

جلد اول



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



دانشگاه علوم پزشکی تهران
پژوهشگاه محیط زیست

راهنامه‌های شناسایی و ارزشیابی

عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار



انزاسات، دست‌های عمل‌ها و راهنم‌ده‌های تخصصی مراکز اس‌م‌ت محیط و کار

پاییز ۱۳۹۱

۲۰۵۰۲۰۲-۰۹۰۸-۱

صلى الله عليه وسلم



جمهوری اسلامی ایران
وزارت بهداشت، درمان و آموزش 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

پاییز ۱۳۹۱

- عنوان گایدلاین: شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار
- کد الزامات: ۱-۰۹۰۸-۲۰۲۰۲۰۵
- تعداد صفحات: ۴۰۴

مرکز سلامت محیط و کار:

تهران - خیابان حافظ - تقاطع جمهوری اسلامی - وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی - مرکز سلامت محیط و کار
 تلفن: ۶۶۷۰۷۶۳۶ - ۰۲۱، دورنگار: ۶۶۷۰۷۴۱۷ - ۰۲۱
<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: ۸۸۹۷۸۳۹۹ - ۰۲۱، دورنگار: ۸۸۹۷۸۳۹۸ - ۰۲۱
<http://ier.tums.ac.ir>

کمیته فنی تدوین راهنما

نام و نام خانوادگی	مرتبۀ علمی/اسمت	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 کتابون 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.

فہرست

جلد اول

۱	۱- مقدمہ
۱	۲- اہداف
۲	۳- اصطلاحات و تعاریف
۶	الف- بخارات آلی
۶	الف - ۱ - الکل ہا
۶	اتانول
۱۰	اتیل الکل
۱۵	اتیلن گلیکول مونو متیل اتر
۱۹	الکل چوب
۲۴	آیل الکل
۲۹	آنول
۳۳	ایزو بوتیل الکل
۳۸	ایزو بوتیل کرینول
۴۳	ایزو آمیل الکل
۴۸	ایزو پروپیل الکل
۵۲	ایزو پروپیل کرینول
۵۶	ایزو پنتیل الکل
۶۱	۲- پروپانول
۶۵	۲- پروپنول
۶۹	جوہر چوب
۷۴	سیکلو ہگز آنول
۷۸	فور فوریل 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	هگزامیدروکرزول
۱۴۳	هگزامیدرومتیل فنول
۱۴۷	هیدرالین
۱۵۱	هیدروکسی سیکلو هگزان
۱۵۵	۲- (هیدروکسی متیل) فوران
۱۵۹	الف - ۲ - آلدهیڈھا
۱۵۹	اقانال
۱۶۵	اتیل آلدهیڈ
۱۷۱	استالدهیڈ
۱۷۶	استیک آلدهیڈ
۱۸۲	استیل آلدهیڈ
۱۸۸	n-والرالدهیڈ
۱۹۴	آمیل آلدهیڈ

۲۰۰	بوتیل فرمال
۲۰۶	پروپالدهید
۲۱۲	پروپانال
۲۱۷	پروپیل آلدهید
۲۲۳	پروپیلک آلدهید
۲۲۸	پروپیونالدهید
۲۳۴	پنتانال
۲۳۹	فرمالدهید
۲۴۴	فرمالین
۲۴۹	۲-فوران کربوکسالدهید
۲۵۴	۲-فور آلدهید
۲۵۹	فورفورال
۲۶۴	متانال
۲۶۹	متیل استالدهید
۲۷۵	متیلن اکساید
۲۸۱	والرال
۲۸۶	والرالدهید
۲۹۲	والریک آلدهید
۲۹۸	الف - ۳- آمین ها
۲۹۸	n- اتیل اتانامین
۳۰۳	ارتو- تولوئیدین
۳۰۸	آمینوبنزن
۳۱۳	۲- آمینوتولون
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	۲،۴-دی متیل آنیلین
۳۶۱	۲،۴-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 اتانوات
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	سلوسُلو استات
۴۸۷	متیل ایزو آمیل استات
۴۹۱	وینیل اتانوات
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	سیکلوهگزاترین
۵۵۹	سیکلوهگزان
۵۶۳	فنول
۵۶۷	کربولیک اسید
۵۷۱	کومن
۵۷۵	متا-زایلن
۵۷۹	متیل بنزن
۵۸۳	۲-متیل فنول
۵۸۷	وینیل بنزن
۵۹۱	هگزاهیدروبنزن
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 کلرو اتان
۶۴۳	۱-۴-دی کلرو بنزن
۶۴۷	۱،۲-دی کلرو بنزن
۶۵۱	دی کلرومتان
۶۵۶	فنیل کلراید
۶۶۰	کلرواتیلن
۶۶۵	کلرو بنزن
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	اسفتن
۹۶۲	اورتو-بی فنیلن متان
۹۶۹	ایدریل
۹۷۶	آنتراسین
۹۸۳	بنز[a]آنتراسین
۹۹۰	بنز[e]اسفنانتریلین
۹۹۷	۱،۲-بنزآنتراسین
۱۰۰۴	بنزو[ghi]پیریلین
۱۰۱۱	بنزو[e]پیرین
۱۰۱۸	بنزو[a]پیرین

۱۰۲۵	بنزو [b] فلورانتین
۱۰۳۲	بنزو [zk] 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 فنیل متان-۴،۴-دی ایزوسیانات
۱۱۷۵	متیلن بیس فنیل ایزوسیانات
۱۱۸۰	۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات

۱۱۸۵	هگزامتیل دی ایزوسیانات
۱۱۹۰	ب - ۳ - گلیگول ها
۱۱۹۰	۱،۲- اقان دی اُل
۱۱۹۴	اتیلن گلیکول
۱۱۹۸	۱،۲- 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 ازگانونیتروژنه
۱۲۵۲	اُکسامیل
۱۲۵۹	آلدیکرب
۱۲۶۶	بنومیل
۱۲۷۳	پروپوکسور
۱۲۸۰	پروفام
۱۲۸۷	تیوبن کرب
۱۲۹۴	دیورون
۱۳۰۱	فورمتانات
۱۳۰۸	کاپتان

۱۳۱۵	کار باریل
۱۳۲۲	کار بندازیم
۱۳۲۹	کریوفوران
۱۳۳۶	کلر پروفام
۱۳۴۳	متومیل
۱۳۵۰	متیو کرب

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 سیستم
۱۴۴۲	دیازینون
۱۴۴۹	دیسولفوتون
۱۴۵۶	دیفونات
۱۴۶۳	دیکروتوفوز
۱۴۷۰	سیتیون

