تا ۹۶ لیتر انجام دهید.

۱۹- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.

آماده سازی:

۱۳- درپوش نمونه بردار را برداشته و محتوی بخش جلویی و عقبی نمونه بردار را در لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری جداگانه ای قرار دهید.

۱۴- ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ افزوده، درپوش آن را ببندید و به شدت تکان دهید. به مدت ۴۵ دقیقه نمونه ها را رها کنید، البته گهگاهی آن را تکان دهید. (در طی ۴۵ دقیقه عمل واجذب کامل می شود).

نکته: آنالیز آمونیاک باید تا ۱ روز بعد از واجذب آن انجام شود.

۱۵- برای تزریق مستقیم نمونه یا انتقال آن به ویال اتوسمپلر، نمونه را به سرنگ پلاستیکی انتقال دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۱۱۰ میکروگرم آمونیاک را دربر می گیرد، میلی لیتر نمونه پوشش دهد (تقریباً ۱۲ - ۰/۱۱ $\mu\text{g/mL}$ یون NH_4^+) کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالبراسیون آمونیاک را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با اسید سولفوریک (H_2SO_4) ۰/۰۱ نرمال به حجم برسانید.
- استانداردهای کاربردی را فقط قبل از استفاده آماده کنید.
- استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری)
- منحنی کالبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در برابر میکرو گرم آمونیاک).

اندازه گیری:

- ۱۰- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
 - آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون آمونیوم
 - حلال: هیدروکلریک اسید (HCl) ۴۸ میلی مولار / ۲،۳-دی آمینوپروپیونیک اسید مونوهیدروکلراید ۴ میلی مولار / ال-هیستیدین مونوهیدروکلراید مونو هیدرات ۴ میلی مولار
 - حلال جایگزین: هیدروکلریک اسید (HCl) ۱۲ میلی مولار / ۲،۳-دی آمینوپروپیونیک اسید مونوهیدروکلراید ۰/۲۵ میلی مولار / ال-هیستیدین مونوهیدروکلراید مونو هیدرات ۰/۲۵ میلی مولار
 - جداسازی: ۱ mL آب مقطر دیونیزه
 - حجم تزریق: ۵۰ μ L
 - ستون ها: HPIC-CS3 cation separator; HPIC-CG3 cation guard; CMMS-1 cation micromembrane suppressor
- نکته: مقادیر بالای Ag^+ و $Ag(S_2O_3)_2$ عملکرد ستون را مختل می کند.
- ۱۱- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را به طور دستی یا توسط اتوسمپلر تزریق کنید. در تزریق دستی برای اطمینان از شسته شدن کامل لوپ نمونه ۳-۲ mL نمونه را تزریق کنید.
- ۱۲- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.
- نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با اسید سولفوریک (H_2SO_4) ۰/۰۱ نرمال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گرها: اتانول آمین ها (مونواتانول آمین، ایزو پروپانول آمین و پروپانول آمین) زمان ماند مشابه با آمونیاک داشته و ایجاد تداخل می کنند. با استفاده از حلال جایگزین (ضعیف) می توان این پیک ها را جدا کرد.

محاسبات:

۷- جرم بر حسب میکروگرم آمونیاک موجود در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

۸- محاسبه غلظت (C) آمونیاک در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg/m}^3$$

برمین	bromine
فرمول شیمیایی: Br_2	CAS: 7726-95-6
وزن مولکولی: ۱۵۹/۸۲	RTECS: EF9100000
اسامی مترادف:-	
ویژگی ها: مایع ؛ دانسیته $3/119 \text{ g/mL}$ در 20°C ؛ نقطه جوش $58/78^\circ \text{C}$ ؛ فشار بخار 175 mmHg (۲۳/۳ kPa) در 20°C	
حدمجاز:	NIOSH: 0.1 ppm; 0.3 ppm STEL ACGIH: 0.1 ppm; 0.3 ppm STEL OSHA: 0.1 ppm
احتیاطات ویژه:	اسید سولفوریک بر روی پوست، چشم و غشای مخاطی اثر خورندگی بالایی دارد. از پوشش حفاظتی مناسب استفاده کرده و در زیر هود با آن کار کنید.
مواد و محلولهای لازم:	
۴۱- سدیم تیوسولفات؛ خلوص آزمایشگاهی	
۴۲- آب مقطر دیونیزه	
۴۳- محلول جداسازی: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ۶ میلی مولار ؛ $0/474$ گرم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ را در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه حل کنید.	
۴۴- حلال: NaHCO_3 ۰/۲۵ میلی مولار / Na_2CO_3 ۴ میلی مولار / پاراسیانوفنول ۰/۷۸ میلی مولار ؛ $0/41$ گرم NaHCO_3 ، $0/848$ گرم Na_2CO_3 و $0/186$ گرم پاراسیانوفنول را در ۲ لیتر آب مقطر دیونیزه فیلتر شده حل کنید.	
۴۵- محلول مهار کننده: اسید سولفوریک ۰/۰۲۵ نرمال؛ $2/8$ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را با ۴ لیتر آب مقطر دیونیزه رقیق کنید.	
۴۶- محلول استوک کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون): $0/149$ گرم برمید پتاسیم را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید.	

وسایل و تجهیزات لازم:

۴۰- نمونه بردار: فیلتر غشایی نقره ای، ۲۵ میلی متری با پورسایز ۰/۴۵ میکرون (Costar/Nuclepore, Poretics) یا انواع مشابه) به همراه پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل (Costar/Nuclepore).

پیش فیلتر از جنس PTFE، با پد پشتیبان PTFE و پورسایز ۰/۵ میکرون (Gelman Zefluor, SKC) یا انواع مشابه) یا از جنس پلی استر با پورسایز ۰/۴ میکرون (Costar/Nuclepore) به همراه پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل.

کاست پلی پروپیلنی دارای روکش کربنی (مات)، ۲۵ میلی متری، با پوشش الحاقی ۵۰ میلی متری (Costar/Nuclepore یا Gelman). (شکل ۱)

a- در قسمت خروجی کاست پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل و فیلتر را قرار داده و پوشش الحاقی را با دقت قرار دهید.

b- در قسمت ورودی (بالای) پوشش الحاقی پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل و پیش فیلتر را قرار داده و قسمت ورودی کاست را با دقت قرار دهید.

c- کاست را با باند یا نوار بپوشانید.

۴۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۳، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
۴۲- یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایتی، مهارکننده میکروغشایی آنیون AMMS، دستگاه ثبت نمودار و ستون

۴۳- بطری ۳۰ میلی لیتری، با دهانه پیچ دار، پلی اتیلنی، با رنگ مات یا کهربایی

۴۴- میکرو پیپت مصرفی

۴۵- پیپت ۲۰ میلی لیتری

۴۶- بالن ژوژه ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۴۷- انبرک

نمونه برداری:

۲۰- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۲۱- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۲۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۳ برای عبور حجم هوای ۸ تا ۳۶۰ لیتر انجام دهید.

۲۳- درپوش نمونه بردار را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.

آماده سازی:

نکته: هالیدهای نقره نسبت به نور حساس هستند. هنگام انتقال و آماده سازی، نمونه ها را از نور دور نگه دارید.

۱۶- در محیط کم نور یا در زیر نور قرمز، کاست را باز کرده و فیلتر را به بطری کهربایی رنگ انتقال دهید. ۳ میلی لیتر $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ۶ میلی مولار را افزوده و درپوش بطری را ببندید.
نکته: می توانید پیش فیلتر را دور انداخته، یا اینکه آن را برای آنالیز هالیدهای ذره ای بکار گیرید.

۱۷- به مدت ۱۰ دقیقه نمونه ها را رها کنید، البته گهگاهی آن را بچرخانید.

نکته: زمانی که نمونه ها واجذب می شوند، دیگر حساسیت چندانی به نور ندارند.

۱۸- درپوش بطری را باز کرده و ۷ میلی لیتر آب مقطر به آن بیفزایید و حجم محلول را به ۱۰ میلی لیتر برسانید.

۱۹- برای تزریق مستقیم نمونه یا انتقال آن به ویال اتوسمپلر، نمونه را به سرنگ پلاستیکی انتقال دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۲ تا ۱۵ میکروگرم برماید را در هر میلی لیتر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید.

- استانداردهای کاربردی را به طور هفتگی آماده کنید.

- استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در برابر میکروگرم یون برماید در هر نمونه).
- ۱۲- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۳- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون برماید
- حلال: NaHCO_3 ۰/۲۵ میلی مولار / Na_2CO_3 ۴ میلی مولار / پاراسیانوفول ۰/۷۸ میلی مولار (۲ mL/min)
- جداسازی: ۳ میلی لیتر $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ۶ میلی مولار
- حجم تزریق: ۵۰ μL
- ستون ها: Dionex HPIC-AG4A guard, HPIC-AS4A separator, MFC-1 precolumn, AMMS anion suppressor
- نکته: مقادیر بالای Ag^+ و $\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2$ عملکرد ستون را مختل می کند.
- ۱۴- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را به طور دستی یا توسط اتوسمپلر تزریق کنید. در تزریق دستی برای اطمینان از شسته شدن کامل لوپ نمونه ۳ - ۲ mL نمونه را تزریق کنید.
- ۱۵- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.
- نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با آب مقطر رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

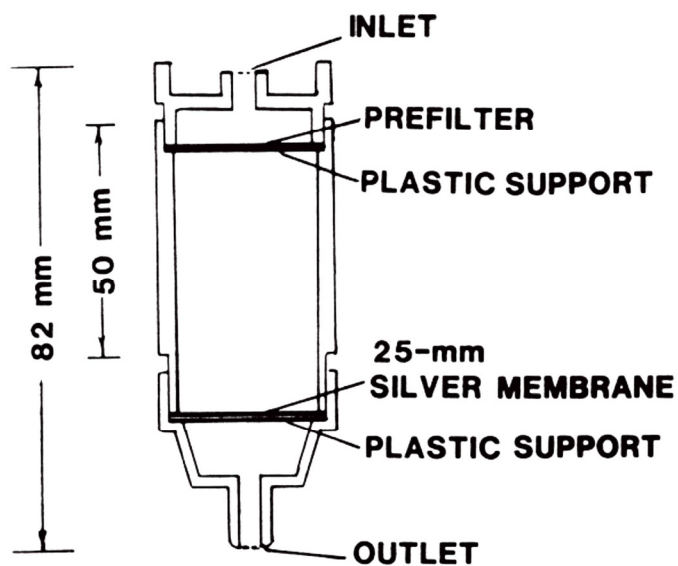
مداخله گر ها: سولفید هیدروژن ایجاد تداخل منفی می کند. برمیک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند.

محاسبات:

- ۹- جرم بر حسب میکروگرم یون برماید موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.
- ۱۰- محاسبه غلظت (C) برمین در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{ mg/m}^3$$

شکل ۱ - نمونه بردار فیلتر نقره ای



کربن دی اکسید	carbon dioxide
فرمول شیمیایی: CO₂ وزن مولکولی: ۴۴/۰۱ اسامی مترادف: کربنیک اسید، یخ خشک ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش °C ۷۸/۵ -	CAS: 124-38-9 RTECS: FF6400000
حدمجاز: OSHA: 5000 ppm, 30000 ppm STEL NIOSH: 5000 ppm, 30000 ppm STEL ACGIH: 5000 ppm, 30000 ppm STEL	
احتیاطات ویژه: انتقال گازهای فشرده باید تحت مقررات 49 CFR 171-177 صورت گیرد.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۵۷۴- کربن دی اکسید ۹۹٪ یا خلوص بالاتر ۱۵۷۵- نیتروژن، خالص ۱۵۷۶- هلیوم، خالص ۱۵۷۷- هوا؛ فشرده و تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم: ۲۰۱۵- دستگاه گاز کروماتوگراف پرتابل؛ با آشکارساز هدایت گرمایی؛ ستون؛ لوپ نمونه گیری از گاز ۵ میلی لیتری؛ ستون؛ ثبت کننده نمودار ۲۰۱۶- پمپ نمونه بردار فردی با دبی L/min ۰/۱ - ۰/۰۲ یا سایر دبی های مناسب جهت پر کردن کیسه نمونه، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف نکته: پمپی که توسط ترکیبات نفتی روغن کاری شده است نباید مورد استفاده قرار گیرد. ۲۰۱۷- کیسه نمونه پنج لایه ای؛ ۲ تا ۲۰ لیتری یا سایر اندازه های مناسب، به همراه دریچه فلزی (731 Saw Mill Rd., Ardsley, NY 10502 یا سایر انواع مشابه) ۲۰۱۸- سرنگ های مخصوص گاز (با دریچه یکطرفه)؛ ۱۰ میلی لیتری و سایر اندازه های مناسب برای تهیه استانداردها و تزریق های گاز کروماتوگرافی (در صورتی که دستگاه GC مجهز به	

لوپ نمونه گیر نباشد).

۲۰۱۹- روتامتر کالیبره برای آماده سازی استانداردها

۲۰۲۰- چسب نواری و ماژیک برای برچسب گذاری کیسه ها

نمونه برداری:

۱۱۰۸- براساس دستورالعمل سازنده دستگاه گاز کروماتوگراف پرتابل و ثبت کننده نمودار را روشن کرده و اجازه دهید تا گرم شود.

۱۱۰۹- یکی از روش های نمونه برداری زیر را انتخاب کنید:

الف- نمونه برداری آنی؛ توسط پمپ نمونه بردار نمونه هوا را از لوپ نمونه گیر دستگاه GC عبور دهید، یا اینکه توسط سرنگ مخصوص گاز بخشی از هوای نمونه را به دستگاه GC تزریق کنید.

نکته: برای افزایش دقت تزریق می توانید به موارد زیر عمل کنید:

- از یک لوپ نمونه برداری از گاز استفاده کنید.
- برای هر نمونه سه باز عمل تزریق و قرائت را انجام دهید.
- از حجم نمونه بیشتری برای تزریق استفاده کنید تا با دقت بیشتری قابل قرائت باشد و با گستره کالیبراسیون انطباق داشته باشد.

ب- نمونه برداری یکپارچه برای تعیین میانگین وزنی - زمانی (TWA)

- هوای داخل یک کیسه هوای تمیز را از طریق اتصال لوله ورودی پمپ به کیسه تخلیه کنید.
- نکته: برای کاهش اثرات وجود آلودگی قبلی در کیسه فقط کیسه هایی را که قبلاً استفاده نشده است، بکار گیرید.
- کیسه نمونه را به لوله خروجی پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید (طول لوله باید کم باشد).
- نمونه هوا را به داخل کیسه هوا با دبی محاسبه شده برای پر کردن ۸۰٪ از ظرفیت کیسه، پمپ کنید.

نکته: در طول نمونه برداری دبی پمپ باید کمتر از ۵٪ نوسان داشته باشد.

- ۲۴ ساعت بعد از اتمام نمونه برداری بخشی از نمونه را به دستگاه GC تزریق کنید.

۱۱۱۰- ارتفاع پیک کربن دی اکسید را در نمونه های تزریق شده بدست آورید.

آماده سازی: -**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۶۷۳- قبل از اینکه در محیط کار نمونه برداری را انجام دهید اعمال زیر را در آزمایشگاه انجام دهید:

- با حداقل ۶ استاندارد کاربردی (۳ بار تکرار برای هر کدام) منحنی کالیبراسیون را آماده کنید. نموداری از ارتفاع پیک در برابر جرم کربن دی اکسید ترسیم کنید.
 - انحراف دتکتور را در طول مدت مورد انتظار نمونه برداری به غیر از زمانی که در محیط استفاده می شود محاسبه کنید.
 - قابلیت ستون گاز کروماتوگرافی در جداسازی پیک کربن دی اکسید از سایر ترکیبات شناخته شده یا ترکیباتی که انتظار می رود در نمونه هوا موجود باشند را تعیین کنید.
- ۶۷۴- منحنی کالیبراسیون روزانه (ارتفاع پیک در برابر جرم کربن دی اکسید) را با استانداردهای کاربردی (۳ بار تکرار برای هر کدام) تعیین کنید. در صورت امکان نمونه ها و استانداردهای کاربردی را متناوباً آنالیز کنید.

اندازه گیری: -**مداخله گرها:**

هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه یا نزدیک کربن دی اکسید باشد می تواند ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۴۷۹- جرم بر حسب μg کربن دی اکسید در نمونه (W) را از طریق مقایسه ارتفاع پیک نمونه با منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید. غلظت (C) کربن دی اکسید را بر حسب mg/m^3 در حجم نمونه تزریق شده (V) بر حسب میلی لیتر محاسبه کنید:

$$C = \frac{W}{V}, \text{mg}/\text{m}^3$$

نکته: برخی از انواع پرتابل GC این محاسبه را به صورت الکترونیکی انجام می دهند.

sulfur dioxide	دی اکسید گوگرد
CAS: 7446-09-5 RTECS: WS4550000	فرمول شیمیایی: SO_2 وزن مولکولی: ۶۴/۰۶ اسامی مترادف:- ویژگی ها: گاز ؛ چگالی بخار ۱/۲۶ (air=1) ؛ نقطه جوش 10°C - ؛ نقطه جوش $72/7^{\circ}\text{C}$ - ؛ غیر قابل اشتعال
ACGIH: 2 ppm; STEL 5 ppm NIOSH : 2 ppm; STEL 5 ppm; Group I Pesticide	حدمجاز: OSHA: 5 ppm
احتیاطات ویژه: -	
مواد و محلولهای لازم: ۴۷- آب مقطر دیونیزه، تصفیه شده، با رسانایی الکتریکی کمتر از $10 \mu\text{S/cm}$ ۴۸- محلول تثبیت کننده؛ ۲۵ گرم Na_2CO_3 را در آب مقطر حل کرده، ۲۰ میلی لیتر گلیسرول به آن بیفزایید و با آب مقطر به حجم ۱ لیتر برسانید. ۴۹- حلال: NaHCO_3 ۱/۷۵ میلی مولار / Na_2CO_3 ۲ میلی مولار ؛ ۵۸۸/۰ گرم NaHCO_3 و ۸۴۸/۰ گرم Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر دیونیزه فیلتر شده حل کنید. ۵۰- محلول استوک کالبراسیون، ۱ میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون): a- سولفیت: ۱۵۷۵/۰ گرم Na_2SO_3 را در آب مقطر حل کنید. سپس ۲ میلی لیتر گلیسرول به آن افزوده و با آب مقطر به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. محلول را روزانه آماده کنید. b- سولفات: ۱۴۷۹/۰ گرم Na_2SO_4 را با آب مقطر به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. چندین هفته پایدار خواهد بود.	
وسایل و تجهیزات لازم: ۴۸- نمونه بردار: ۲ هولدر فیلتر کاست ۳۵ میلی متری (که توسط لوله پلاستیکی به هم متصل شده اند) که شامل:	

- a- کاست جلویی: فیلتر غشایی استرسلولزی، با پورسایز $0.8 \mu m$ ، دارای یک پد پشتیبان
- b- کاست عقبی: فیلتر سلولزی (Whatman 40 یا انواع مشابه)، که توسط محلول مهار کننده اشباع شده و به مدت ۲۰ تا ۳۰ دقیقه در دمای $100^{\circ}C$ خشک شده است. دارای پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل.
- ۴۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/5 L/min$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۵۰- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPIC-AS4A، محافظ HPIC-AG4A، مهار کننده میکروغشایی آنیون، آشکارساز هدایتی، دستگاه ثبت نمودار و ستون
- ۵۱- ویال شیشه ای، ۲۰ میلی لیتری، با در پوش پیچ دار
- ۵۲- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری
- ۵۳- فیلتر های سرنگ: فیلتر غشایی ۱۳ یا ۲۵ میلی متری و پورسایز $0.45 \mu m$ میکرونی
- ۵۴- میکرو پیت مصرفی، ۵۰ تا ۱۰۰۰ میکرولیتری
- ۵۵- پیت، ۱۰ میلی لیتری
- ۵۶- بطری پلی اتیلنی ۲۵۰ میلی لیتری
- ۵۷- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

- ۲۴- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۲۵- قبل از نمونه برداری درپوش های نمونه بردار را سریعاً برداشته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۲۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $1/5 - 0/5 L/min$ برای عبور حجم هوای ۴۰ تا ۲۰۰ لیتر انجام دهید. اجازه ندهید ذرات کلی جمع شده روی فیلتر جلویی بیش از ۲ میلی گرم شود.
- ۲۷- نمونه بردار را پوشانده و برای انتقال آماده کنید.
- نکته: اگر تعیین مقدار اسید سولفوریک مد نظر است، تا ۴ ساعت فیلتر جلویی (غشایی) را به یک ویال تمیز انتقال دهید تا از کاهش میزان بازیافت سولفات جلوگیری شود.

آماده سازی:

- ۲۰- هر کدام از ۲ فیلتر را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. پد پشتیبان را دور بیندازید. ۱۰ میلی لیتر حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کنید و ۳۰ دقیقه منتظر بمانید، البته گهگاهی ویال ها را شدیداً تکان دهید.
- نکته: SO_2 موجود در فیلتر عقبی به صورت سولفیت جمع آوری می شود، که در هوا به کندی (طی چند هفته) اکسیده شده و به سولفات تبدیل می گردد. بنابراین برای محاسبه غلظت SO_2 مقادیر سولفیت و سولفات موجود در بخش عقبی باید با هم جمع شوند.
- ۲۱- نمونه ها را به سرنگ مجهز به فیلتر غشایی انتقال دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱۱ تا ۲۰۰ میکروگرم از SO_2 را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون سولفات را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری با حلال به حجم برسانید، تا استانداردهایی با گستره غلظت $20 - 1 \mu\text{g/mL}$ یون سولفات (SO_4^{2-}) آماده کنید.
 - استانداردهای سولفیت را نیز مانند استانداردهای سولفات آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را در ظروف پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری)
 - منحنی کالیبراسیون را برای هر آنیون رسم کنید (ارتفاع پیک [mm یا μS] در برابر میکروگرم سولفیت یا سولفات).

اندازه گیری:

- ۱۶- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون های سولفیت یا سولفات
 - حلال: NaHCO_3 ۱/۷۵ میلی مولار / Na_2CO_3 ۲ میلی مولار ، (۲-۳ mL/min)

- استخراج: NaHCO_3 ۱/۷۵ میلی مولار / Na_2CO_3 ۲ میلی مولار ، (۲-۳ mL/min) - حجم تزریق: ۵۰ μL - ستون ها: Ion Pac AS4A separator, Ion Pac AG4A guard; micromembrane suppressor ۱۷- بخشی از نمونه را تزریق کنید. جهت تزریق دستی ۲-۳ mL نمونه را توسط سرنگ مجهز به فیلتر غشایی تزریق کنید. نکته: همه نمونه ها، حلال ها و آبی که از ستون کروماتوگرافی عبور می کند باید فیلتر شوند. تا از مسدود شدن دریچه های سیستم یا ستون ها جلوگیری به عمل آید. ۱۸- ارتفاع پیک سولفیت و سولفات را محاسبه کنید. نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.	مداخله گر ها: گاز تری اکسید گوگرد در محیط خشک می تواند در آنالیز دی اکسید گوگرد ایجاد تداخل مثبت کند.
محاسبات: ۱۱- جرم بر حسب میکروگرم "معادل سولفات" موجود در فیلتر جلویی (W_f) و فیلتر عقبی (W_b) نمونه اصلی و در فیلتر جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید. نکته: منظور از "معادل سولفات" مجموع پیک سولفات (μg) و ۱/۲ برابر پیک سولفیت (μg) در گروماتوگرام است ($1/2 = \text{وزن مولکولی سولفات تقسیم بر وزن مولکولی سولفیت}$). یعنی: $\mu\text{g sulfate equivalent} = \mu\text{g sulfate} + 1.2 \mu\text{g sulfite}$ ۱۲- محاسبه غلظت دی اکسید گوگرد: $C_{\text{SO}_2} = \frac{W_b - B_b}{V} \cdot 0.667$ که در این رابطه:	

$$C_{SO_2} = \text{غلظت دی اکسید گوگرد در هوا بر حسب } mg/m^3$$

$$W_b = \text{جرم "معادل سولفات" موجود در فیلتر عقبی نمونه اصلی بر حسب میکروگرم}$$

$$B_b = \text{جرم "معادل سولفات" موجود در فیلتر عقبی نمونه شاهد بر حسب میکروگرم}$$

$$V = \text{حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر}$$

$$0/667 = \text{نسبت وزن مولکولی دی اکسید گوگرد به وزن مولکولی سولفات}$$

۱۳- محاسبه غلظت ذرات سولفات (شامل اسید سولفویک):

$$C_{SO_4} = \frac{W_f - B_f}{V}$$

$$C_{SO_4} = \text{غلظت ذرات سولفات در هوا بر حسب } mg/m^3$$

$$W_f = \text{جرم "معادل سولفات" موجود در فیلتر جلویی نمونه اصلی بر حسب میکروگرم}$$

$$B_f = \text{جرم "معادل سولفات" موجود در فیلتر جلویی نمونه شاهد بر حسب میکروگرم}$$

$$V = \text{حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر}$$

دی اکسید نیتروژن	nitrogen dioxide
فرمول شیمیایی: NO ₂	CAS: 10102-44-0
وزن مولکولی: ۴۶/۰۱	RTECS: QW9800000
اسامی مترادف: پراکسید نیتروژن؛ تتراکسید نیتروژن ویژگی ها: گاز؛ چگالی بخار ۲/۸۳ (هوا=۱)؛ نقطه جوش ۱۵۱/۷ °C -؛ نقطه ذوب ۱۱/۲ °C -	
حدمجاز:	NIOSH: 1 ppm C ACGIH: 1 ppm STEL OSHA: 3 ppm TWA, 5 ppm STEL 1 ppm NO ₂ = 1.882 mg/m ³ @ NTP
احتیاطات ویژه: اسیدهای غلیظ برای پوست و غشای مخاطی خورنده هستند. با این ترکیبات صرفاً در زیر هود کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۳۰۸- تری اتانول آمین (TEA)، خلوص آزمایشگاهی ۳۰۹-N- بوتانول، خلوص آزمایشگاهی ۳۱۰- اسید فسفریک (H ₃ PO ₄) غلیظ، خلوص آزمایشگاهی ۳۱۱-N- (۱-نفتل) اتیلن دی آمین دی هیدروکلراید (NEDA) ۳۱۲- نیتريت سدیم (NaNO ₂) ۳۱۳- محلول جاذب؛ ۱۵ گرم تری اتانول آمین را در ۵۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کرده سپس ۰/۵ میلی لیتر n- بوتانول به آن اضافه کرده و به حجم ۱ لیتر برسانید. ۳۱۴- محلول آب اکسیژنه (H ₂ O ₂) ۰/۲٪ (V/V)؛ ۰/۲ میلی لیتر H ₂ O ₂ ۳۰٪ را در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری با آب دیونیزه به حجم برسانید. ۳۱۵- محلول سولفانامید؛ ۱۰ گرم سولفانامید را در ۴۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کرده، سپس ۲۵ میلی لیتر اسید فسفریک غلیظ به آن اضافه کنید و به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید. ۳۱۶- محلول NEDA؛ ۰/۵ گرم n- (۱-نفتل) اتیلن دی آمین دی هیدروکلراید (NEDA) را	

در ۵۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید.

۳۱۷- محلول کالیبراسیون مادر، NO_2 ۱۰۰ g/mL؛ ۱۵ گرم NaNO_2 را در ۱ لیتر آب دیونیزه حل کنید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۶۸- نمونه بردار: نمونه گیر شیشه ای سه قسمتی با قطر خارجی ۷ mm به همراه درپوش پلاستیکی و نگهدارنده ی پشم شیشه ای که شامل لوله های A، B و C است.
لوله A: حاوی ۴۰۰ میلی گرم مولکروسیو با مش ۴۰-۳۰، پوشش داده شده با تری اتانول آمین (TEA)

لوله B: حاوی ۸۰۰ میلی گرم ماده اکسید کننده کرومات به منظور تبدیل NO به NO_2
لوله C: مانند لوله A

سه لوله به صورت سری توسط یک لوله انعطاف پذیر به هم متصل شده اند به طوری که لوله C به پمپ وصل می گردد.

۱۶۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی 0.25 ± 0.02 L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۷۰- دستگاه اسپکتروفتومتر UV-VIS با طول موج ۵۴۰ نانومتر به همراه کوت ۱ سانتی متری از جنس سیلیکا

۱۷۱- بشر ۱۰۰ میلی لیتری

۱۷۲- بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری

۱۷۳- پیپت ۱، ۵ و ۱۰ میلی لیتری و اندازه های مناسب دیگر

۱۷۴- کرومومتر

نمونه برداری:

۱۱۱۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۱۱۲- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۱۱۱۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص در گستره $0.25 \pm 5\% \text{ L/min}$ انجام دهید.

۱۱۱۴- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید. به تعداد کافی نمونه شاهد تهیه کنید.

آماده سازی:

۶۴- جاذب لوله های A و C را به دو بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری (جداگانه) منتقل کنید و قطعات پشم شیشه و ماده اکسید کننده (لوله B) را دور بیندازید.

۶۵- محلول جاذب را به هر یک از نمونه ها اضافه کرده و به حجم برسانید.

۶۶- درپوش بالن ژوژه را گذاشته و به مدت ۳۰ ثانیه تکان دهید، سپس اجازه دهید جامدات موجود در آن ته نشین شود.

۶۷- ۱۰ میلی لیتر از نمونه استخراج شده را به یک بالن ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید.

نکته: آماده کردن شاهد آزمایشگاهی را نیز در این مرحله انجام دهید.

۶۸- ۱ mL از محلول پراکسید هیدروژن (H_2O_2)، ۱۰ میلی لیتر از محلول سولفانامید و ۱/۴ میلی لیتر از محلول NEDA را به بالن ژوژه اضافه کرده و پس از افزودن هر کدام از موارد فوق، آنها را مخلوط کنید.

۶۹- برای شکل گیری کامل رنگ، ۱۰ دقیقه صبر کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۷- روزانه کالیبراسیون را با حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ۱ تا ۱۸ میکروگرم یون نیتريت به ازای هر ۱۰ نمونه انجام دهید.

- محلول های استاندارد را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مرحله ۳-۶ آماده سازی و ۱-۳ اندازه گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکروگرم NO_2)

توضیح: برای رسم منحنی کالیبراسیون ۶ استاندارد کاربردی از محلول استاندارد مادر نیتريت با $100 \mu\text{g/mL}$ مورد نیاز است. مقادیر $10 \mu\text{L}$ ، $30 \mu\text{L}$ ، $60 \mu\text{L}$ ، $90 \mu\text{L}$ ، $120 \mu\text{L}$ و $150 \mu\text{L}$ از استاندارد مادر را در شش بالن ژوژه ۲۵ میلی لیتری ریخته و در یک بالن دیگر استاندارد را اضافه نمی کنیم (نمونه صفر). سپس ۱۰ mL از محلول جاذب را در هر یک از بالن ها ریخته و مخلوط می کنیم و در مرحله بعد ۱ mL پراکسید هیدروژن، ۱۰ mL

محلول سولفانامید و ۱/۴ mL محلول NEDA به بالن ها اضافه کرده و سپس آنها را مخلوط کنید و بعد از ۱۰ دقیقه (برای کامل شدن رنگ) با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر با طول موج ۵۴۰ nm قرائت کرده و منحنی کالیبراسیون را رسم کنید.