۱۴۷۷	فُرَات
۱۴۸۴	فُسدِرین
۱۴۹۱	فنامیفوس
۱۴۹۸	فونوفوس
۱۵۰۵	کلرپیرفوز
۱۵۱۲	گوتیون
۱۵۱۹	مالاتیون
۱۵۲۶	مانیتور
۱۵۳۳	متامیدوفوس
۱۵۴۰	متیل پاراتیون
۱۵۴۷	مونو کروتوفوس
۱۵۵۴	مِوینفوس
۱۵۶۱	نِماکور
۱۵۶۸	ب - ۶ - سایر آئروسول های آلی
۱۵۶۸	آزلائیک 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 مونوکسید
۱۶۵۱	مونوکسید 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	تالیوم
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	لانتانوم
۱۷۹۶	لیتیم
۱۸۰۰	مس
۱۸۰۴	منگنز
۱۸۰۸	منیزم
۱۸۱۲	مولیبدن
۱۸۱۶	نقره
۱۸۲۰	وانادیم
۱۸۲۳	۵ - ۳ - سایر آئروسول های معدنی
۱۸۲۳	اکسید کلسیم
۱۸۲۷	الیاف سرامیک نسوز
۱۸۳۴	آزبست
۱۸۴۱	آکتینولیت
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 سوز آور

۱۹۰۶	سیلیس کریستالی
۱۹۱۲	شیشه الیافی
۱۹۱۹	فورمونیتریل
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

۱- مقدمه

تغییر در شیوه زندگی، نیاز به محصولات جدید و استفاده از تکنولوژیهای نو سبب گردیده است که فهرست مواد شیمیایی مورد مصرف در صنعت روز به روز فزونی یابد.

علیرغم پیشرفتهای علمی بشر در مورد اثرات سوء مواد شیمیایی، در بسیاری از موارد دانسته های بشر در مورد اثرات زیان آور مواد شیمیایی کم بوده و بعضا اطلاعاتی در دست نیست. از این رو لازم است نسبت به پایش مواجهه شاغلین و ثبت آنها اقدام نمود تا بتوان در مقاطع زمانی مختلف همزمان با پایش های بیولوژیکی، داده ها و اطلاعات جمع آوری شده را به کمک متخصصین اپیدمیولوژی شغلی مورد تحلیل و استنتاج قرار داد. این داده ها همچنین ما را در برقراری حدود مجاز شغلی در آینده یاری می نماید.

به منظور دستیابی به این هدف، همسان سازی روش های سنجش توسط کارشناسان محترم بهداشت حرفه ای در سطح کشور یک ضرورت است تا بتوان با اطمینان نسبت به تحلیل نتایج سنجش و ارتباط آن با پایش های بیولوژیکی و اثرات زیان آور در شاغلین اقدام نمود. از این رو در این راهنما روشهای نمونه برداری، آماده سازی و تجزیه نمونه های هوا برای تعداد قابل توجهی از ترکیبات شیمیایی ارائه شده است.

امید است در آینده نسبت به تکمیل این راهنما و ارائه روشهای سنجش برای سایر ترکیبات شیمیایی و نیز بازنگری این مجموعه اقدام گردد.

۲- اهداف

هدف کلی: هدف از تدوین این راهنما، ارائه روشهای سنجش (شامل مراحل نمونه برداری، آماده سازی و تجزیه نمونه ها) تعداد قابل توجهی از آلاینده های شیمیایی محیط کار می باشد.

هدف کاربردی: یکسان سازی روشهای سنجش آلاینده های شیمیایی محیط کار به منظور ثبت و قابلیت قیاس نتایج سنجش آلاینده ها توسط کارشناسان مختلف در سطح کشور و استفاده از داده های ثبت شده در مطالعات اپیدمیولوژیکی

دامنه کاربرد: محیط های صنعتی و معدنی (اعم از محیط های روباز یا سرپوشیده) و آزمایشگاههای مرجع در سطح کشور

۳- اصطلاحات و تعاریف

اصطلاحات متداول در نمونه برداری و آنالیز

English	فارسی
Absorption	جذب
Accuracy	صحت
Aliquite	یک قسمت از نمونه
Analyte	آنالیت
Analytical methods	روش های تجزیه ای
Aqueous	آبی
Ashing	خاکستر کردن
Atomic Absorption Spectrometry	اسپکترومتری جذب اتمی
sBreathing zone	منطقه تنفسی
Butter	بافر
Calibration	کالیبراسیون
Calibration graph	منحنی کالیبراسیون
Capillary column	ستون موئینه
Carrier gas	گاز حامل
Colorimetric method	روش رنگ سنجی
Column	ستون
Concentration	غلظت، تراکم
Control	شاهد
Deionized water	آب دوبار تقطیر
Density	دانسیته
Detector	آشکار ساز، دکتور

Detector tube	لوله آشکارساز
Digestion	هضم
Dilute	رقیق کردن
Dilution factor	فاکتور ترقیق
Direct reading	قرائت مستقیم
Distilled water	آب مقطر
Electrochemical analysis	آنالیز الکتروشیمیایی
Electron Capture Detector (ECD)	آشکارساز الکترون گیر
<u>Element</u>	عنصر
Exposure	مواجهه
Extraction	استخراج
Field blanks	شاهد میدانی در محیطی غیر از محیط کار
Filter	فیلتر
flame ionization Detector (FID)	آشکارساز یونش شعله ای
Flexible connection tube	لوله رابط قابل انعطاف
Flow rate	دبی
Fluorescence Spectroscopy	اسپکترومتری فلورسانس
Gas chromatography (GC)	کروماتوگرافی گازی
Gravimetric analysis	آنالیز وزن سنجی
High-performance liquid chromatography (HPLC)	کروماتوگرافی مایع با عملکرد بالا
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy (ICP-AES)	اسپکترومتری نشر اتمی - پلاسمای جفت شده ی القایی
infrared spectrometry	اسپکترومتری مادون قرمز

Injection volume	حجم تزریق
Injection Temperature	دمای تزریق
Interferences	مداخله کننده
Internal standards	استاندارد داخلی
ion chromatography	کروماتوگرافی یونی
Liquid	مایع
liquid chromatography (LC)	کروماتوگرافی مایع
Measurement	سنجش، اندازه گیری
Method	روش
Peak area	مساحت زیر پیک
Personal pump	پمپ نمونه برداری فردی
Photo-ionization Detector (PID)	آشکارساز یونش نوری
precision	دقت
Preservative	نگهدارنده، محافظ
Qualitative analysis	آنالیز کیفی
Quantitative Analysis	آنالیز کمی
Recovery	بازیافت
Retention time	زمان ماند
Sample	نمونه
Sample stability	پایداری نمونه
Sampling	نمونه برداری
Shipment sample	انتقال نمونه
<u>Solid</u>	جامد
Solution	محلول