اندازه گیری:

- ۶۷۷- طول موج دستگاه اسپکتروفتومتر را در طول موج ۵۴۰ nm تنظیم کنید.
۶۷۸- با محلول شاهد آزمایشگاهی صفر دستگاه را تنظیم کنید.
۶۷۹- نمونه های آماده شده را به کووت منتقل کرده و میزان جذب را قرائت کنید.

مداخله گر ها:

هر ترکیبی که با معرف های آزمایشگاهی رنگ سنجی واکنش دهد می تواند ایجاد تداخل نماید.

محاسبات:

۴۷- نمونه های اصلی شامل بخش های A و C آماده شده را در دستگاه گذاشته و با مقایسه میزان جذب آن با منحنی استاندارد جرم NO_2 در هر یک بر حسب میکرو گرم بدست می اید.

۴۸- غلظت NO_2 را بر حسب mg/m^3 با توجه به حجم هوای نمونه برداری شده محاسبه کنید:

$$C_{\text{NO}_2} = \frac{(W_A - B_A)}{0.63V}, \text{mg/m}^3$$

C = غلظت NO_2 در هوا (mg/m^3)

W_A = مقدار NO_2 در لوله A (μg)

B_A = مقدار NO_2 در لوله A نمونه شاهد (μg)

۰/۶۳ = فاکتور تبدیل (تعداد مول های یون نیتريت بوسیله ۱ مول دی اکسید نیتروژن تولید می گردد)

V = حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر

کربنیک اسید	carbonic acid
فرمول شیمیایی: CO_2 وزن مولکولی: ۴۴/۰۱ اسامی مترادف: کربن دی اکسید، یخ خشک ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $^{\circ}\text{C} - ۷۸/۵$	CAS: 124-38-9 RTECS: FF6400000
حدمجاز:	OSHA: 5000 ppm, 30000 ppm STEL NIOSH: 5000 ppm, 30000 ppm STEL ACGIH: 5000 ppm, 30000 ppm STEL
احتیاطات ویژه:	انتقال گازهای فشرده باید تحت مقررات 49 CFR 171-177 صورت گیرد.
مواد و محلولهای لازم:	۱۵۷۸- کربنیک اسید ۹۹٪ یا خلوص بالاتر ۱۵۷۹- نیتروژن، خالص ۱۵۸۰- هلیوم، خالص ۱۵۸۱- هوا؛ فشرده و تصفیه شده
وسایل و تجهیزات لازم:	۲۰۲۱- دستگاه گاز کروماتوگراف پرتابل؛ با آشکارساز هدایت گرمایی؛ ستون؛ لوپ نمونه گیری از گاز ۵ میلی لیتری؛ ستون؛ ثبت کننده نمودار ۲۰۲۲- پمپ نمونه بردار فردی با دبی $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$ یا سایر دبی های مناسب جهت پر کردن کیسه نمونه، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف نکته: پمپی که توسط ترکیبات نفتی روغن کاری شده است نباید مورد استفاده قرار گیرد. ۲۰۲۳- کیسه نمونه پنج لایه ای؛ ۲ تا ۲۰ لیتری یا سایر اندازه های مناسب، به همراه دریچه فلزی (731 Saw Mill Rd., Ardsley, NY 10502 یا سایر انواع مشابه) ۲۰۲۴- سرنگ های مخصوص گاز (با دریچه یکطرفه)؛ ۱۰ میلی لیتری و سایر اندازه های مناسب برای تهیه استانداردها و تزریق های گاز کروماتوگرافی (در صورتی که دستگاه GC مجهز به

لوپ نمونه گیر نباشد).

۲۰۲۵- روتامتر کالیبره برای آماده سازی استانداردها

۲۰۲۶- چسب نواری و مازیک برای برچسب گذاری کیسه ها

نمونه برداری:

۱۱۱۵- براساس دستورالعمل سازنده دستگاه گاز کروماتوگراف پرتابل و ثبت کننده نمودار را روشن کرده و اجازه دهید تا گرم شود.

۱۱۱۶- یکی از روش های نمونه برداری زیر را انتخاب کنید:

الف- نمونه برداری آنی؛ توسط پمپ نمونه بردار نمونه هوا را از لوپ نمونه گیر دستگاه GC عبور دهید، یا اینکه توسط سرنگ مخصوص گاز بخشی از هوای نمونه را به دستگاه GC تزریق کنید.

نکته: برای افزایش دقت تزریق می توانید به موارد زیر عمل کنید:

- از یک لوپ نمونه برداری از گاز استفاده کنید.
- برای هر نمونه سه بار عمل تزریق و قرائت را انجام دهید.
- از حجم نمونه بیشتری برای تزریق استفاده کنید تا با دقت بیشتری قابل قرائت باشد و با گستره کالیبراسیون انطباق داشته باشد.

ب- نمونه برداری یکپارچه برای تعیین میانگین وزنی - زمانی (TWA)

- هوای داخل یک کیسه هوای تمیز را از طریق اتصال لوله ورودی پمپ به کیسه تخلیه کنید.
نکته: برای کاهش اثرات وجود آلودگی قبلی در کیسه فقط کیسه هایی را که قبلا استفاده نشده است، بکار گیرید.

- کیسه نمونه را به لوله خروجی پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید (طول لوله باید کم باشد).
- نمونه هوا را به داخل کیسه هوا با دبی محاسبه شده برای پر کردن ۸۰٪ از ظرفیت کیسه، پمپ کنید.

نکته: در طول نمونه برداری دبی پمپ باید کمتر از ۵٪ نوسان داشته باشد.

- ۲۴ ساعت بعد از اتمام نمونه برداری بخشی از نمونه را به دستگاه GC تزریق کنید.

۱۱۱۷- ارتفاع پیک کریستیک اسید را در نمونه های تزریق شده بدست آورید.

آماده سازی: -

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۷۵- قبل از اینکه در محیط کار نمونه برداری را انجام دهید اعمال زیر را در آزمایشگاه

انجام دهید:

- با حداقل ۶ استاندارد کاربردی (۳ بار تکرار برای هر کدام) منحنی کالیبراسیون را آماده کنید. نموداری از ارتفاع پیک در برابر جرم کربنیک اسید ترسیم کنید.
 - انحراف دتکتور را در طول مدت مورد انتظار نمونه برداری به غیر از زمانی که در محیط استفاده می شود محاسبه کنید.
 - قابلیت ستون گاز کروماتوگرافی در جداسازی پیک کربنیک اسید از سایر ترکیبات شناخته شده یا ترکیباتی که انتظار می رود در نمونه هوا موجود باشند را تعیین کنید.
- ۶۷۶- منحنی کالیبراسیون روزانه (ارتفاع پیک در برابر جرم کربنیک اسید) را با استانداردهای کاربردی (۳ بار تکرار برای هر کدام) تعیین کنید. در صورت امکان نمونه ها و استانداردهای کاربردی را متناوباً آنالیز کنید.

اندازه گیری: -

مداخله گرها:

هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه یا نزدیک کربنیک اسید باشد می تواند ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۴۸۰- جرم بر حسب μg کربنیک اسید در نمونه (W) را از طریق مقایسه ارتفاع پیک نمونه با منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید. غلظت (C) کربنیک اسید را بر حسب mg/m^3 در حجم نمونه تزریق شده (V) بر حسب میلی لیتر محاسبه کنید:

$$C = \frac{W}{V}, \text{mg}/\text{m}^3$$

نکته: برخی از انواع پرتابل GC این محاسبه را به صورت الکترونیکی انجام می دهند.

کربنیک اکسید	carbonic oxide
فرمول شیمیایی: CO	CAS: 630-08-0
وزن مولکولی: ۲۸	RTECS: FG3500000
اسامی مترادف: کربن اکسید؛ مونوکسید کربن؛ گاز دودکش ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش °C ۱۹۲-؛ نقطه ذوب °C ۲۰۷-؛ فشار بخار ۰/۹۶۷ (air=1)؛ حد اشتعال (انفجار) در هوا ۱۲/۵ تا ۷۴/۲ درصد	
حدمجاز:	NIOSH: 35 ppm, 200 ppm C OSHA: 50 ppm ACGIH: 25 ppm
احتیاطات ویژه: کربنیک اکسید شدیداً قابل اشتعال بوده و ریسک بالای حریق و انفجار دارد. همچنین در صورت مواجهه تنفسی سمی است.	
مواد و محلولهای لازم: گاز کالیبراسیون کربنیک اکسید، ۵۰ - ۲۰ ppm؛ به صورت سیلندر گاز فشرده به همراه تنظیم کننده فشار مناسب	
وسایل و تجهیزات لازم: ۲۰۲۷- پایشگر کربنیک اکسید: Envirocheck I single sensor CO Monitor؛ CO262 or STX70؛ یا سایر پایشگرهای الکتروشیمیایی کربنیک اکسید با عملکرد مشابه ۲۰۲۸- پمپ نمونه بردار فردی با دبی ۰/۲۵ L/min، دارای ورودی و خروجی، جهت پر کردن کیسه نمونه و آنالیز آن به هنگامی که لازم است آنالیز در خارج از محل صورت گیرد. ۲۰۲۹- کیسه هوا، آلومینایزه؛ ۲ لیتری یا سایر اندازه های مناسب ۲۰۳۰- باتری جایگزین یا شارژر برای پایشگر	
نمونه برداری: ۱۱۱۸- پایشگر را در همان شرایط دمایی و رطوبت نسبی محل نمونه برداری، توسط هوای فاقد کربنیک اکسید در حالت صفر تنظیم کنید.	

نکته: حساسیت پایشگرها نسبت دما بیشتر از حساسیت آن به رطوبت نسبی است.

- ۱۱۱۹- جهت پایش فردی، پایشگر را نزدیک ناحیه تنفسی کارگر نگه دارید
- ۱۱۲۰- جهت پایش محیطی، پایشگر را در محیطی که دارای گردش هوای مناسبی است و در ارتفاع ۶۰ تا ۷۰ اینچی سطح زمین قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۷۷- پایشگر را توسط ترکیب استاندارد کالیبراسیون کربنیک اکسید در هوا (در سیلندر گاز فشرده نگهداری می شود) در غلظت توصیه شده توسط سازنده پایشگر (معمولا ۵۰ - ۲۰ ppm کربنیک اکسید) کالیبره کنید.
- ۶۷۸- کالیبراسیون را روزانه چک کرده و در صورتی که پایشگر در نمایش دادن غلظت یک گاز با غلظت معلوم بیش از ۵٪ خطا داشت، یا بر اساس توصیه سازنده دستگاه دوباره کالیبره کنید.

مداخله گرها:

تعدادی از آلاینده های گازی شکل (مانند SO_2 ، NO_2 و ...) می توانند در غلظت های بالاتر از ۵ ppm ایجاد تداخل کنند. اگر به وجود این ترکیبات مظنون هستید از پایشگر مجهز به سیستم تصفیه کننده مداخله گرها استفاده کنید.

محاسبات: غلظت کربن مونوکسید را بر حسب ppm مستقیماً از نمایشگر دستگاه پایشگر کربنیک اکسید بخوانید.

کلرین	chlorine
فرمول شیمیایی: Cl_2	CAS: 7782-50-5
وزن مولکولی: ۷۰/۹۱	RTECS: FO2100000
اسامی مترادف:-	
ویژگی ها: گاز ؛ دانسیته $3/214 \text{ g/mL}$ در 30°C ؛ نقطه جوش $34/6^\circ \text{C}$ ؛ فشار بخار ۲/۵ (هوا=۱)	
حدمجاز:	NIOSH: 0.5 ppm; 1 ppm STEL ACGIH: 0.5 ppm; 1 ppm STEL
	OSHA: 1 ppm C
احتیاطات ویژه:	
اسید سولفوریک بر روی پوست، چشم و غشای مخاطی اثر خورندگی بالایی دارد. از پوشش حفاظتی مناسب استفاده کرده و در زیر هود با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۵۱- سدیم تیوسولفات؛ خلوص آزمایشگاهی	
۵۲- آب مقطر دیونیزه	
۵۳- محلول جداسازی: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ۶ میلی مولار ؛ $0/474$ گرم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ را در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه حل کنید.	
۵۴- حلال: NaHCO_3 $0/25$ میلی مولار / Na_2CO_3 ۴ میلی مولار / پاراسیانوفنول $0/78$ میلی مولار ؛ $0/41$ گرم NaHCO_3 ، $0/848$ گرم Na_2CO_3 و $0/186$ گرم پاراسیانوفنول را در ۲ لیتر آب مقطر دیونیزه فیلتر شده حل کنید.	
۵۵- محلول مهار کننده: اسید سولفوریک $0/25$ / نرمال ؛ $2/8$ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را با ۴ لیتر آب مقطر دیونیزه رقیق کنید.	
۵۶- محلول استوک کالبراسیون، ۱ میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون): $0/21$ گرم کلرید پتاسیم را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید.	

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۸- نمونه بردار: فیلتر غشایی نقره ای، ۲۵ میلی متری با پورسایز ۰/۴۵ میکرون (Costar/Nuclepore, Poretics یا انواع مشابه) به همراه پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل (Costar/Nuclepore).

پیش فیلتر از جنس PTFE، با پد پشتیبان PTFE و پورسایز ۰/۵ میکرون (Gelman Zefluor, SKC یا انواع مشابه) یا از جنس پلی استر با پورسایز ۰/۴ میکرون (Costar/Nuclepore) به همراه پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل.

کاست پلی پروپیلنی دارای روکش کربنی (مات)، ۲۵ میلی متری، با پوشش الحاقی ۵۰ میلی متری (Costar/Nuclepore یا Gelman). (شکل ۱)

d- در قسمت خروجی کاست پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل و فیلتر را قرار داده و پوشش الحاقی را با دقت قرار دهید.

e- در قسمت ورودی (بالای) پوشش الحاقی پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل و پیش فیلتر را قرار داده و قسمت ورودی کاست را با دقت قرار دهید.

f- کاست را با باند یا نوار بپوشانید.

۵۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۳، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
۶۰- یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایتی، مهارکننده میکروغشایی آنیون AMMS، دستگاه ثبت نمودار و ستون

۶۱- بطری ۳۰ میلی لیتری، با دهانه پیچ دار، پلی اتیلنی، با رنگ مات یا کهربایی

۶۲- میکرو پیپت مصرفی

۶۳- پیپت ۲۰ میلی لیتری

۶۴- بالن ژوژه ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۶۵- انبرک

نمونه برداری:

۲۸- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۲۹- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۳۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $1 - 0.3 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۲ تا ۹۰ لیتر انجام دهید.

۳۱- درپوش نمونه بردار را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.

آماده سازی:

نکته: هالیدهای نقره نسبت به نور حساس هستند. هنگام انتقال و آماده سازی، نمونه ها را از نور دور نگه دارید.

۲۲- در محیط کم نور یا در زیر نور قرمز، کاست را باز کرده و فیلتر را به بطری کهربایی رنگ انتقال دهید. ۳ میلی لیتر $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ۶ میلی مولار را افزوده و درپوش بطری را ببندید. نکته: می توانید پیش فیلتر را دور انداخته، یا اینکه آن را برای آنالیز هالیدهای ذره ای بکار گیرید.

۲۳- به مدت ۱۰ دقیقه نمونه ها را رها کنید، البته گهگاهی آن را بچرخانید.

نکته: زمانی که نمونه ها واجذب می شوند، دیگر حساسیت چندانی به نور ندارند.

۲۴- درپوش بطری را باز کرده و ۷ میلی لیتر آب مقطر به آن بیفزایید و حجم محلول را به ۱۰ میلی لیتر برسانید.

۲۵- برای تزریق مستقیم نمونه یا انتقال آن به ویال اتوسمپلر، نمونه را به سرنگ پلاستیکی انتقال دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۵ میکروگرم کلراید را در هر میلی لیتر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید.

- استانداردهای کاربردی را به طور هفتگی آماده کنید.

- استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در برابر میکروگرم یون کلراید در هر نمونه).
- ۱۵- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۹- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون کلراید
- حلال: NaHCO_3 ۰/۲۵ میلی مولار / Na_2CO_3 ۴ میلی مولار / پاراسیانوفول ۰/۷۸ میلی مولار (۲ mL/min)
- جداسازی: ۳ میلی لیتر $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ۶ میلی مولار
- حجم تزریق: ۵۰ μL
- ستون ها: Dionex HPIC-AG4A guard, HPIC-AS4A separator, MFC-1 precolumn, AMMS anion suppressor
- نکته: مقادیر بالای Ag^+ و $\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2$ عملکرد ستون را مختل می کند.
- ۲۰- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را به طور دستی یا توسط اتوسمپلر تزریق کنید. در تزریق دستی برای اطمینان از شسته شدن کامل لوپ نمونه ۲-۳ mL نمونه را تزریق کنید.
- ۲۱- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.
- نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با آب مقطر رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

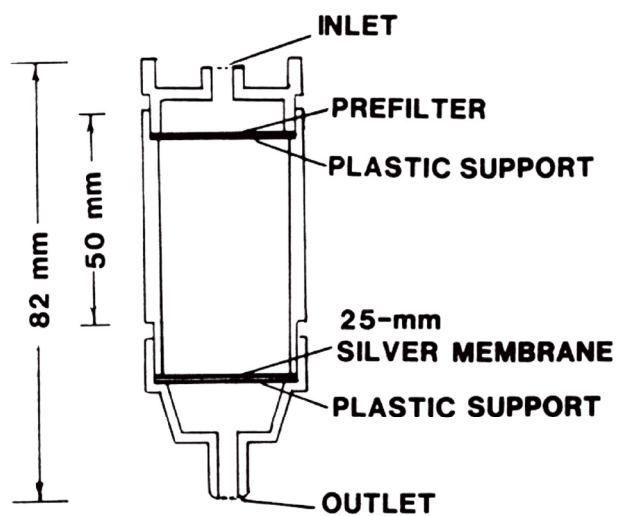
مداخله گرها: سولفید هیدروژن ایجاد تداخل منفی می کند. هیدروکلریدریک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند.

محاسبات:

- ۱۴- جرم بر حسب میکروگرم یون کلراید موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.
- ۱۵- محاسبه غلظت (C) کلرین در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{ mg/m}^3$$

شکل ۱- نمونه بردار فیلتر نقره ای



کربن مونوکسید	carbon monoxide
فرمول شیمیایی: CO	CAS: 630-08-0
وزن مولکولی: ۲۸	RTECS: FG3500000
اسامی مترادف: کربن اکسید؛ کربنیک اکسید؛ گاز دودکش ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش °C ۱۹۲-؛ نقطه ذوب °C ۲۰۷-؛ فشار بخار ۰/۹۶۷ (air=1)؛ حد اشتعال (انفجار) در هوا ۱۲/۵ تا ۷۴/۲ درصد	
حدمجاز: OSHA: 50 ppm	NIOSH: 35 ppm, 200 ppm C
ACGIH: 25 ppm	
احتیاطات ویژه: کربن مونوکسید شدیداً قابل اشتعال بوده و ریسک بالای حریق و انفجار دارد. همچنین در صورت مواجهه تنفسی سمی است.	
مواد و محلولهای لازم: گاز کالیبراسیون مونوکسید کربن، ۵۰ - ۲۰ ppm؛ به صورت سیلندر گاز فشرده به همراه تنظیم کننده فشار مناسب	
وسایل و تجهیزات لازم: ۲۰۳۱- پایشگر مونوکسید کربن: Envirocheck I single sensor CO Monitor: CO262 or STX70؛ یا سایر پایشگرهای الکتروشیمیایی مونوکسید کربن با عملکرد مشابه ۲۰۳۲- پمپ نمونه بردار فردی با دبی ۰/۲۵ L/min، دارای ورودی و خروجی، جهت پر کردن کیسه نمونه و آنالیز آن به هنگامی که لازم است آنالیز در خارج از محل صورت گیرد. ۲۰۳۳- کیسه هوا، آلومینایزه؛ ۲ لیتری یا سایر اندازه های مناسب ۲۰۳۴- باتری جایگزین یا شارژر برای پایشگر	
نمونه برداری: ۱۱۲۱- پایشگر را در همان شرایط دمایی و رطوبت نسبی محل نمونه برداری، توسط هوای فاقد مونوکسید کربن در حالت صفر تنظیم کنید.	

نکته: حساسیت پایشگرها نسبت دما بیشتر از حساسیت آن به رطوبت نسبی است.

۱۱۲۲- جهت پایش فردی، پایشگر را نزدیک ناحیه تنفسی کارگر نگه دارید

۱۱۲۳- جهت پایش محیطی، پایشگر را در محیطی که دارای گردش هوای مناسبی است و در ارتفاع ۶۰ تا ۷۰ اینچی سطح زمین قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۷۹- پایشگر را توسط ترکیب استاندارد کالیبراسیون مونوکسید کربن در هوا (در سیلندر گاز فشرده نگهداری می شود) در غلظت توصیه شده توسط سازنده پایشگر (معمولاً ۵۰ - ۲۰ ppm مونوکسید کربن) کالیبره کنید.

۶۸۰- کالیبراسیون را روزانه چک کرده و در صورتی که پایشگر در نمایش دادن غلظت یک گاز با غلظت معلوم بیش از ۵٪ خطا داشت، یا بر اساس توصیه سازنده دستگاه دوباره کالیبره کنید.

مداخله گرها:

تعدادی از آلاینده های گازی شکل (مانند SO_2 ، NO_2 و ...) می توانند در غلظت های بالاتر از ۵ ppm ایجاد تداخل کنند. اگر به وجود این ترکیبات مظنون هستید از پایشگر مجهز به سیستم تصفیه کننده مداخله گرها استفاده کنید.

محاسبات: غلظت کربن مونوکسید را بر حسب ppm مستقیماً از نمایشگر دستگاه پایشگر مونوکسید کربن بخوانید.

مونوکسید نیتروژن	nitrogen monoxide
فرمول شیمیایی: NO	CAS: 10102-43-9
وزن مولکولی: ۳۰/۰۱	RTECS: QX0525000
اسامی مترادف: نیتریک اکساید	
ویژگی ها: گاز؛ چگالی بخار ۱ (هوا=۱)؛ نقطه جوش °C ۱۵۱/۷ -	
حدمجاز: NIOSH: 25 ppm ACGIH: 25 ppm OSHA: 25 ppm	
1 ppm NO = 1.227 mg/m ³ @ NTP	
احتیاطات ویژه:	
اسیدهای غلیظ برای پوست و غشای مخاطی خورنده هستند. با این ترکیبات صرفاً در زیر هود کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۳۱۸- تری اتانول آمین (TEA)، خلوص آزمایشگاهی	
۳۱۹-N- بوتانول، خلوص آزمایشگاهی	
۳۲۰- اسید فسفریک (H ₃ PO ₄) غلیظ، خلوص آزمایشگاهی	
۳۲۱-N- (۱-نفتل) اتیلن دی آمین دی هیدروکلراید (NEDA)	
۳۲۲- نیتريت سدیم (NaNO ₂)	
۳۲۳- محلول جاذب؛ ۱۵ گرم تری اتانول آمین را در ۵۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کرده سپس ۰/۵ میلی لیتر n- بوتانول به آن اضافه کرده و به حجم ۱ لیتر برسانید.	
۳۲۴- محلول آب اکسیژنه (H ₂ O ₂) ۰/۲٪ (V/V)؛ ۰/۲ میلی لیتر H ₂ O ₂ ۳۰٪ را در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری با آب دیونیزه به حجم برسانید.	
۳۲۵- محلول سولفانامید؛ ۱۰ گرم سولفانامید را در ۴۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کرده، سپس ۲۵ میلی لیتر اسید فسفریک غلیظ به آن اضافه کنید و به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید.	
۳۲۶- محلول NEDA؛ ۰/۵ گرم n- (۱-نفتل) اتیلن دی آمین دی هیدروکلراید (NEDA) را در ۵۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید.	

۳۲۷- محلول کالیبراسیون مادر، NO_2 ۱۰۰ g/mL؛ ۱۵ گرم NaNO_2 را در الیتر آب دیونیزه حل کنید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۵- نمونه بردار: نمونه گیر شیشه ای سه قسمتی با قطر خارجی ۷ mm به همراه درپوش پلاستیکی و نگهدارنده ی پشم شیشه ای که شامل لوله های A، B و C است.

لوله A: حاوی ۴۰۰ میلی گرم مولکروسیو با مش ۴۰-۳۰، پوشش داده شده با تری اتانول آمین (TEA)

لوله B: حاوی ۸۰۰ میلی گرم ماده اکسید کننده کرومات به منظور تبدیل NO به NO_2

لوله C: مانند لوله A

سه لوله به صورت سری توسط یک لوله انعطاف پذیر به هم متصل شده اند به طوری که لوله C به پمپ وصل می گردد.

۱۷۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی 0.25 ± 0.2 L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۷۷- دستگاه اسپکتروفتومتر UV-VIS با طول موج ۵۴۰ نانومتر به همراه کوت ۱ سانتی متری از جنس سیلیکا

۱۷۸- بشر ۱۰۰ میلی لیتری

۱۷۹- بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری

۱۸۰- پیپت ۱، ۵ و ۱۰ میلی لیتری و اندازه های مناسب دیگر

۱۸۱- کرومومتر

نمونه برداری:

۱۱۲۴- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۱۱۲۵- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۱۱۲۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص در گستره 0.25 ± 0.2 L/min انجام دهید.

۱۱۲۷- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید. به تعداد کافی نمونه شاهد تهیه کنید.

آماده سازی:

- ۷۰- جاذب لوله های A و C را به دو بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری (جداگانه) منتقل کنید و قطعات پشم شیشه و ماده اکسید کننده (لوله B) را دور بیندازید.
- ۷۱- محلول جاذب را به هر یک از نمونه ها اضافه کرده و به حجم برسانید.
- ۷۲- درپوش بالن ژوژه را گذاشته و به مدت ۳۰ ثانیه تکان دهید، سپس اجازه دهید جامدات موجود در آن ته نشین شود.
- ۷۳- ۱۰ میلی لیتر از نمونه استخراج شده را به یک بالن ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید. نکته: آماده کردن شاهد آزمایشگاهی را نیز در این مرحله انجام دهید.
- ۷۴- ۱ mL از محلول پراکسید هیدروژن (H_2O_2)، ۱۰ میلی لیتر از محلول سولفانامید و ۱/۴ میلی لیتر از محلول NEDA را به بالن ژوژه اضافه کرده و پس از افزودن هر کدام از موارد فوق، آنها را مخلوط کنید.
- ۷۵- برای شکل گیری کامل رنگ، ۱۰ دقیقه صبر کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۸- روزانه کالیبراسیون را با حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی ۱ تا ۱۸ میکروگرم یون نیتريت به ازای هر ۱۰ نمونه انجام دهید.
- محلول های استاندارد را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مرحله ۶-۳ آماده سازی و ۳-۱ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکروگرم NO_2)
توضیح: برای رسم منحنی کالیبراسیون ۶ استاندارد کاربردی از محلول استاندارد مادر نیتريت با $100 \mu g/mL$ مورد نیاز است. مقادیر $10 \mu L$ ، $30 \mu L$ ، $60 \mu L$ ، $90 \mu L$ ، $120 \mu L$ و $150 \mu L$ از استاندارد مادر را در شش بالن ژوژه ۲۵ میلی لیتری ریخته و در یک بالن دیگر استاندارد را اضافه نمی کنیم (نمونه صفر). سپس ۱۰ mL از محلول جاذب را در هر یک از بالن ها ریخته و مخلوط می کنیم و در مرحله بعد ۱ mL پراکسید هیدروژن، ۱۰ mL محلول سولفانامید و ۱/۴ mL محلول NEDA به بالن ها اضافه کرده و سپس

آنها را مخلوط کنید و بعد از ۱۰ دقیقه (برای کامل شدن رنگ) با استفاده از دستگاه اسپکتروفوتومتر با طول موج ۵۴۰ nm قرائت کرده و منحنی کالیبراسیون را رسم کنید.

اندازه گیری:

- ۶۸۰- طول موج دستگاه اسپکتروفوتومتر را در طول موج ۵۴۰ nm تنظیم کنید.
 ۶۸۱- با محلول شاهد آزمایشگاهی صفر دستگاه را تنظیم کنید.
 ۶۸۲- نمونه های آماده شده را به کووت منتقل کرده و میزان جذب را قرائت کنید.

مداخله گر ها:

هر ترکیبی که با معرف های آزمایشگاهی رنگ سنجی واکنش دهد می تواند ایجاد تداخل نماید.

محاسبات:

۴۹- نمونه های اصلی شامل بخش های A و C آماده شده را در دستگاه گذاشته و با مقایسه میزان جذب آن با منحنی استاندارد جرم NO_2 در هر یک بر حسب میکرو گرم بدست می آید.

۵۰- غلظت NO را بر حسب mg/m^3 با توجه به حجم هوای نمونه برداری شده محاسبه کنید:

$$C_{\text{NO}} = \frac{(W_C - B_C) \times 0.652}{0.63V}, \text{mg/m}^3$$

C = غلظت NO در هوا (mg/m^3)

W_C = مقدار NO_2 در لوله $C(\mu\text{g})$

B_C = مقدار NO_2 در لوله C نمونه شاهد (μg)

0.63 = فاکتور تبدیل

0.652 = فاکتور تبدیل نسبت وزن مولکولی NO به NO_2

V = حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر

nitric oxide	نیتریک اکساید
10102-43-9 :CAS	فرمول شیمیایی: NO
QX0525000 :RTECS	وزن مولکولی: ۳۰/۱
	اسامی مترادف: مونوکسید نیتروژن
	ویژگی ها: گاز؛ چگالی بخار ۱ (هوا=۱)؛ نقطه جوش °C ۱۵۱/۷ -
NIOSH: 25 ppm ACGIH: 25 ppm OSHA: 25 ppm	حدمجاز:
1 ppm NO = 1.227 mg/m ³ @ NTP	
	احتیاطات ویژه:
	اسیدهای غلیظ برای پوست و غشای مخاطی خورنده هستند. با این ترکیبات صرفاً در زیر هود کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۳۲۸- تری اتانول آمین (TEA)، خلوص آزمایشگاهی
	۳۲۹-N- بوتانول، خلوص آزمایشگاهی
	۳۳۰- اسید فسفریک (H ₃ PO ₄) غلیظ، خلوص آزمایشگاهی
	۳۳۱-N- (۱-نفتل) اتیلن دی آمین دی هیدروکلراید (NEDA)
	۳۳۲- نیتريت سدیم (NaNO ₂)
	۳۳۳- محلول جاذب؛ ۱۵ گرم تری اتانول آمین را در ۵۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کرده سپس ۰/۵ میلی لیتر n- بوتانول به آن اضافه کرده و به حجم ۱ لیتر برسانید.
	۳۳۴- محلول آب اکسیژنه (H ₂ O ₂) ۰/۲٪ (V/V)؛ ۰/۲ میلی لیتر H ₂ O ₂ ۳۰٪ را در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری با آب دیونیزه به حجم برسانید.
	۳۳۵- محلول سولفانامید؛ ۱۰ گرم سولفانامید را در ۴۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کرده، سپس ۲۵ میلی لیتر اسید فسفریک غلیظ به آن اضافه کنید و به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید.
	۳۳۶- محلول NEDA؛ ۰/۵ گرم n- (۱-نفتل) اتیلن دی آمین دی هیدروکلراید (NEDA) را در ۵۰۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید.
	۳۳۷- محلول کالیبراسیون مادر، ۱۰۰ g/mL NO ₂ ؛ ۱۵ گرم NaNO ₂ را در ۱ لیتر آب

دیونیزه حل کنید.