Solvent	حلال
Spectroscopy	اسپکترومتری
Spiked sample	نمونه سنتزی با غلظت معین (ساخت در آزمایشگاه)
Standard addition	افزایش استاندارد (افزودن ماده ای با غلظت مشخص به نمونه های استاندارد و مجهول)
Standard curve	منحنی استاندارد
Stock solution	محللول مادر
Syringe, gas tight	سرنج کروماتوگرافی کاملاً مهر و موم شده
Thermal conductivity Detector (TCD)	آشکار ساز هدایت حرارتی
UV-VIS Spectrometry	اسپکترومتری مرئی - فرابنفش
Volumetric analysis	آنالیز حجم سنجی (مانند تیتراسیون)
Watch glass	شیشه ساعت
Wipe sample	نمونه سطحی برای تعیین آلودگی سطح
X-ray Diffraction	پراش اشعه ایکس

الف- بخارات آلی

الف- ۱- الکل ها

ethanol	اتانول
<p>CAS: 64-17-5 RTECS: KQ6300000</p>	<p>فرمول شیمیایی: C_2H_6O ؛ CH_3CH_2OH وزن مولکولی: ۴۶/۰۷ اسامی مترادف: اتیل الکل ویژگی ها: نقطه جوش $78/5^{\circ}C$؛ فشار بخار ۴۲ mmHg (۵/۶ kPa) در $25^{\circ}C$؛ دانسیته $0/789 g/mL$ در $20^{\circ}C$</p>
<p>OSHA: 1000 ppm</p>	<p>NIOSH: 1000 ppm ACGIH: 1000 ppm</p>
<p>احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C =$ نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۱٪ حجمی ۲-بوتانول، ۰/۲٪ n-آن دکان و ۰/۱٪ اتیل بنزن یا سایر استانداردهای داخلی مناسب. ۲- آنالیت (اتانول)، خلوص آزمایشگاهی ۳- نیتروژن، خالص ۴- هیدروژن، خالص ۵- هوای، خالص و تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که</p>	

توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. 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 ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

- ۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۳- بسته های یخ
- ۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۶- سرنگ های ۱۰ با درجه بندی $0/1$ میکرولیتری
- ۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

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- 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.
- ۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای $0/1$ تا 1 لیتر انجام دهید.
- ۴- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را به همراه بسته های یخ با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۱- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۲- 1 mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۳- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
 - مقدار مشخصی از آنالیت (اتانول) را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک اتانول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم اتانول در هر نمونه).
- ۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 اتانول را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم اتانول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۳- 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:

- ۱- 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.

<ul style="list-style-type: none"> - آنالیت (ماده مورد تجزیه): اتانول - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲٪ بوتانول - دمای تزریق: ۲۰۰ °C - دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C - دمای ستون: ۶۵ - ۷۰ °C - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min) - ستون: شیشه ای <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۲- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک اتانول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.</p>
<p>مداخله گرها:</p> <p>رطوبت بالا کارایی نمونه برداری را کاهش می دهد.</p>
<p>محاسبات:</p> <p>۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) اتانول 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.</p> <p>نکته: اگر $W_b > W_f/10$، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۲- محاسبه غلظت (C) اتانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$

ethyl alcohol	اتیل الکل
CAS: 64-17-5	فرمول شیمیایی:
RTECS: KQ6300000	C_2H_6O ؛ CH_3CH_2OH
	وزن مولکولی: ۴۶/۰۷
	اسامی مترادف: اتانول
	ویژگی ها: نقطه جوش $78/5^{\circ}C$ ؛ فشار بخار ۴۲ mmHg (۵/۶ kPa) در $25^{\circ}C$ ؛ دانسیته $0/789 g/mL$ در $20^{\circ}C$
OSHA: 1000 ppm	NIOSH: 1000 ppm
	ACGIH: 1000 ppm
	احتیاطات ویژه:
	کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C =$ نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۶- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۱٪ حجمی ۲-بوتانول، ۰/۲٪ n-آن دکان و ۰/۱٪ اتیل بنزن یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.
	۷- آنالیت (اتیل الکل)، خلوص آزمایشگاهی
	۸- نیتروژن، خالص
	۹- هیدروژن، خالص
	۱۰- هوای، خالص و تصفیه شده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. 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 ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 \text{ L/min} - 0/1$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۰- بسته های یخ
- ۱۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۳- سرنگ های ۱۰ با درجه بندی $0/1$ میکرولیتری
- ۱۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

- ۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۶- 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.
- ۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 \text{ L/min} - 0/1$ برای عبور حجم هوای $0/1$ تا 1 لیتر انجام دهید.
- ۸- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را به همراه بسته های یخ با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۵- 1 mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۶- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (اتیل الکل) را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک اتیل الکل به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم اتیل الکل در هر نمونه).
- ۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
 - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از اتیل الکل را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم اتیل الکل بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶- 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:

- ۳- 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): اتیل الکل

- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲٪ بوتانول

- دمای تزریق: 200°C

- دمای آشکارساز: $250 - 300^{\circ}\text{C}$

- دمای ستون: $65 - 70^{\circ}\text{C}$

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (30 mL/min)

- ستون: شیشه ای

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک اتیل الکل را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گرها:

رطوبت بالا کارایی نمونه برداری را کاهش می دهد.

محاسبات:

۳- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) اتیل الکل 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

ethylene glycol monomethyl ether	اتیلن گلیکول مونو متیل اتر
CAS: 109-86-4 RTECS: KL5775000	فرمول شیمیایی: $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$ وزن مولکولی: ۷۶/۰۹ اسامی مترادف: متیل سلوسلو؛ ۲-متوکسی اتانول؛ EGME ویژگی ها: نقطه جوش 124°C ؛ فشار بخار 6 mmHg (0.8 kPa) در 25°C ؛ دانسیته 0.966 g/mL در 20°C
OSHA: 25 ppm(skin)	NIOSH: 0.1 ppm(skin) ACGIH: 5 ppm(skin)
احتیاطات ویژه: متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است. متانول به شدت قابل اشتعال است.	
مواد و محلولهای لازم: <ol style="list-style-type: none"> ۱۱- متیلن کلراید؛ با خلوص HPLC. ۱۲- متانول؛ با خلوص HPLC. ۱۳- حلال جداسازی؛ متیلن کلراید (با خلوص HPLC) حاوی ۰.۵٪ متانول ۱۴- اتیلن گلیکول مونو متیل اتر؛ خلوص آزمایشگاهی ۱۵- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۱۶- هیدروژن، تصفیه شده ۱۷- هوای، فشرده، خالص و تصفیه شده 	
وسایل و تجهیزات لازم: <ol style="list-style-type: none"> ۱۵- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۱۰۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند. 	