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۱۸۲- نمونه بردار: نمونه گیر شیشه ای سه قسمتی با قطر خارجی ۷ mm به همراه درپوش پلاستیکی و نگهدارنده ی پشم شیشه ای که شامل لوله های A ، B و C است.
- لوله A: حاوی ۴۰۰ میلی گرم مولکروسیو با مش ۴۰ - ۳۰ ، پوشش داده شده با تری اتانول آمین (TEA)
- لوله B: حاوی ۸۰۰ میلی گرم ماده اکسید کننده کرومات به منظور تبدیل NO به NO₂
- لوله C: مانند لوله A
- سه لوله به صورت سری توسط یک لوله انعطاف پذیر به هم متصل شده اند به طوری که لوله C به پمپ وصل می گردد.
- ۱۸۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۰۲۵ L/min - ۰/۲ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۱۸۴- دستگاه اسپکتروفتومتر UV-VIS با طول موج ۵۴۰ نانومتر به همراه کوت ۱ سانتی متری از جنس سیلیکا
- ۱۸۵- بشر ۱۰۰ میلی لیتری
- ۱۸۶- بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری
- ۱۸۷- پیپت ۱، ۵ و ۱۰ میلی لیتری و اندازه های مناسب دیگر
- ۱۸۸- کروномتر

نمونه برداری:

- ۱۱۲۸- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۱۲۹- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۱۱۳۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص در گستره ۵% ± ۰/۰۲۵ L/min انجام دهید.
- ۱۱۳۱- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید. به تعداد کافی

نمونه شاهد تهیه کنید.

آماده سازی:

- ۷۶- جاذب لوله های A و C را به دو بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری (جداگانه) منتقل کنید و قطعات پشم شیشه و ماده اکسید کننده (لوله B) را دور بیندازید.
- ۷۷- محلول جاذب را به هر یک از نمونه ها اضافه کرده و به حجم برسانید.
- ۷۸- درپوش بالن ژوژه را گذاشته و به مدت ۳۰ ثانیه تکان دهید، سپس اجازه دهید جامدات موجود در آن ته نشین شود.
- ۷۹- ۱۰ میلی لیتر از نمونه استخراج شده را به یک بالن ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید.
- نکته: آماده کردن شاهد آزمایشگاهی را نیز در این مرحله انجام دهید.
- ۸۰- ۱ mL از محلول پراکسید هیدروژن (H_2O_2)، ۱۰ میلی لیتر از محلول سولفانامید و ۱/۴ میلی لیتر از محلول NEDA را به بالن ژوژه اضافه کرده و پس از افزودن هر کدام از موارد فوق، آنها را مخلوط کنید.
- ۸۱- برای شکل گیری کامل رنگ، ۱۰ دقیقه صبر کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۹- روزانه کالیبراسیون را با حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی ۱ تا ۱۸ میکروگرم یون نیتريت به ازای هر ۱۰ نمونه انجام دهید.
- محلول های استاندارد را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مرحله ۳-۶ آماده سازی و ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکروگرم NO_2)
- توضیح: برای رسم منحنی کالیبراسیون ۶ استاندارد کاربردی از محلول استاندارد مادر نیتريت با $100 \mu g/mL$ مورد نیاز است. مقادیر $10 \mu L$ ، $30 \mu L$ ، $60 \mu L$ ، $90 \mu L$ ، $120 \mu L$ و $150 \mu L$ از استاندارد مادر را در شش بالن ژوژه ۲۵ میلی لیتری ریخته و در یک بالن دیگر استاندارد را اضافه نمی کنیم (نمونه صفر). سپس ۱۰ mL از محلول جاذب را در هر یک از بالن ها ریخته و مخلوط می کنیم و در مرحله بعد ۱ mL پراکسید هیدروژن، ۱۰ mL محلول سولفانامید و ۱/۴ mL محلول NEDA به بالن ها اضافه کرده و سپس آنها را مخلوط کنید و بعد از ۱۰ دقیقه (برای کامل شدن رنگ) با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر

با طول موج nm ۵۴۰ قرائت کرده و منحنی کالیبراسیون را رسم کنید.

اندازه گیری:

۶۸۳- طول موج دستگاه اسپکتروفتومتر را در طول موج nm ۵۴۰ تنظیم کنید.

۶۸۴- با محلول شاهد آزمایشگاهی صفر دستگاه را تنظیم کنید.

۶۸۵- نمونه های آماده شده را به کووت منتقل کرده و میزان جذب را قرائت کنید.

مداخله گر ها:

هر ترکیبی که با معرف های آزمایشگاهی رنگ سنجی واکنش دهد می تواند ایجاد تداخل نماید.

محاسبات:

۵۱- نمونه های اصلی شامل بخش های A و C آماده شده را در دستگاه گذاشته و با مقایسه میزان جذب آن با منحنی استاندارد جرم NO_2 در هر یک بر حسب میکرو گرم بدست می آید.

۵۲- غلظت NO را بر حسب mg/m^3 با توجه به حجم هوای نمونه برداری شده محاسبه کنید:

$$C_{\text{NO}} = \frac{(W_C - B_C) \times 0.652}{0.63V}, \text{mg/m}^3$$

C = غلظت NO در هوا (mg/m^3)

W_C = مقدار NO_2 در لوله C (μg)

B_C = مقدار NO_2 در لوله C نمونه شاهد (μg)

۰/۶۳ = فاکتور تبدیل

۰/۶۵۲ = فاکتور تبدیل نسبت وزن مولکولی NO به NO_2

V = حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر

هیدروژن آرسنید	hydrogen arsenide
فرمول شیمیایی: AsH_3	CAS: 7784-42-1
وزن مولکولی: ۷۷/۹۵	RTECS: CG6475000
اسامی مترادف: آرسین؛ آرسنیک تری هیدرید	
ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $^{\circ}\text{C}$ ۶۲/۵-؛ نقطه ذوب $^{\circ}\text{C}$ ۱۱۶/۳-؛ دانسیته g/mL ۳/۴۸۴ در $^{\circ}\text{C}$ ۲۰	
حدمجاز:	OSHA: 0.05 ppm
	NIOSH: 0.002 mg/m^3 /15 min C; carcinogen
	ACGIH: 0.05 ppm; carcinogen
احتیاطات ویژه:	
هیدروژن آرسنید سرطانزایی انسانی است. با کلیه اسیدهای غلیظ در زیرهود کار کنید. هیدروژن آرسنید از راه جذب تنفسی بینهایت سمی است، در زیر هود دارای تهویه مناسب با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۵۸۲- آب مقطر دیونیزه	
۱۵۸۳- اسید نیتریک غلیظ	
۱۵۸۴- اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار؛ ۰/۴ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با ۱ لیتر آب مقطر رقیق کنید.	
۱۵۸۵- اسید نیتریک ۰/۱ مولار؛ ۴ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با ۱ لیتر آب مقطر رقیق کنید	
۱۵۸۶- محلول استوک آرسنیک، $1000 \mu\text{g/mL}$ آرسنیک ۳ ظرفیتی؛ $1/322$ گرم As_2O_3 خشک شده را در ۱۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک ۰/۱ مولار حل کرده و با اسید نیتریک ۰/۱ مولار حجم ۱ لیتر برسانید.	
۱۵۸۷- محلول استوک کالبراسیون، $1 \mu\text{g/mL}$ آرسنیک ۳ ظرفیتی؛ ۰/۱ میلی لیتر محلول استوک آرسنیک ($1000 \mu\text{g/mL}$ آرسنیک) را با اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. محلول ها را روزانه آماده کنید.	

۱۵۸۸- محلول نیترات نیکل، $1000 \mu\text{g/mL}$ نیکل؛ $3/112$ گرم $\text{Ni(NO}_3)_2$ خشک شده را در ۱۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک ۰/۱ مولار حل کرده و با اسید نیتریک ۰/۱ مولار حجم ۱ لیتر برسانید.

۱۵۸۹- آرگون؛ فشرده

۱۵۹۰- هیدروژن آرسنید ۹۹٪؛ یا ترکیب آن در نیتروژن

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۰۳۵- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در صورت وجود ذرات آرسنیک، از یک فیلتر غشایی استرسلولزی در جلوی نمونه بردار استفاده کنید.

۲۰۳۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۰۳۷- دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی، با کوره گرافیتی، لوله های غیر پیرولیتیک، تصحیح کننده زمینه، تخلیه الکتریکی بدون الکتروود یا لامپ هالوکاند برای آرسنیک

۲۰۳۸- بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری و ۱ لیتری

۲۰۳۹- میکروپیت ۵ تا ۵۰۰ میکرولیتری

۲۰۴۰- لوله سانتیفیوژ ۱۰ یا ۱۵ میلی لیتری

۲۰۴۱- حمام التراسونیک

۲۰۴۲- دستگاه سانتیفیوژ

۲۰۴۳- سرنگ مخصوص گاز، ۰/۱ میلی لیتری با درجه بندی ۱ میکرولیتری

نکته: قبل از استفاده از تجهیزات شیشه ای آنها را با اسید نیتریک غلیظ و سپس با آب مقطر بشوئید.

نمونه برداری:

- ۱۱۳۲- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۱۳۳- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشوئید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- نکته: در صورت وجود ذرات آرسنیک، از یک فیلتر غشایی استرسولوزی در جلوی نمونه بردار استفاده کنید.
- ۱۱۳۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 0.2 L/min - 0.1 برای عبور حجم هوای 0.1 تا 10 لیتر انجام دهید.
- ۱۱۳۵- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۷۷۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در لوله های سانتریفیوژ جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۷۷۵- 1 mL اسید نیتریک 0.1 مولار را به هر کدام از لوله ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۷۷۶- لوله ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام التراسونیک تکان دهید.
- ۷۷۷- لوله ها را در دستگاه سانتریفیوژ قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۸۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی 0.04 تا 0.3 میکرو گرم هیدروژن آرسنید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون و اسید نیتریک 0.1 مولار را برای تهیه محلول ۱ لیتری به لوله سانتریفیوژ که حاوی ۱۰۰ میلی گرم ذغال فعال (شاهد) است بیفزایید.
 - استانداردها را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۲۱ و ۲ نمونه برداری).

یک استاندارد کاربردی را برای هر ۵ نمونه به جهت چک کردن انحراف دستگاهی آنالیز کنید.

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکرو گرم آرسنیک).
- ۶۸۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره $2-40 \mu\text{g/sample}$ آرسنیک، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از گاز هیدروژن آرسنید خالص را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم آرسنیک بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۸۳- سه شاهد spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی و کوره را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آرسنیک
- جداساز: ۱ mL اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار
- طول موج: ۱۹۳/۷ نانومتر
- حجم تزریق: ۵۰ μL
- شرایط کوره گرافیتی: ۴۰ ثانیه در دمای 110°C خشک شود؛ ۱۵ ثانیه در دمای 120°C نیمسوز شود؛ ۷ ثانیه در دمای 2540°C اتمایزه شود
- ۶۸۶- قبل از شروع آنالیز ۵۰ میکرولیتر محلول نیترات نیکل را تزریق کنید. سپس ۵۰ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کرده، و مساحت پیک را محاسبه کنید.

نکته ۱: اگر میزان جذب نمونه بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اسید نیتریک ۰/۰۱ مولار رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۲: تکرار پذیری پیک جذب را برای استانداردهای کاربردی بررسی کنید. اگر نتایج نامعقولی مشاهده شد، پارامترهای دستگاهی را بهینه کرده و لوله گرافیتی را جایگزین کنید.

مداخله گر ها: سایر ترکیبات آرسنیک (گاز یا ذرات) می توانند ایجاد تداخل مثبت کنند. استفاده از یک فیلتر غشایی استرسولوزی در جلوی نمونه بردار می تواند ذرات را حذف کند.

محاسبات:

۴۸۱- جرم بر حسب μg هیدروژن آرسنید موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را از طریق ضرب کردن جرم آرسنیک موجود در این بخش ها در ۱/۰۴ (وزن مولکولی هیدروژن آرسنید تقسیم بر وزن مولکولی آرسنیک) محاسبه کنید.

نکته: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشست کرده و نمونه از دست می رود.

۴۸۲- محاسبه غلظت (C) هیدروژن آرسنید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$$

hydrogen sulfide	هیدروژن سولفید
CAS: 7783-06-4	فرمول شیمیایی: H_2S
RTECS: MX1225000	وزن مولکولی: ۳۴/۰۸
اسامی مترادف: هیدروژن سولفورده؛ هیدروسولفوریک اسید؛ گاز کبدی؛ stink damp ویژگی ها: گاز؛ دانسیته (مایع) ۱/۵۴ g/mL در صفر درجه؛ نقطه جوش $60^{\circ}C$؛ فشار بخار ۱/۱۹ (air=1)؛ گستره انفجار ۳/۴٪ تا ۴۶٪ حجمی در هوا	
NIOSH: 20 ppm C	حدمجاز: ACGIH: 10ppm/10 min C OSHA: 10ppm, 15 ppm STEL
احتیاطات ویژه: هیدروژن پیروکسید یک اکسیدکننده قوی بوده که موجب سوختگی پوست و غشای مخاطی است. اسید سولفوریک و هیدروکسید سدیم اثر خوردگی زیادی بر همه بافت های بدن دارد. با این ترکیبات در زیر هود کار کرده و از لباس و عینک حفاظتی مناسب استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۵۷- محلول هیدروکسید آمونیوم، ۲۵٪ ۵۸- پیروکسید هیدروژن، ۳۰٪ ۵۹- هیدروکسید سدیم، ۵۰٪ (وزنی/حجمی) ۶۰- محلول استخراج، NH_4OH ۰/۲ مولار ۶۱- حلال: هیدروکسید سدیم ۴۰ میلی مولار؛ ۴/۱۶ mL هیدروکسید سدیم ۵۰٪ را با آب مقطر دیونیزه به حجم ۲ لیتر برسانید. ۶۲- محلول مهار کننده: اسید سولفوریک ۰/۲۵ نرمال؛ ۱/۴ mL اسید سولفوریک غلیظ را با آب مقطر دیونیزه به حجم ۲ لیتر برسانید. ۶۳- محلول اولیه ی کالبراسیون، ۱ میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون): ۰/۱۸۱۴ گرم	

سولفات پتاسیم (K_2SO_4) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.

۶۴- هیدروژن سولفید (H_2S)؛ ترکیب گاز کالیبراسیون

وسایل و تجهیزات لازم:

۶۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۰ cm، قطر خارجی ۸ mm و قطر داخلی ۶ mm، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد؛ حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی ذغال فعال (۴۰۰ میلی گرم بخش جلویی و ۲۰۰ میلی گرم بخش عقبی) که توسط یک لایه ۶ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده اند. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۶ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند. پیش فیلتر پلی تترا فلورو اتیلن Zefluor ۲۵ میلی متری با پورسایز ۰/۴۵ میکرومتر، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک خلل و فرج دار، در کاست ۲۵ میلی متری

۶۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱/۵ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۶۸- یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایت گرمایی، دستگاه ثبت نمودار و ستون

۶۹- ویال اتوسمپلر، ۴ میلی لیتری، با در پوش پیچ دار PTFE

۷۰- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش

۷۱- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری

۷۲- فیلتر های سرنگ، ۱۳ میلی متری و پورسایز ۰/۸ میکرونی

۷۳- میکرو پیپت مصرفی

۷۴- پیپت، ۲، ۳ و ۵ میلی لیتری

۷۵- بالن ژوژه ۱۰ و ۲۵ میلی لیتری

۷۶- میکسر گردابی

نمونه برداری:

۳۲- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۳۳- قبل از نمونه برداری پیش فیلتر را توسط لوله رابط کوتاه وصل کرده و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۳۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۴۰ لیتر انجام دهید.

۳۵- درپوش پلاستیکی لوله جاذب و درپوش کاست پیش فیلتر را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.

آماده سازی:

۲۶- محتوی بخش عقبی و جلویی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه پشم شیشه و فوم اورتان را دور بیندازید.

۲۷- ۲ میلی لیتر از NH_4OH ۰/۲ مولار و ۵ میلی لیتر H_2O_2 را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و درپوش آن را شل ببندید.

۲۸- حداقل ۱۰ دقیقه منتظر بمانید تا واکنش انجام شود، سپس درپوش آن را محکم بسته و به مدت ۳۰ دقیقه تکان دهید.

۲۹- محلول را با آب مقطر تا حجم ۱۰ لیتر رقیق کنید، سپس درپوش آن را بسته به شدت تکان دهید.

۳۰- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۱ تا ۲۰ میکروگرم از آنیون سولفات را در هر میلی لیتر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۱۰ یا ۲۵ میلی لیتری با آب مقطر به حجم میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در برابر میکروگرم SO_4^{2-} در هر نمونه).

۱۷- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج

غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. - غلظت هایی از H_2S را توسط مخلوط گاز کالیبراسیون آماده کنید. - نمونه ها را در دبی 1 L/min به مدت ۳۰ دقیقه جمع آوری کنید. - درپوش لول ها را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید. - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری). - نموداری از راندمان جذب در برابر میکروگرم سولفات بازیافت شده ترسیم کنید. ۱۸- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.	اندازه گیری: ۲۲- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید: - آنالیت (ماده مورد تجزیه): SO_4^{2-} (یون سولفات) - حلال: هیدروکسید سدیم ۴۰ میلی مولار - جداسازی: ۲ میلی لیتر از NH_4OH ۰/۲ مولار بعلاوه ۵ میلی لیتر H_2O_2 ۳۰٪ - حجم تزریق: $50\text{ }\mu\text{L}$ - ستون ها: Ion-Pac AS4A separator ۲۳- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را به صورت دستی یا با استفاده از اتوسمپلر تزریق کنید. ۲۴- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید. نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با آب رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.
مداخله گر ها: دی اکسید گوگرد تداخل مثبت ایجاد می کند.	محاسبات: ۱۶- جرم بر حسب میکروگرم (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنیون (SO_4^{2-}) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله

شاهد محاسبه کنید.

نکته: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشست کرده و نمونه از دست می رود.

۱۷- محاسبه غلظت (C) هیدروژن سولفید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون سولفات به هیدروژن سولفید) = 0.3548 (نسبت وزن مولکولی H_2S به وزن مولکولی SO_4^{2-})

هیدروسولفوریک اسید	hydrosulfuric acid
فرمول شیمیایی: H_2S	CAS: 7783-06-4
وزن مولکولی: ۳۴/۰۸	RTECS: MX1225000
اسامی مترادف: هیدروژن سولفور شده؛ هیدروژن سولفید؛ گاز کبدی؛ stink damp ویژگی ها: گاز؛ دانسیته (مایع) $1/54 \text{ g/mL}$ در صفر درجه؛ نقطه جوش 60°C؛ فشار بخار $1/19$ ($air=1$)؛ گستره انفجار $4/3\%$ تا 46% حجمی در هوا	
حدمجاز: NIOSH: 20 ppm C ACGIH: 10ppm/10 min C OSHA: 10ppm, 15 ppm STEL	
احتیاطات ویژه: هیدروژن پیروکسید یک اکسیدکننده قوی بوده که موجب سوختگی پوست و غشای مخاطی است. اسید سولفوریک و هیدروکسید سدیم اثر خوردگی زیادی بر همه بافت های بدن دارد. با این ترکیبات در زیر هود کار کرده و از لباس و عینک حفاظتی مناسب استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۶۵- محلول هیدروکسید آمونیوم، 25% ۶۶- پیروکسید هیدروژن، 30% ۶۷- هیدروکسید سدیم، 50% (وزنی/حجمی) ۶۸- محلول استخراج، NH_4OH $0/2$ مولار ۶۹- حلال: هیدروکسید سدیم 40 میلی مولار؛ $4/16 \text{ mL}$ هیدروکسید سدیم 50% را با آب مقطر دیونیزه به حجم 2 لیتر برسانید. ۷۰- محلول مهار کننده: اسید سولفوریک $0/025$ نرمال؛ $1/4 \text{ mL}$ اسید سولفوریک غلیظ را با آب مقطر دیونیزه به حجم 2 لیتر برسانید. ۷۱- محلول اولیه ی کالیبراسیون، 1 میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون): $0/1814$ گرم سولفات پتاسیم (K_2SO_4) را در 100 میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید. ۷۲- هیدروسولفوریک اسید (H_2S)؛ ترکیب گاز کالیبراسیون	

وسایل و تجهیزات لازم:

۷۷- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۰ cm ، قطر خارجی ۸ mm و قطر داخلی ۶ mm ، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد؛ حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی ذغال فعال (۴۰۰ میلی گرم بخش جلویی و ۲۰۰ میلی گرم بخش عقبی) که توسط یک لایه ۶ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده اند. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۶ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند. پیش فیلتر پلی تترا فلورو اتیلن Zefluor ۲۵ میلی متری با پورسایز ۰/۴۵ میکرومتر، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک خلل و فرج دار، در کاست ۲۵ میلی متری

۷۸- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱/۵ - ۰/۱ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۷۹- یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایت گرمایی ، دستگاه ثبت نمودار و ستون

۸۰- ویال اتوسمپلر، ۴ میلی لیتری، با در پوش پیچ دار PTFE

۸۱- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش

۸۲- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری

۸۳- فیلتر های سرنگ ۱۳ میلی متری و پورسایز ۰/۸ میکرونی

۸۴- میکرو پیپت مصرفی

۸۵- پیپت، ۲، ۳ و ۵ میلی لیتری

۸۶- بالن ژوژه ۱۰ و ۲۵ میلی لیتری

۸۷- میکسر گردابی

نمونه برداری:

۳۶- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۳۷- قبل از نمونه برداری پیش فیلتر را توسط لوله رابط کوتاه وصل کرده و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۳۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۴۰ لیتر انجام دهید.

۳۹- درپوش پلاستیکی لوله جاذب و درپوش کاست پیش فیلتر را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.

آماده سازی:

۳۱- محتوی بخش عقبی و جلویی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه پشم شیشه و فوم اورتان را دور بیندازید.

۳۲- ۲ میلی لیتر از NH_4OH ۰/۲ مولار و ۵ میلی لیتر H_2O_2 را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و درپوش آن را شل ببندید.

۳۳- حداقل ۱۰ دقیقه منتظر بمانید تا واکنش انجام شود، سپس درپوش آن را محکم بسته و به مدت ۳۰ دقیقه تکان دهید.

۳۴- محلول را با آب مقطر تا حجم ۱۰ لیتر رقیق کنید، سپس درپوش آن را بسته به شدت تکان دهید.

۳۵- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۱ تا ۲۰ میکروگرم از آنیون سولفات را در هر میلی لیتر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۱۰ یا ۲۵ میلی لیتری با آب مقطر به حجم میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در برابر میکروگرم SO_4^{2-} در هر نمونه).

۲۰- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله ذغال فعال مورد استفاده

در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- غلظت هایی از H_2S را توسط مخلوط گاز کالیبراسیون آماده کنید.

- نمونه ها را در دبی ۱ L/min به مدت ۳۰ دقیقه جمع آوری کنید. - درپوش لول ها را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید. - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری). - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم سولفات بازیافت شده ترسیم کنید. - ۲۱- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.
اندازه گیری: - ۲۵- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید: - آنالیت (ماده مورد تجزیه): SO_4^{2-} (یون سولفات) - حلال: هیدروکسید سدیم ۴۰ میلی مولار - جداسازی: ۲ میلی لیتر از NH_4OH ۰/۲ مولار بعلاوه ۵ میلی لیتر H_2O_2 ۳۰٪ - حجم تزریق: ۵۰ μL - ستون ها: Ion-Pac AS4A separator - ۲۶- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را به صورت دستی یا با استفاده از اتوسمپلر تزریق کنید. - ۲۷- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید. نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با آب رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.
مداخله گر ها: دی اکسید گوگرد تداخل مثبت ایجاد می کند.
محاسبات: ۱۸- جرم بر حسب میکروگرم (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنیون (SO_4^{2-}) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید. نکته: اگر $W_b > W_f/10$، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از

دست می رود.

۱۹- محاسبه غلظت (C) هیدروسولفوریک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b). F}{V}, \text{mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون سولفات به هیدروسولفوریک اسید) = 0.3548 (نسبت وزن مولکولی H_2S به وزن مولکولی SO_4^{2-})

د- آئرسول های معدنی

د-۱- اسیدهای معدنی

ortho-phosphoric acid	ارتوفسفریک اسید
CAS: 7664-38-2 RTECS: TB6300000	فرمول شیمیایی: H_3PO_4 وزن مولکولی: ۹۷/۹۹
اسامی مترادف: فسفریک اسید، متا ارتوفسفریک اسید ویژگی ها: مایع؛ نقطه ذوب $^{\circ}C$ ۲۱؛ نقطه جوش $^{\circ}C$ ۲۶۰؛ فشار بخار ۰/۰۰۳۸ kPa ۲۰ $^{\circ}C$ در (۰/۰۳ mmHg)	
NIOSH: 1mg/m ³ , 3mg/m ³ STEL; ACGIH: 1mg/m ³ , 3mg/m ³ STEL;	حدهجاز: OSHA: 1mg/m ³ , 3mg/m ³ STEL
احتیاطات ویژه: ارتوفسفریک اسید بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خوردندگی بسیار دارد.	
مواد و محلولهای لازم: ۷۳- معرف بی کربنات سدیم ($NaHCO_3$) ۷۴- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3) ۷۵- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است ۷۶- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات ($NaHCO_3$) 1.7 mM یا Na_2CO_3 1.8 mM: ۰/۵۷۱۲ گرم از $NaHCO_3$ و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید. ۷۷- محلول های اولیه ی کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۱۴۳۳ گرم نمک دی فسفات پتاسیم (KH_2PO_4) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم: ۸۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی	

- (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند (Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.
- ۸۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۹۰- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC AG4A، آشکارساز هدایت گرمایی، و دستگاه ثبت نمودار
- ۹۱- حمام آب گرم
- ۹۲- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش
- ۹۳- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری
- ۹۴- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8 \mu\text{m}$ میکرونی
- ۹۵- میکرو پیت مصرفی
- ۹۶- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری
- ۹۷- زمان سنج آزمایشگاهی
- ۹۸- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری
- ۹۹- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

- ۴۰- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۴۱- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۴۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

- ۳۶- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.

- ۳۷- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.
- ۳۸- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
- ۳۹- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
- ۴۰- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۴۱- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
- ۴۲- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (PO_4^{3-}) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.
 - استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
 - برای آنیون (PO_4^{3-}) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

- ۲۸- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): PO_4^{3-}
 - جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم (۱/۷ mM) یا کربنات سدیم (۱/۸ mM)
 - حجم تزریق: ۵۰ μL

- ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A.

۲۹- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-

۳ میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.

نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال

و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.

۳۰- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با

حلال رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گر ها:

ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند.

محاسبات:

۲۰- جرم (بر حسب میکرو گرم) آنیون (PO_4^{3-}) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله

نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید.

۲۱- محاسبه غلظت (C) ارتوفسفریک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب

لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = ۱/۰۳۲

oil of vitriol	جوهر گوگرد
CAS: 7664-93-9 RTECS: W55600000	فرمول شیمیایی: H_2SO_4 وزن مولکولی: ۹۸/۰۸
	اسامی مترادف: سولفوریک اسید
	ویژگی ها: مایع؛ نقطه ذوب $^{\circ}C$ ۳؛ نقطه جوش $^{\circ}C$ ۲۹۰؛ فشار بخار kPa ۰/۰۰۰۱ > ($mmHg$ ۲۰ > در $^{\circ}C$ ۲۰)
	حدمجاز: NIOSH: $1mg/m^3$; ACGIH: $1mg/m^3$, $3mg/m^3$ STEL; OSHA: $1mg/m^3$
	احتیاطات ویژه: جوهر گوگرد بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خوردندگی بسیار دارد.
	مواد و محلولهای لازم: ۷۸- معرف بی کربنات سدیم ($NaHCO_3$) ۷۹- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3) ۸۰- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است ۸۱- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات ($NaHCO_3$) 1.7 mM یا 1.8 mM Na_2CO_3 : ۰/۵۷۱۲ گرم از $NaHCO_3$ و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید. ۸۲- محلول اولیه ی کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۱۸۱۴ گرم سولفات پتاسیم (K_2SO_4) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.
	وسایل و تجهیزات لازم: ۱۰۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار

- موجود هستند (Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.
- ۱۰۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۱۰۲- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC AG4A، آشکارساز هدایت گرمایی، و دستگاه ثبت نمودار
- ۱۰۳- حمام آب گرم
- ۱۰۴- لوله های ساتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش
- ۱۰۵- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری
- ۱۰۶- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8 \mu\text{m}$ میکرونی
- ۱۰۷- میکرو پیت مصرفی
- ۱۰۸- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری
- ۱۰۹- زمان سنج آزمایشگاهی
- ۱۱۰- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری
- ۱۱۱- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

- ۴۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۴۴- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۴۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

- ۴۳- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.
- ۴۴- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی ساتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.

۴۵- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.

۴۶- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.

۴۷- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۴۸- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.

۴۹- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (SO_4^{2-}) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.

- استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.

- استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.

- برای آنیون (SO_4^{2-}) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب μmm یا μ) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

۳۱- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): SO_4^{2-}

- جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم (۱/۷ mM) یا کربنات سدیم (۱/۸ mM)

- حجم تزریق: ۵۰ μL

- ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A.

۳۲- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳

میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.

نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.

۳۳- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گر ها:

ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند.

محاسبات:

۲۲- جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون (SO_4^{2-}) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید.