<p>۱۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.05 - 0.1$ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف</p> <p>۱۷- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون</p> <p>۱۸- ویال های شیشه ای نمونه گیری خودکار، ۱۱ میلی متری، با درپوش پیچ دار</p> <p>۱۹- سرنگ های ۱۰ و ۲۵ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری</p> <p>۲۰- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری</p>
<p style="text-align: center;">نمونه برداری:</p> <p>۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۱۰- 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.</p> <p>۱۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.05 - 0.1$ L/min برای عبور حجم هوای ۶ تا ۵۰ لیتر انجام دهید.</p> <p>نکته: حداکثر دبی عبوری برای اتیلن گلیکول مونو متیل اتر 0.2 L/min است.</p> <p>۱۲- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p style="text-align: center;">آماده سازی:</p> <p>۷- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله را به ویال محتوی بخش جلویی لوله انتقال دهید و فوم را دور بیندازید.</p> <p>۸- 1 mL از حلال جداسازی را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً بیندازید.</p> <p>۹- ویال های حاوی نمونه را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.</p>
<p style="text-align: center;">کالیبراسیون و کنترل کیفی:</p> <p>۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را پوشش دهد کالیبره کنید.</p>

- در صورت لزوم برای افزایش گستره منحنی کالیبراسیون، استانداردهای دیگری را آماده کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (اتیلن گلیکول مونو متیل اتر) را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با حلال به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم اتیلن گلیکول مونو متیل اتر).
- ۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 محلول استاندارد مادر را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - چند دقیقه برای ایجاد تعادل منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردها و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم اتیلن گلیکول مونو متیل اتر بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۹- 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:

- ۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و

<p>یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.</p> <ul style="list-style-type: none"> - آنالیت(ماده مورد تجزیه): اتیلن گلیکول مونو متیل اتر - جداساز: ۱ mL متیلن کلراید به همراه ۰.۵٪ متانول - دمای تزریق: ۲۲۵ °C - دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C - دمای ستون: ۴۰ °C (۱ دقیقه) تا ۲۰۰ °C (۱۲ °C/min) - گاز حامل: هلیوم (۳-۲/۵ mL/min) - ستون: موئین، از جنس سیلیکا <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p style="text-align: center;">مداخله گرها: -</p>
<p style="text-align: center;">محاسبات:</p> <p>۵- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) اتیلن گلیکول مونو متیل اتر 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.</p> <p>نکته: اگر $W_b > W_f/10$، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۶- محاسبه غلظت (C) اتیلن گلیکول مونو متیل اتر در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg/m}^3$

wood alcohol	الکل چوب
CAS: 67-56-1 RTECS: PC1400000	فرمول شیمیایی: CH ₃ OH وزن مولکولی: ۳۲/۰۴
<p>اسامی مترادف: متیل الکل؛ متانول؛ کرینول؛ نفت چوب؛ جوهر چوب</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش °C ۶۴/۵؛ فشار بخار ۱۱۵ mmHg (۱۵/۳ kPa) در °C ۲۵؛ دانسیته ۰/۷۹۲ g/mL در °C ۲۰؛ گستره انفجار ۶٪ تا ۳۶٪ حجمی در هوا</p>	
<p>حدمجاز: OSHA: 200 ppm NIOSH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin) ACGIH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin) Note: 1 ppm = 1.310 mg/m³ @ NTP</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>الکل چوب قابل اشتعال است و خطر بالایی از نظر انفجار و اشتعال دارد. همچنین سمیت متوسطی از راه تنفسی و گوارشی دارد. ایزوپروپانول نیز قابل اشتعال است و خطر حریق آن بالاست. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۸- متانول، با خلوص آزمایشگاهی ۱۹- آب؛ مقطر و تصفیه شده ۲۰- ایزوپروپانول؛ با خلوص آزمایشگاهی ۲۱- هلیوم، خالص ۲۲- هیدروژن، خالص ۲۳- هوای، تصفیه شده ۲۴- محلول جداسازی؛ ۵٪ ایزوپروپانول در ۹۵٪ آب مقطر ۲۵- محلول مادر کالیبراسیون، ۲۵/۳؛ ۲ μg/μL میکرولیتر الکل چوب را به ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی اضافه کنید.</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۱- نمونه بردار: لوله سیلیکاژل، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۴ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در شرایط رطوبت نسبی بالا یا تراکم بالای الکل چوب از لوله های بزرگتر با شرایط زیر استفاده کنید:

طول ۱۵ cm و قطر داخلی ۸ mm، حاوی سه بخش سیلیکاژل (۷۰۰، ۱۵۰ و ۱۵۰ میلی گرم)

۲۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.2 - 0.02$ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۳- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین RTX-35

۲۴- حمام اولتراسونیک

۲۵- ویال های نمونه گیر خودگار، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۶- سرنگ های میکرولیتری؛ ۱۰ میکرولیتر و اندازه های مناسب دیگر با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۲۷- بالن ژوژه در اندازه های مختلف

۲۸- پیپت در اندازه های مختلف

نمونه برداری:

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

۱۴- 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.

۱۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.5 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۵ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۱۰- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۱۱- 1 mL از ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۱۲- برای کمک به جداسازی نمونه ویال ها را به مدت ۳۰ تا ۶۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید. سه جفت استاندارد (۲ تایی) باید گستره بین حد آشکارسازی ($\text{LOD} = 0.7$) (μg) تا حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم الکل چوب).

۱۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه اصلی و شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- به منظور برقراری تعادل چند دقیقه منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلولهای استاندارد کاربردی و شاهد‌ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم الکل چوب بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۲- 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:

- ۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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): الکل چوب
- جداساز: ۱ mL ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵)
- دمای تزریق: 250°C
- دمای آشکارساز: 300°C
- دمای ستون: 50°C تا 90°C ($8^{\circ}\text{C}/\text{min}$)
- گاز حامل: هلیوم ($2/6\text{ mL}/\text{min}$)
- ستون: موئین؛ Rtx-35، فیلم ۳ میکرومتری (۳۵٪ دی فیل پلی سیلوزان - ۶۵٪ دی متیل پلی سیلوزان) یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق

مناسب در محاسبات وارد کنید.

۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها:

مداخله گر خاصی شناسایی نشده است. با این حال هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه الکل چوب باشد می تواند ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۷- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) الکل چوب 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۸- محاسبه غلظت (C) الکل چوب در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

NOTE: $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

allyl alcohol	آلیل الکل
<p>CAS: 107-18-6</p> <p>RTECS: BA5075000</p>	<p>فرمول شیمیایی: C_3H_6O؛ $CH_2=CHCH_2OH$</p> <p>وزن مولکولی: ۵۸/۰۸</p> <p>اسامی مترادف: ۲- پروپین -۱- آل؛ ۲- پروپینول؛ وینیل کریبنول</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش $97^{\circ}C - 96^{\circ}C$؛ فشار بخار ۱۷ mmHg (۲/۳ kPa) در $25^{\circ}C$؛ دانسیته ۰/۸۵۴ g/mL در $20^{\circ}C$</p>
<p>OSHA: 2 ppm skin</p> <p>NIOSH: 2 ppm, 4 ppm STEL (skin); Group I Pesticide</p> <p>ACGIH: 2 ppm, 4 ppm STEL (skin)</p>	<p>حدمجاز:</p>
	<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C =$ نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.</p>
	<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۲۶- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۵٪ حجمی ۲-پروپانول، ۰/۲٪ n- پنتا دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.</p> <p>۲۷- آنالیت (آلیل الکل)</p> <p>۲۸- n- هپتان</p> <p>۲۹- محلول استوک راندمان واجذب؛ ۱۲ mg/mL آلیل الکل در n- هپتان</p> <p>۳۰- نیتروژن، خالص</p> <p>۳۱- هیدروژن، خالص</p> <p>۳۲- هوای، خالص و تصفیه شده</p>

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۲۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. 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 ها در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۳۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۰۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۳۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۳۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۳۳- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۳۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

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- 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.
- ۱۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ - ۰/۰۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.
- ۲۰- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۱۳- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم

شیشه و فوم را دور بیندازید.

۱۴- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش

آن را فوراً بیندید.

۱۵- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از آنالیت (آلیل الکل) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک آلیل الکل به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم آلیل الکل).

۱۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 آلیل الکل یا محلول استاندارد آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آلیل الکل بازیافت شده ترسیم کنید.

۱۵- 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:

۹- 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): آلایل الکل

- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۵٪ ۲-پروپانول

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C

- دمای ستون: ۸۰ - ۱۲۰ °C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)

- ستون: شیشه ای

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استاندارد های کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۰- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک آلایل الکل را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گر ها: -

محاسبات:

۹- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آلایل الکل 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۰- محاسبه غلظت (C) آلایل الکل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

anol	آنول
108-93-0: CAS	فرمول شیمیایی: $C_6H_{12}O$
GV7875000: RTECS	وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶
<p>اسامی مترادف: هگزالین؛ هیدرالین؛ هیدروکسی سیکلو هگزان؛ سیکلو هگزانول</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش $161^{\circ}C$؛ نقطه جوش $24^{\circ}C$؛ فشار بخار 1 mmHg</p> <p>(۰/۱۳ kPa) در $25^{\circ}C$؛ دانسیته 0.962 g/mL در $20^{\circ}C$</p>	
OSHA: 50 ppm	حدمجاز: NIOSH: 50 ppm (skin) ACGIH: 50 ppm (skin)
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C$ = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۳۳- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۵٪ حجمی ۲-پروپانول، ۰/۲٪ n-پنتا دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.</p> <p>۳۴- آنالیت (آنول)</p> <p>۳۵- n-هپتان</p> <p>۳۶- محلول استوک راندمان واجذب؛ 12 mg/mL آنول در n-هپتان</p> <p>۳۷- نیتروژن، خالص</p> <p>۳۸- هیدروژن، خالص</p> <p>۳۹- هوای، خالص و تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۳۵- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. یک لایه</p>	

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 ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۳۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 - 0/2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۳۷- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۳۸- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۳۹- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۴۰- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۲۲- 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.

۲۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

۲۴- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۱۶- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۱۷- 1 mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۱۸- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از آنالیت (آنول) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱و۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک آنول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم آنول).

۱۷- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 آنول یا محلول استاندارد آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱و۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنول 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:

- ۱۱- 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.

<p>- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آنول</p> <p>- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲/۵- پروپانول</p> <p>- دمای تزریق: ۲۰۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۸۰ - ۱۲۰ °C</p> <p>- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)</p> <p>- ستون: شیشه ای</p> <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۱۲- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک آنول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.</p>
<p>مداخله گر ها: -</p>
<p style="text-align: center;">محاسبات:</p> <p>۱۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنول 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.</p> <p>نکته: اگر $W_b > W_f/10$، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۱۲- محاسبه غلظت (C) آنول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$

Isobutyl alcohol	ایزو بوتیل الکل
CAS: 78-83-1	فرمول شیمیایی:
RTECS: NP9625000	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{OH}$
	$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$
	وزن مولکولی: ۷۴/۱۲
	اسامی مترادف: ۱- متیل-۲- پروپانول؛ ایزوپروپیل کریینول؛ IBA
	ویژگی ها: نقطه جوش $^{\circ}\text{C}$ ۱۰٫۸؛ فشار بخار ۹ mmHg (۱/۲ kPa) در $^{\circ}\text{C}$ ۲۵؛ دانسیته g/mL ۰/۸۰۶ در $^{\circ}\text{C}$ ۲۰
OSHA: 100 ppm	حد مجاز: NIOSH: 50 ppm ACGIH: 50 ppm
	احتیاطات ویژه:
	کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($^{\circ}\text{C}$ ۳۰- = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۴۰- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۱٪ حجمی ۲- پروپانول، ۰/۲٪ n- آن دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.
	۴۱- آنالیت (ایزو بوتیل الکل)
	۴۲- محلول استوک راندمان واجذب، ۱۰۰ mg/mL؛ محلول ایزو بوتیل الکل را در هپتان آماده کنید.
	۴۳- نیتروژن، خالص
	۴۴- هیدروژن، خالص
	۴۵- هوای، خالص و تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۴۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. 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 ها در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۴۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۴۳- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۴۴- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۴۵- سرنگ های ۱۰ با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۴۶- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

- ۲۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۲۶- 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.
- ۲۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ - ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۲ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.
- ۲۸- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۱۹- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۲۰- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۲۱- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (ایزو بوتیل الکل) را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک ایزو بوتیل الکل به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم ایزو بوتیل الکل).
- ۲۰- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 ایزو بوتیل الکل را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ایزو بوتیل الکل 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:

۱۳- 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): ایزو بوتیل الکل

- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲٪ پروپانول

- دمای تزریق: 200°C

- دمای آشکارساز: $250 - 300^{\circ}\text{C}$

- دمای ستون: 75°C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (20 mL/min)

- ستون: شیشه ای

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۴- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک ایزو بوتیل الکل را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گر ها: -

محاسبات:

۱۳- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ایزو بوتیل الکل 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۴- محاسبه غلظت (C) ایزو بوتیل الکل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

isobutylcarbinol	ایزو بوتیل کرینول
<p>CAS : 123-51-3 RTECS : EL5425000</p>	<p>فرمول شیمیایی: $C_5H_{12}O$ ؛ $(CH_3)_2CHCH_2CH_2OH$ وزن مولکولی: ۸۸/۱۵ اسامی مترادف: ۳- متیل-۱-بوتانول؛ ایزو آمیل الکل ؛ ایزوپنتیل الکل ویژگی ها: نقطه جوش °C ۱۳۲ ؛ فشار بخار mmHg ۲۸ (۳/۷ kPa) در °C ۲۵ ؛ دانسیته g/mL ۰/۸۱۳ در °C ۲۰</p>
<p>OSHA: 100 ppm NIOSH: 100 ppm, 125 ppm STEL (skin) ACGIH: 100 ppm, 125 ppm STEL</p>	<p>حدمجاز:</p>
<p>احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است (°C -۳۰ = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید. پروپانول، هگزان و هپتان قابل اشتعال هستند و آماده سازی آنها باید در زیر هود صورت گیرد. از دستکش، عینک ایمنی و لباس حفاظتی مناسب استفاده کنید.</p>	<p>مواد و محلولهای لازم: ۴۶- کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) ۴۷- ۲-پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۴۸- هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی ۴۹- هپتان؛ خلوص کروماتوگرافی ۵۰- حلال جداسازی: کربن دی سولفید به همراه ۵٪ حجمی ۲-پروپانول و ۰/۰۵٪ حجمی هگزان به عنوان استانداردهای داخلی. نکته: ۰/۱ حجمی π-آن دکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب می توانند مورد استفاده قرار گیرند. ۵۱- آنالیت (ایزو بوتیل کرینول)</p>

- ۵۲- محلول استوک؛ 100 mg/mL ؛ محلول ایزو بوتیل کرینول را در هپتان آماده کنید.
- ۵۳- نیتروژن، خالص
- ۵۴- هیدروژن، خالص
- ۵۵- هوای، فشرده و تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۴۷- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 7 cm ، قطر خارجی 6 mm و قطر داخلی 4 mm ؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: 100 mg ، قسمت عقبی: 50 mg) که توسط یک لایه 2 میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. فشار هوای عبوری از لوله ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۴۸- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 \text{ L/min} - 0/1$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۴۹- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۵۰- ویال های شیشه ای، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۵۱- سرنگ های 10 میکرولیتری با درجه بندی $0/1$ میکرولیتری
- ۵۲- بالن ژوژه 2 میلی لیتری

نمونه برداری:

- ۲۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۳۰- 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.
- ۳۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 \text{ L/min} - 0/1$ برای عبور حجم هوای 1 تا 10 لیتر انجام دهید.

۳۲- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۲۲- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۲۳- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۲۴- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (ایزو بوتیل کرینول) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۲ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۲ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک ایزو بوتیل کرینول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم ایزو بوتیل کرینول).
- ۲۳- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
 - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک استاندارد را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه

محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ایزو بوتیل کرینول بازیافت شده ترسیم کنید.

۲۴- 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:

- ۱۵- 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): ایزو بوتیل کرینول
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۵٪ ۲-پروپانول
- دمای تزریق: 220°C
- دمای آشکارساز: $300^{\circ}\text{C} - 250^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون: 35°C (۷ دقیقه)؛ تا 60°C ($5^{\circ}\text{C}/\text{min}$)، ۵ دقیقه حفظ شود؛ تا بیشتر از 120°C ($10^{\circ}\text{C}/\text{min}$)، ۳ دقیقه حفظ شود
- گاز حامل: هلیوم ($4\text{ mL}/\text{min}$)
- ستون: موئین، از جنس سیلیکا
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۱۶- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک ایزو بوتیل کرینول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۱۵- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ایزو بوتیل کرینول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۶- محاسبه غلظت (C) ایزو بوتیل کرینول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

NOTE: $\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

ایزوآمیل الکل	isoamyl alcohol
فرمول شیمیایی:	CAS: 123-51-3
$C_5H_{12}O$ ؛ $(CH_3)_2CHCH_2CH_2OH$	RTECS : EL5425000
وزن مولکولی: ۸۸/۱۵	
اسامی مترادف: ۳-متیل-۱-بوتانول؛ ایزو بوتیل کرینول؛ ایزوپنتیل الکل	
ویژگی ها: نقطه جوش $^{\circ}C$ ۱۳۲؛ فشار بخار mmHg ۲۸ (۳/۷ kPa) در $^{\circ}C$ ۲۵؛ دانسیته g/mL ۰/۸۱۳ در $^{\circ}C$ ۲۰	
حدمجاز:	OSHA: 100 ppm
	NIOSH: 100 ppm, 125 ppm STEL (skin)
	ACGIH: 100 ppm, 125 ppm STEL
احتیاطات ویژه:	
کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($^{\circ}C$ -۳۰ = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید. پروپانول، هگزان و هپتان قابل اشتعال هستند و آماده سازی آنها باید در زیر هود صورت گیرد. از دستکش، عینک ایمنی و لباس حفاظتی مناسب استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۵۶- کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی)	
۵۷- ۲-پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی	
۵۸- هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی	
۵۹- هپتان؛ خلوص کروماتوگرافی	
۶۰- حلال جداسازی: کربن دی سولفید به همراه ۵٪ حجمی ۲-پروپانول و ۰/۰۵٪ حجمی هگزان به عنوان استانداردهای داخلی.	
نکته: ۰/۱ حجمی n-آن دکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب می توانند مورد استفاده قرار گیرند.	

۶۱- آنالیت (ایزوآمیل الکل)

۶۲- محلول استوک ؛ 100 mg/mL ؛ محلول ایزوآمیل الکل را در هپتان آماده کنید.

۶۳- نیتروژن، خالص

۶۴- هیدروژن، خالص

۶۵- هوای، فشرده و تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۳- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 7 cm ، قطر خارجی 6 mm و قطر داخلی mm

۴؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: 100 mg ، قسمت عقبی: 50 mg) که توسط یک لایه 2 میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. فشار هوای عبوری از لوله ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۵۴- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۵۵- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۵۶- ویال های شیشه ای، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۵۷- سرنگ های 10 میکرولیتری با درجه بندی $0/1$ میکرولیتری

۵۸- بالن ژوژه 2 میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۳۴- 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.