۲۳- محاسبه غلظت (C) جوهر گوگرد در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = ۱/۰۲۱

سولفوریک اسید	sulfuric acid
فرمول شیمیایی: H_2SO_4	CAS: 7664-93-9
وزن مولکولی: ۹۸/۰۸	RTECS: W55600000
اسامی مترادف: جوهر گوگرد	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه ذوب $^{\circ}C$ ۳؛ نقطه جوش $^{\circ}C$ ۲۹۰؛ فشار بخار kPa ۰/۰۰۰۱ >	
($mmHg$ ۰/۰۰۱ >) در $^{\circ}C$ ۲۰	
حدمجاز: NIOSH: $1mg/m^3$; ACGIH: $1mg/m^3$, $3mg/m^3$ STEL; OSHA: $1mg/m^3$	
احتیاطات ویژه:	
سولفوریک اسید بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خوردندگی بسیار دارد.	
مواد و محلولهای لازم:	
۸۳- معرف بی کربنات سدیم ($NaHCO_3$)	
۸۴- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3)	
۸۵- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است	
۸۶- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات ($NaHCO_3$) 1.7 mM یا Na_2CO_3 1.8 mM : ۰/۵۷۱۲ گرم از $NaHCO_3$ و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
۸۷- محلول اولیه ی کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۱۸۱۴ گرم سولفات پتاسیم (K_2SO_4) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۱۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار	

موجود هستند (Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.
۱۱۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۱۴- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی-HPLC AG4A، آشکارساز هدایت گرمایی، و دستگاه ثبت نمودار

۱۱۵- حمام آب گرم

۱۱۶- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش

۱۱۷- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری

۱۱۸- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8 \mu\text{m}$ میکرونی

۱۱۹- میکرو پیپت مصرفی

۱۲۰- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۲۱- زمان سنج آزمایشگاهی

۱۲۲- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری

۱۲۳- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

۴۶- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۴۷- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۴۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

۵۰- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.

۵۱- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.

- ۵۲- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
- ۵۳- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
- ۵۴- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۵۵- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
- ۵۶- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (SO_4^{2-}) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.
 - استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
 - برای آنیون (SO_4^{2-}) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

- ۳۴- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): SO_4^{2-}
 - جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم ($1/7 \text{ mM}$) یا کربنات سدیم ($1/8 \text{ mM}$)
 - حجم تزریق: $50 \mu L$
 - ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A.
- ۳۵- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳

میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.

نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.

۳۶- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گر ها:

ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند.

محاسبات:

۲۴- جرم (بر حسب میکرو گرم) آنیون (SO_4^{2-}) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید.

۲۵- محاسبه غلظت (C) سولفوریک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = ۱/۰۲۱

فسفریک اسید	phosphoric acid
فرمول شیمیایی: H_3PO_4	CAS: 7664-38-2
وزن مولکولی: ۹۷/۹۹	RTECS: TB6300000
اسامی مترادف: ارتوفسفریک اسید، متافسفریک اسید	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه ذوب $^{\circ}C$ ۲۱؛ نقطه جوش $^{\circ}C$ ۲۶۰؛ فشار بخار ۰/۰۰۳۸ kPa	
(در $^{\circ}C$ ۲۰) ۰/۰۳ mmHg	
حدمجاز:	NIOSH: 1mg/m ³ , 3mg/m ³ STEL; ACGIH: 1mg/m ³ , 3mg/m ³ STEL; OSHA: 1mg/m ³ , 3mg/m ³ STEL
احتیاطات ویژه:	
فسفریک اسید بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خوردگی بسیار دارد.	
مواد و محلولهای لازم:	
۸۸- معرف بی کربنات سدیم ($NaHCO_3$)	
۸۹- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3)	
۹۰- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است	
۹۱- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات ($NaHCO_3$ 1.7 mM یا Na_2CO_3 1.8 mM): ۰/۵۷۱۲ گرم از $NaHCO_3$ و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
۹۲- محلول های اولیه ی کالبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۱۴۳۳ گرم نمک دی فسفات پتاسیم (KH_2PO_4) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۲۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت	

- نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند (Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.
- ۱۲۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۱۲۶- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC-AG4A، آشکارساز هدایت گرمایی، و دستگاه ثبت نمودار
- ۱۲۷- حمام آب گرم
- ۱۲۸- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش
- ۱۲۹- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری
- ۱۳۰- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8 \mu\text{m}$ میکرونی
- ۱۳۱- میکرو پیت مصرفی
- ۱۳۲- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری
- ۱۳۳- زمان سنج آزمایشگاهی
- ۱۳۴- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری
- ۱۳۵- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

- ۴۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۵۰- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکند و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۵۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

- ۵۷- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.
- ۵۸- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به

- همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.
- ۵۹- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
- ۶۰- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
- ۶۱- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۶۲- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
- ۶۳- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (PO_4^{3-}) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.
 - استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
 - برای آنیون (PO_4^{3-}) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

- ۳۷- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): PO_4^{3-}
 - جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم (۱/۷ mM) یا کربنات سدیم (۱/۸ mM)
 - حجم تزریق: ۵۰ μL
 - ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A.

۳۸- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳ میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.

نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.

۳۹- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گر ها:

ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند.

محاسبات:

۲۶- جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون (PO_4^{3-}) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید.

۲۷- محاسبه غلظت (C) فسفریک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = ۱/۰۳۲

متافسفریک اسید	meta-phosphoric acid
فرمول شیمیایی: H_3PO_4	CAS: 7664-38-2
وزن مولکولی: ۹۷/۹۹	RTECS: TB6300000
اسامی مترادف: فسفریک اسید، ارتوفسفریک اسید	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه ذوب $^{\circ}C$ ۲۱؛ نقطه جوش $^{\circ}C$ ۲۶۰؛ فشار بخار ۰/۰۰۳۸ kPa	
	در $^{\circ}C$ ۲۰ (۰/۰۳ mmHg)
حدمجاز:	NIOSH: $1mg/m^3, 3mg/m^3$ STEL;
	ACGIH: $1mg/m^3, 3mg/m^3$ STEL;
	OSHA: $1mg/m^3, 3mg/m^3$ STE
احتیاطات ویژه:	
متافسفریک اسید بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خورندگی بسیار دارد.	
مواد و محلولهای لازم:	
۹۳- معرف بی کربنات سدیم ($NaHCO_3$)	
۹۴- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3)	
۹۵- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است	
۹۶- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات ($NaHCO_3$) 1.7 mM یا Na_2CO_3 1.8 mM : ۰/۵۷۱۲ گرم از $NaHCO_3$ و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
۹۷- محلول های اولیه ی کالبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۱۴۳۳ گرم نمک دی فسفات پتاسیم (KH_2PO_4) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۳۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت	

- نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند
Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.
- ۱۳۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل
انعطاف.
- ۱۳۸- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC-
AG4A، آشکارساز هدایت گرمایی، و دستگاه ثبت نمودار
- ۱۳۹- حمام آب گرم
- ۱۴۰- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش
- ۱۴۱- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری
- ۱۴۲- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8 \mu\text{m}$ میکرونی
- ۱۴۳- میکرو پیت مصرفی
- ۱۴۴- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری
- ۱۴۵- زمان سنج آزمایشگاهی
- ۱۴۶- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری
- ۱۴۷- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

- ۵۲- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک
نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۵۳- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکینید و نمونه بردار را توسط
لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۵۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای
۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

- ۶۴- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.
- ۶۵- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکینید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به

- همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.
- ۶۶- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
- ۶۷- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
- ۶۸- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۶۹- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
- ۷۰- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (PO_4^{3-}) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.
 - استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
 - برای آنیون (PO_4^{3-}) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

- ۴۰- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): PO_4^{3-}
 - جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم ($1/7 \text{ mM}$) یا کربنات سدیم ($1/8 \text{ mM}$)
 - حجم تزریق: $50 \mu L$
 - ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A.

۴۱- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳ میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.

نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.

۴۲- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار بگیرید.

مداخله گر ها:

ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند.

محاسبات:

۲۸- جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون (PO_4^{3-}) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید.

۲۹- محاسبه غلظت (C) متافسفریک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = ۱/۰۳۲

nitric acid	نیتریک اسید
7697-37-2 :CAS	فرمول شیمیایی: HNO_3
QU5775000 :RTECS	وزن مولکولی: ۶۳/۰۱
	اسامی مترادف: aqua fortis
	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $^{\circ}\text{C} 42-$ ؛ فشار بخار $\text{kPa } 1/5$ در $^{\circ}\text{C } 20$
NIOSH:2ppm , 4ppm STEL;	حدمجاز:
OSHA:2ppm	ACGIH: 2ppm, 4ppm STEL;
	احتیاطات ویژه:
	نیتریک اسید بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خوردگی بسیار دارد.
	مواد و محلولهای لازم:
	۹۸- معرف بی کربنات سدیم (NaHCO_3)
	۹۹- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3)
	۱۰۰- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی $0/45$ میکرونی تصفیه شده است
	۱۰۱- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات (NaHCO_3) 1.7 mM یا $1.8 \text{ mM Na}_2\text{CO}_3$: $0/5712$ گرم از NaHCO_3 و $0/7631$ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.
	۱۰۲- محلول اولیه ی کالبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): $0/1371$ گرم نترات سدیم (NaNO_3) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.
	وسایل و تجهیزات لازم:
	۱۴۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول 11 cm و قطر خارجی 7 mm ، حاوی 400 میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و 200 میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند (Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.

۱۴۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۵۰- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC-AG4A، آشکارساز هدایت گرمایی، و دستگاه ثبت نمودار

۱۵۱- حمام آب گرم

۱۵۲- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش

۱۵۳- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری

۱۵۴- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8 \mu\text{m}$ میکرونی

۱۵۵- میکرو پیپت مصرفی

۱۵۶- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۵۷- زمان سنج آزمایشگاهی

۱۵۸- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری

۱۵۹- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

۵۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۵۶- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکینید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۵۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

۷۱- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.

۷۲- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکینید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.

نکته: اگر ذرات نمک اسید HNO_3 در هوای نمونه برداری شده موجود باشند در لایه فیلتر

- فایبر گلاس جمع آوری می شوند. برای تخمین غلظت این نمک فیلتر فایبر گلاس را جداگانه مورد آنالیز قرار دهید.
- ۷۳- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
- ۷۴- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
- ۷۵- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۷۶- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
- ۷۷- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (NO_3^-) (را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.
 - استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
 - برای آنیون (NO_3^-) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

- ۴۳- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): NO_3^-
 - جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم ($1/7 \text{ mM}$) یا کربنات سدیم ($1/8 \text{ mM}$)
 - حجم تزریق: $50 \mu\text{L}$

- ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A.

۴۴- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳ میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.

نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.

۴۵- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گر ها:

ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند.

محاسبات:

۳۰- جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون (NO_3^-) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله

نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید.

۳۱- محاسبه غلظت (C) نیتریک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = ۱/۰۱۶

هیدرو برمیک اسید	hydrobromic acid
فرمول شیمیایی: HBr	CAS: 10035-10-6
وزن مولکولی: ۸۰/۹۲	RTECS: MV3850000
اسامی مترادف: هیدروژن برماید	
ویژگی ها: گاز؛ نقطه ذوب $^{\circ}\text{C} 88/5 -$ ؛ نقطه جوش $^{\circ}\text{C} 66/8 -$ ؛ فشار بخار $\text{kPa} 101 >$	
($\text{mmHg} 760 >$) در $^{\circ}\text{C} 20$	
حدمجاز: OSHA: 3ppm C	NIOSH: 3ppm C; ACGIH: 3ppm C
احتیاطات ویژه:	
هیدرو برمیک اسید بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خوردندگی بسیار دارد.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۰۳- معرف بی کربنات سدیم (NaHCO_3)	
۱۰۴- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3)	
۱۰۵- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است	
۱۰۶- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات (NaHCO_3 1.7 mM یا Na_2CO_3 1.8 mM): ۰/۵۷۱۲ گرم از NaHCO_3 و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
۱۰۷- محلول اولیه ی کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۱۲۸۸ گرم نمک سدیم برماید (NaBr) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۶۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند	

(Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.

۱۶۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۶۲- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC-AG4A، آشکارساز هدایت گرمایی، و دستگاه ثبت نمودار

۱۶۳- حمام آب گرم

۱۶۴- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش

۱۶۵- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری

۱۶۶- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8 \mu\text{m}$ میکرونی

۱۶۷- میکرو پیت مصرفی

۱۶۸- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۶۹- زمان سنج آزمایشگاهی

۱۷۰- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری

۱۷۱- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

۵۸- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۵۹- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۶۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

۷۸- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.

۷۹- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.

۸۰- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.

۸۱- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.

۸۲- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۸۳- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.

۸۴- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (Br^-) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.

- استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.

- استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.

- برای آنیون (Br^-) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

۴۶- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): Br^-

- جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم ($1/7 \text{ mM}$) یا کربنات سدیم ($1/8 \text{ mM}$)

- حجم تزریق: $50 \mu\text{L}$

- ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A.

۴۷- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳ میلی

لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.

نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.

۴۸- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گر ها:

ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند. یون های برمین در اندازه گیری برماید تداخل ایجاد می کند. سیلیکاژل ۳۰٪ از برم آزاد (Br_2) موجود در هوا را جذب می کند.

محاسبات:

۳۲- جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون (Br^-) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید.

۳۳- محاسبه غلظت (C) هیدرو برمیک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = ۱/۰۱۲

هیدروژن برماید	hydrogen bromide
فرمول شیمیایی: HBr (۴)	CAS: 10035-10-6
وزن مولکولی: ۸۰/۹۲	RTECS: MV3850000
اسامی مترادف: هیدرو برمیک اسید	
ویژگی ها: گاز؛ نقطه ذوب $^{\circ}\text{C}$ ۸۸/۵-؛ نقطه جوش $^{\circ}\text{C}$ ۶۶/۸-؛ فشار بخار kPa ۱۰۱ >	
(mmHg ۷۶۰ >) در $^{\circ}\text{C}$ ۲۰	
حدمجاز: NIOSH:3ppm C; ACGIH: 3ppm C; OSHA :3ppm C	
احتیاطات ویژه:	
هیدروژن برماید بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خورندگی بسیار دارد.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۰۸- معرف بی کربنات سدیم (NaHCO_3)	
۱۰۹- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3)	
۱۱۰- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است	
۱۱۱- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات (NaHCO_3) mM 1.7 یا	
Na_2CO_3 mM 1.8): ۰/۵۷۱۲ گرم از NaHCO_3 و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
۱۱۲- محلول اولیه ی کالبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۱۲۸۸ گرم نمک سدیم برماید (NaBr) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۷۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند	

Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.

۱۷۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۷۴- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC-AG4A، آشکارساز هدایت گرمایی، و دستگاه ثبت نمودار

۱۷۵- حمام آب گرم

۱۷۶- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش

۱۷۷- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری

۱۷۸- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8 \mu\text{m}$ میکرونی

۱۷۹- میکرو پیت مصرفی

۱۸۰- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۸۱- زمان سنج آزمایشگاهی

۱۸۲- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری

۱۸۳- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

۶۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۶۲- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکینید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۶۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

۸۵- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.

۸۶- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکینید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.

- ۸۷- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
- ۸۸- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
- ۸۹- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۹۰- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
- ۹۱- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (Br^-) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.
 - استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
 - برای آنیون (Br^-) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

- ۴۹- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): Br^-
 - جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم ($1/7 \text{ mM}$) یا کربنات سدیم ($1/8 \text{ mM}$)
 - حجم تزریق: $50 \mu\text{L}$
 - ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A.
- ۵۰- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳

میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.

نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.

۵۱- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گر ها:

ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند. یون های برمین در اندازه گیری برماید تداخل ایجاد می کند. سیلیکاژل ۳۰٪ از برم آزاد (Br_2) موجود در هوا را جذب می کند.

محاسبات:

۳۴- جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون (Br^-) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید.

۳۵- محاسبه غلظت (C) هیدروژن برماید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = ۱/۰۱۲

هیدروژن فلوراید	hydrogen fluoride
فرمول شیمیایی: HF	CAS: 7664-39-3
وزن مولکولی: ۲۰/۰۱	RTECS: MV7875000
اسامی مترادف: هیدرو فلوریک اسید	
ویژگی ها: گاز؛ نقطه ذوب °C ۸۳/۱-؛ نقطه جوش °C ۱۹/۵؛ فشار بخار kPa ۱۰۱ >	
(۷۶۰ mmHg >) در °C ۲۰	
حدمجاز: ACGIH: 3ppm C; OSHA: 3ppm, 6ppm STEL	NIOSH: 3ppm, 6ppm STEL;
احتیاطات ویژه:	
هیدروژن فلوراید (HF) بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خوردگی بسیار دارد. HF به شیشه آسیب می رساند و برای نگهداری و استفاده از آن تجهیزات آزمایشگاهی پلاستیکی توصیه می شود.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۱۳- معرف بی کربنات سدیم (NaHCO_3)	
۱۱۴- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3)	
۱۱۵- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است	
۱۱۶- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات (NaHCO_3) 1.7 mM یا (Na_2CO_3) 1.8 mM: ۰/۵۷۱۲ گرم از NaHCO_3 و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
۱۱۷- محلول اولیه ی کالیراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۲۲۱ گرم نمک سدیم فلوراید (NaF) رادر ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۸۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد.	

بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند (Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.

۱۸۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۸۶- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC-AG4A، آشکارساز هدایت گرمایی، و دستگاه ثبت نمودار

۱۸۷- حمام آب گرم

۱۸۸- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش

۱۸۹- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری

۱۹۰- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8 \mu\text{m}$ میکرونی

۱۹۱- میکرو پیت مصرفی

۱۹۲- بالن ژورنه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۹۳- زمان سنج آزمایشگاهی

۱۹۴- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری

۱۹۵- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

۶۴- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۶۵- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکینید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۶۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.3 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

۹۲- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارد.

- ۹۳- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.
- نکته: اگر ذرات نمک اسید HF در هوای نمونه برداری شده موجود باشد در لایه فیلتر فایبر گلاس جمع آوری می شود. برای تخمین غلظت این نمک فیلتر فایبر گلاس را جداگانه مورد آنالیز قرار دهید.
- ۹۴- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
- ۹۵- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
- نکته: حلالی که در این مرحله برای جداسازی بکار می رود باید مشابه حلال مورد استفاده در کروماتوگراف برای جلوگیری از تداخل پیک های کربنات یا بی کربنات با یون های f^- باشد.
- ۹۶- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۹۷- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
- ۹۸- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (f^-) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.
 - استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
 - برای آنیون یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر

غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه).]

اندازه گیری:

- ۵۲- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون F^-
- جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم ($1/7 \text{ mM}$) یا کربنات سدیم ($1/8 \text{ mM}$)
- حجم تزریق: $50 \mu\text{L}$
- ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A.
- ۵۳- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳ میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.
- نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.
- ۵۴- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.
- نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گر ها:

ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند استات، فرمات و پروپیونات همانند F^- شسته می شوند. اگر این آنیون ها موجود باشند از یک حلال ضعیف نیز (به عنوان مثال $5 \text{ mM Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) برای تفکیک بهتر استفاده کنید.

محاسبات:

- ۳۶- جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون (f) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید.
- ۳۷- محاسبه غلظت (C) هیدروژن فلوراید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = $1/0.53$

هیدروژن کلراید	hydrogen chloride
فرمول شیمیایی: HCL	CAS: 7647-01-0
وزن مولکولی: ۳۶/۴۶	RTECS: MV4025000
اسامی مترادف: هیدرو کلریک اسید	
ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش °C ۱۱۴/۸ -؛ فشار بخار ۱/۱۹۴ kPa در °C ۲۰	
حدمجاز: OSHA: 5ppm C; ACGIH: 5ppm C; NIOSH: 5ppm C	
احتیاطات ویژه:	
هیدروژن کلراید بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خوردندگی بسیار دارد.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۱۸- معرف بی کربنات سدیم (NaHCO_3)	
۱۱۹- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3)	
۱۲۰- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است	
۱۲۱- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات (NaHCO_3 1.7 mM یا Na_2CO_3 1.8 mM): ۰/۵۷۱۲ گرم از NaHCO_3 و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
۱۲۲- محلول های اولیه ی کالبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۲۱۰۳ گرم نمک پتاسیم کلراید (KCl) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۹۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند (Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.	

۱۹۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2$ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۹۸- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC-AG4A ، آشکارساز هدایت گرمایی ، و دستگاه ثبت نمودار

۱۹۹- حمام آب گرم

۲۰۰- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش

۲۰۱- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری

۲۰۲- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز 0.8 میکرونی

۲۰۳- میکرو پیت مصرفی

۲۰۴- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۰۵- زمان سنج آزمایشگاهی

۲۰۶- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری

۲۰۷- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

۶۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۶۸- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۶۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.5 - 0.2$ L/min برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

۹۹- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.

۱۰۰- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.
نکته: اگر ذرات نمک اسید HCL در هوای نمونه برداری شده موجود باشد در لایه

- فیلتر فایبر گلاس جمع آوری می شود. برای تخمین غلظت این نمک فیلتر فایبر گلاس را جداگانه مورد آنالیز قرار دهید.
- ۱۰۱- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
- ۱۰۲- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
- نکته: حلالی که در این مرحله برای جداسازی بکار می رود باید مشابه حلال مورد استفاده در کروماتوگراف برای جلوگیری از تداخل پیک های کربنات یا بی کربنات باشد.
- ۱۰۳- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۱۰۴- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
- ۱۰۵- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (Cl^-) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.
 - استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
 - برای آنیون (Cl^-) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

- ۵۵- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون Cl^-

- جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم ($1/7 \text{ mM}$) یا کربنات سدیم ($1/8 \text{ mM}$) - حجم تزریق: $50 \mu\text{L}$ - ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A. ۵۶- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳ میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید. نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند. ۵۷- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید. نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.	مداخله گر ها: ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند. یون های کلرین یا هیپوکلرین در اندازه گیری کلراید تداخل ایجاد می کند. سیلیکاژل ۳۰٪ از کلر آزاد (Cl_2) موجود در هوا را جذب می کند. استات، فرمات و پروپیونات همانند Cl^- شسته می شوند. اگر این آنیون ها موجود باشند از یک حلال ضعیف نیز (به عنوان مثال $5 \text{ mM Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) برای تفکیک بهتر استفاده کنید.
محاسبات: ۳۸- جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون (Cl^-) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید. ۳۹- محاسبه غلظت (C) هیدروژن کلراید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر: $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$ در این رابطه: F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = $1/0.28$	

هیدروفلوئوریک اسید	hydrofluoric acid
فرمول شیمیایی: HF	CAS: 7664-39-3
وزن مولکولی: ۲۰/۰۱	RTECS: MV7875000
اسامی مترادف: هیدروژن فلوراید	
ویژگی ها: گاز؛ نقطه ذوب °C ۸۳/۱ - ؛ نقطه جوش °C ۱۹/۵؛ فشار بخار kPa ۱۰۱ >	
	mmHg ۷۶۰ (> در °C ۲۰)
حدمجاز: ACGIH: 3ppm C;	NIOSH: 3ppm, 6ppm STEL;
OSHA: 3ppm, 6ppm STEL	
احتیاطات ویژه:	
هیدروفلوئوریک اسید (HF) بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خورندگی بسیار دارد. HF به شیشه آسیب می رساند و برای نگهداری و استفاده از آن تجهیزات آزمایشگاهی پلاستیکی توصیه می شود.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۲۳- معرف بی کربنات سدیم (NaHCO_3)	
۱۲۴- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3)	
۱۲۵- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است	
۱۲۶- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات (NaHCO_3 1.7 mM یا Na_2CO_3 1.8 mM): ۰/۵۷۱۲ گرم از NaHCO_3 و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
۱۲۷- محلول اولیه ی کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۲۲۱ گرم نمک سدیم فلوراید (NaF) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۲۰۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد.	

بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند (Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.

۲۰۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۱۰- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC-AG4A، آشکارساز هدایت گرمایی، و دستگاه ثبت نمودار

۲۱۱- حمام آب گرم

۲۱۲- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش

۲۱۳- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری

۲۱۴- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8 \mu\text{m}$ میکرونی

۲۱۵- میکرو پیت مصرفی

۲۱۶- بالن زوزه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۱۷- زمان سنج آزمایشگاهی

۲۱۸- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری

۲۱۹- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

۷۰- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۷۱- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکند و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۷۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.3 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

۱۰۶- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.

- ۱۰۷- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.
- نکته: اگر ذرات نمک اسید HF در هوای نمونه برداری شده موجود باشد در لایه فیلتر فایبر گلاس جمع آوری می شود. برای تخمین غلظت این نمک فیلتر فایبر گلاس را جداگانه مورد آنالیز قرار دهید.
- ۱۰۸- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
- ۱۰۹- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
- نکته: حلالی که در این مرحله برای جداسازی بکار می رود باید مشابه حلال مورد استفاده در کروماتوگراف برای جلوگیری از تداخل پیک های کربنات یا بی کربنات با یون های f^- باشد.
- ۱۱۰- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۱۱۱- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
- ۱۱۲- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (f^-) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.
 - استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
 - برای آنیون یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر

غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

- ۵۸- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون F^-
 - جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم ($1/7 \text{ mM}$) یا کربنات سدیم ($1/8 \text{ mM}$)
 - حجم تزریق: $50 \mu\text{L}$
 - ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A.
- ۵۹- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳ میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.
- نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.
- ۶۰- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.
- نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار بگیرید.

مداخله گر ها:

ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کنند استات، فرمات و پروپیونات همانند F^- شسته می شوند. اگر این آنیون ها موجود باشند از یک حلال ضعیف نیز (به عنوان مثال $5 \text{ mM Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) برای تفکیک بهتر استفاده کنید.

محاسبات:

۴۰- جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون (f) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید.

۴۱- محاسبه غلظت (C) هیدروفلوئوریک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3 \quad \text{لیتر:}$$

در این رابطه:

F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = $1/0.53$

هیدروکلریک اسید	hydrochloric acid
فرمول شیمیایی: HCL	CAS: 7647-01-0
وزن مولکولی: ۳۶/۴۶	RTECS: MV4025000
اسامی مترادف: هیدروژن کلراید	
ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش °C ۱۱۴/۸ -؛ فشار بخار ۱/۱۹۴ kPa در °C ۲۰	
حدمجاز: OSHA: 5ppm C	NIOSH: 5ppm C; ACGIH: 5ppm C
احتیاطات ویژه:	
هیدروکلریک اسید بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خورندگی بسیار دارد.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۲۸- معرف بی کربنات سدیم (NaHCO_3)	
۱۲۹- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3)	
۱۳۰- آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرونی تصفیه شده است	
۱۳۱- حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات (NaHCO_3 1.7 mM یا Na_2CO_3 1.8 mM) ۰/۵۷۱۲ گرم از NaHCO_3 و ۰/۷۶۳۱ گرم از Na_2CO_3 را در ۴ لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
۱۳۲- محلول های اولیه ی کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): ۰/۲۱۰۳ گرم نمک پتاسیم کلراید (KCl) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۲۲۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۱ cm و قطر خارجی ۷ mm، حاوی ۴۰۰ میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و ۲۰۰ میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند (Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.	

۲۲۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.5/2 - 0.5/5$ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۲۲- یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC-AG4A ، آشکارساز هدایت گرمایی ، و دستگاه ثبت نمودار

۲۲۳- حمام آب گرم

۲۲۴- لوله های سانتریفیوژ ۱۵ میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش

۲۲۵- سرنگ های پلی اتیلنی ۱۰ میلی لیتری

۲۲۶- فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی ۱۳ میلی متری و پورسایز $0.8/8$ میکرونی

۲۲۷- میکرو پیپت مصرفی

۲۲۸- بالن ژوژه ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۲۹- زمان سنج آزمایشگاهی

۲۳۰- بطری های پلی اتیلنی ۱۰۰ میلی لیتری

۲۳۱- شیشه های نمونه (ویال)

نمونه برداری:

۷۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۷۴- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکند و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۷۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.5/5 - 0.5/2$ L/min برای عبور حجم هوای ۳ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

آماده سازی:

۱۱۳- بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.

۱۱۴- لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج ۱۵ میلی لیتری منتقل کنید.

نکته: اگر ذرات نمک اسید HCL در هوای نمونه برداری شده موجود باشد در لایه فیلتر

- فایبر گلاس جمع آوری می شود. برای تخمین غلظت این نمک فیلتر فایبر گلاس را جداگانه مورد آنالیز قرار دهید.
- ۱۱۵- محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
- ۱۱۶- ۶ تا ۸ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
- نکته: حلالی که در این مرحله برای جداسازی بکار می رود باید مشابه حلال مورد استفاده در کروماتوگراف برای جلوگیری از تداخل پیک های کربنات یا بی کربنات باشد. یون های Cl^- باشد.
- ۱۱۷- منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم ۱۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۱۱۸- درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
- ۱۱۹- نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری تخلیه می کنیم.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۰۱ تا ۰/۳ میلی گرم از آنیون (Cl^-) را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۵۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.
 - استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
 - استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
 - برای آنیون (Cl^-) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا μS) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].

اندازه گیری:

- ۶۱- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون CL^-

- جداکننده گاز از مایع و حلال: ۱۰ میلی لیتر بی کربنات سدیم ($1/7 \text{ mM}$) یا کربنات سدیم ($1/8 \text{ mM}$) - حجم تزریق: $50 \mu\text{L}$ - ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A. ۶۲- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، ۲-۳ میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید. نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند. ۶۳- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید. نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.	مداخله گر ها: ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند. یون های کلرین یا هیپوکلرین در اندازه گیری کلراید تداخل ایجاد می کند. سیلیکاژل ۳۰٪ از کلر آزاد (Cl_2) موجود در هوا را جذب می کند. استات، فرمات و پروپیونات همانند Cl^- شسته می شوند. اگر این آنیون ها موجود باشند از یک حلال ضعیف نیز (به عنوان مثال $5 \text{ mM Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) برای تفکیک بهتر استفاده کنید.
محاسبات: ۴۲- جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون (Cl^-) را در قسمت جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله شاهد محاسبه کنید. ۴۳- محاسبه غلظت (C) هیدروکلریک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر: $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot F}{V}, \text{ mg/m}^3$ در این رابطه: F فاکتور تبدیل یون به اسید) $1/0.28$	

مراجع

1. www.cds.gov/niosh/docs/2003-154/method-ihtml
Niosh manual of analytical methods
2. www.worksafebc.com
Guide lines part 5-contorolling exposure
3. www.translationdirectory.com
Common and trade names of chemical

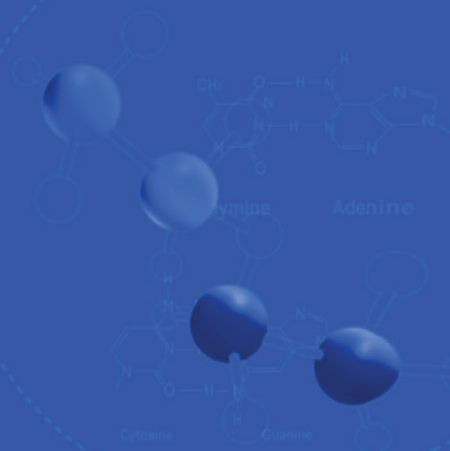


Tehran University of Medical Sciences
Institute for Environmental Research



Islamic Republic of Iran
Ministry of Health and Medical Education
Environmental and Occupational Health Center

A Guide to Recognition and Evaluation of Chemical Agents in the Work Environment



2050202- 0908- 1

Autumn 2012