۳۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای 1 تا 10 لیتر انجام دهید.

۳۶- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۲۵- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۲۶- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۲۷- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از آنالیت (ایزوآمیل الکل) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۲ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۲ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک ایزوآمیل الکل به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم ایزوآمیل الکل).

۲۶- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 محلول استوآک استاندارد را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.

- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول

- های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ایزوآمیل الکل بازیافت شده ترسیم کنید.
 - ۲۷- 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:

- ۱۷- 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): ایزوآمیل الکل
 - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۵٪ ۲-پروپانول
 - دمای تزریق: 220°C
 - دمای آشکارساز: $250 - 300^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: 35°C (۷ دقیقه)؛ تا 60°C ($5^{\circ}\text{C}/\text{min}$)، ۵ دقیقه حفظ شود؛ تا بیشتر از 120°C ($10^{\circ}\text{C}/\text{min}$)، ۳ دقیقه حفظ شود
 - گاز حامل: هلیوم ($4\text{ mL}/\text{min}$)
 - ستون: موئین، از جنس سیلیکا
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۱۸- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک ایزوآمیل الکل را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گر ها: -

محاسبات:

۱۷- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ایزوآمیل الکل 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۸- محاسبه غلظت (C) ایزوآمیل الکل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

NOTE: $\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

isopropyl alcohol	ایزوپروپیل الکل
CAS: 64-17-5	فرمول شیمیایی:
RTECS: KQ6300000	C_3H_8O ; $CH_3CH(OH)CH_3$
	وزن مولکولی: ۶۰/۰۹
	اسامی مترادف: ۲- پروپانول
	ویژگی ها: نقطه جوش $^{\circ}C$ ۸۲/۵؛ فشار بخار mmHg ۳۳ (۴/۴ kPa) در $^{\circ}C$ ۲۵؛ دانسیته g/mL ۰/۷۸۵ در $^{\circ}C$ ۲۰
OSHA: 400 ppm	حد مجاز: NIOSH: 400 ppm; 500ppm STEL
	ACGIH: 400 ppm; 500ppm STEL
	احتیاطات ویژه:
	کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($^{\circ}C$ ۳۰- = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۶۶- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۱٪ حجمی ۲-بوتانول، ۰/۲ % n- آن دکان و ۰/۱٪ اتیل بنزن یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.
	۶۷- آنالیت (ایزوپروپیل الکل)، خلوص آزمایشگاهی
	۶۸- نیتروژن، خالص
	۶۹- هیدروژن، خالص
	۷۰- هوای، خالص و تصفیه شده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	۵۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. 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 ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۶۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۶۱- بسته های یخ
- ۶۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۶۳- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۶۴- سرنگ های ۱۰ با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۶۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

- ۳۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۳۸- 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.
- ۳۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای $0/3$ تا 3 لیتر انجام دهید.
- ۴۰- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را به همراه بسته های یخ با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۲۸- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۲۹- 1 mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۳۰- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از آنالیت (ایزوپروپیل الکل) را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک ایزوپروپیل الکل به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم ایزوپروپیل الکل در هر نمونه).

۲۹- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 ایزوپروپیل الکل را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.

- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ایزوپروپیل الکل بازیافت شده ترسیم کنید.

۳۰- 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:

۱۹- 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): ایزوپروپیل الکل
 - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲٪ بوتانول
 - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
 - دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C
 - دمای ستون: ۶۵ - ۷۰ °C
 - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)
 - ستون: شیشه ای
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۲۰- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک ایزوپروپیل الکل را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گرها:

رطوبت بالا کارایی نمونه برداری را کاهش می دهد.

محاسبات:

- ۱۹- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ایزوپروپیل الکل 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.
- ۲۰- محاسبه غلظت (C) ایزوپروپیل الکل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

isopropyl carbinol	ایزوپروپیل کرینول
CAS: 78-83-1	فرمول شیمیایی:
RTECS: NP9625000	$C_4H_{10}O$; $(CH_3)_2CHCH_2OH$
	وزن مولکولی: ۷۴/۱۲
	اسامی مترادف: ۲-متیل ۱-پروپانول؛ ایزو بوتیل الکل ؛ IBA
	ویژگی ها: نقطه جوش $108^{\circ}C$ ؛ فشار بخار ۹ mmHg (۱/۲ kPa) در $25^{\circ}C$ ؛ دانسیته $0.806 g/mL$ در $20^{\circ}C$
OSHA: 100 ppm	حدمجاز: NIOSH: 50 ppm ACGIH: 50 ppm
	احتیاطات ویژه:
	کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C =$ نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۷۱- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۱٪ حجمی ۲-پروپانول، ۰/۲٪ n-آن دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.
	۷۲- آنالیت (ایزوپروپیل کرینول)
	۷۳- محلول استوک راندمان واجذب، $100 mg/mL$ ؛ محلول ایزوپروپیل کرینول را در هپتان آماده کنید.
	۷۴- نیتروژن، خالص
	۷۵- هیدروژن، خالص
	۷۶- هوای، خالص و تصفیه شده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	۶۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛

که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. 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 ها در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

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

انعطاف

۶۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۶۹- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۷۰- سرنگ های ۱۰ با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۷۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۴۲- 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.

۴۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۲ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

۴۴- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۳۱- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۳۲- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن

را فوراً ببندید.

۳۳- ویال‌ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۳۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی نمونه‌ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
 - مقدار مشخصی از آنالیت (ایزوپروپیل کرینول) را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با کرین دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک ایزوپروپیل کرینول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم ایزوپروپیل کرینول).
- ۳۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 ایزوپروپیل کرینول را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول‌های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول‌های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ایزوپروپیل کرینول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۳۳- 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:

۲۱- 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): ایزوپروپیل کرینول
 - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲٪ ۲-پروپانول
 - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
 - دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C
 - دمای ستون: ۷۵ °C
 - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۲۰ mL/min)
 - ستون: شیشه ای
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۲۲- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک ایزوپروپیل کرینول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۲۱- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ایزوپروپیل کرینول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۲۲- محاسبه غلظت (C) ایزوپروپیل کرینول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

isopentyl alcohol	ایزوپنتیل الکل
<p>CAS: 123-51-3</p> <p>RTECS: EL5425000</p>	<p>فرمول شیمیایی: $C_5H_{12}O$ ؛ $(CH_3)_2CHCH_2CH_2OH$</p> <p>وزن مولکولی: ۸۸/۱۵</p> <p>اسامی مترادف: ۳- متیل-۱- بوتانول؛ ایزو بوتیل کرینول؛ ایزو آمیل الکل</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش $^{\circ}C$ ۱۳۲ ؛ فشار بخار ۲۸ mmHg (۳/۷ kPa) در $^{\circ}C$ ۲۵؛ دانسیته g/mL ۰/۸۱۳ در $^{\circ}C$ ۲۰</p>
<p>OSHA: 100 ppm</p> <p>NIOSH: 100 ppm, 125 ppm STEL (skin)</p> <p>ACGIH: 100 ppm, 125 ppm STEL</p>	<p>حدمجاز:</p>
	<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($^{\circ}C$ ۳۰- = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید. پروپانول، هگزان و هپتان قابل اشتعال هستند و آماده سازی آنها باید در زیر هود صورت گیرد. از دستکش، عینک ایمنی و لباس حفاظتی مناسب استفاده کنید.</p>
	<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۷۷- کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی)</p> <p>۷۸- ۲- پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۷۹- هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۸۰- هپتان؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۸۱- حلال جداسازی: کربن دی سولفید به همراه ۵٪ حجمی ۲- پروپانول و ۰/۰۵٪ حجمی هگزان به عنوان استانداردهای داخلی.</p> <p>نکته: ۰/۱ حجمی n-آن دکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب می توانند مورد</p>

استفاده قرار گیرند.

۸۲- آنالیت (ایزوپنتیل الکل)

۸۳- محلول استوک؛ 100 mg/mL ؛ محلول ایزوپنتیل الکل را در هپتان آماده کنید.

۸۴- نیتروژن، خالص

۸۵- هیدروژن، خالص

۸۶- هوای، فشرده و تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۷۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 7 cm ، قطر خارجی 6 mm و قطر داخلی 4 mm ؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: 100 mg ، قسمت عقبی: 50 mg) که توسط یک لایه 2 میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. فشار هوای عبوری از لوله ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۷۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 \text{ L/min} - 0/01$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۷۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۷۵- ویال های شیشه ای، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۷۶- سرنگ های 10 میکرولیتری با درجه بندی $0/1$ میکرولیتری

۷۷- بالن ژوژه 2 میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۴۶- 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.

۴۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 \text{ L/min} - 0/01$ برای عبور حجم

هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

۴۸- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۳۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۳۵- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۳۶- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۳۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از آنالیت (ایزوپنتیل الکل) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۲ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۲ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک ایزوپنتیل الکل به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم ایزوپنتیل الکل).

۳۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 محلول استوک استاندارد را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ایزوپنتیل الکل بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۳۶- 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:

- ۲۳- 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): ایزوپنتیل الکل
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۵٪ ۲-پروپانول
- دمای تزریق: 220°C
- دمای آشکارساز: $250 - 300^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون: 35°C (۷ دقیقه)؛ تا 60°C ($5^{\circ}\text{C}/\text{min}$)، ۵ دقیقه حفظ شود؛ تا بیشتر از 120°C ($10^{\circ}\text{C}/\text{min}$)، ۳ دقیقه حفظ شود
- گاز حامل: هلیوم ($4\text{ mL}/\text{min}$)
- ستون: موئین، از جنس سیلیکا
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۲۴- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک ایزوپنتیل الکل را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گر ها: -

محاسبات:

۲۳- جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ایزوپنتیل الکل 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۲۴- محاسبه غلظت (C) ایزوپنتیل الکل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

NOTE: $\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

2-propanol	۲- پروپانول
CAS: 64-17-5	فرمول شیمیایی:
RTECS: KQ6300000	C_3H_8O ; $CH_3CH(OH)CH_3$
	وزن مولکولی: ۶۰/۰۹
	اسامی مترادف: ایزوپروپیل الکل
	ویژگی ها: نقطه جوش $^{\circ}C$ ۸۲/۵؛ فشار بخار ۳۳ mmHg (۴/۴ kPa) در $^{\circ}C$ ۲۵؛ دانسیته g/mL ۰/۷۸۵ در $^{\circ}C$ ۲۰
OSHA: 400 ppm	حدمجاز: NIOSH: 400 ppm; 500ppm STEL
	ACGIH: 400 ppm; 500ppm STEL
	احتیاطات ویژه:
	کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($^{\circ}C$ ۳۰- = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۸۷- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۱٪ حجمی ۲-بوتانول، ۰/۲٪ n-آن دکان و ۰/۱٪ اتیل بنزن یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.
	۸۸- آنالیت (۲- پروپانول)، خلوص آزمایشگاهی
	۸۹- نیتروژن، خالص
	۹۰- هیدروژن، خالص
	۹۱- هوای، خالص و تصفیه شده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	۷۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. 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 ها در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۷۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۸۰- بسته های یخ
- ۸۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۸۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۸۳- سرنگ های ۱۰ با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۸۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

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 بشکنید 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 ۰/۲ - ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۰/۳ تا ۳ لیتر انجام دهید.
- ۵۲- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را به همراه بسته های یخ با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۳۷- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۳۸- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۳۹- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۳۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (۲- پروپانول) را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک ۲- پروپانول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم ۲- پروپانول در هر نمونه).
- ۳۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 ۲- پروپانول را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۲- پروپانول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۳۹- 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- 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.

<p>- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۲- پروپانول</p> <p>- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲٪ ۲- بوتانول</p> <p>- دمای تزریق: ۲۰۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۶۵ - ۷۰ °C</p> <p>- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)</p> <p>- ستون: شیشه ای</p> <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۲۶- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک ۲- پروپانول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.</p>
<p>مداخله گرها:</p> <p>رطوبت بالا کارایی نمونه برداری را کاهش می دهد.</p>
<p style="text-align: center;">محاسبات:</p> <p>۲۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲- پروپانول 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.</p> <p>نکته: اگر $W_b > W_f/10$، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۲۶- محاسبه غلظت (C) ۲- پروپانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$

2-propenol	۲-پروپنول
CAS: 107-18-6	فرمول شیمیایی:
RTECS: BA5075000	C_3H_6O ؛ $CH_2=CHCH_2OH$
	وزن مولکولی: ۵۸/۰۸
	اسامی مترادف: ۲-پروپین -۱-آل؛ آلایل الکل؛ وینیل کرینول
	ویژگی ها: نقطه جوش $97^{\circ}C - 96^{\circ}C$ ؛ فشار بخار ۱۷ mmHg (۲/۳ kPa) در $25^{\circ}C$
	؛ دانسیته ۰/۸۵۴ g/mL در $20^{\circ}C$
OSHA: 2 ppm skin	حدمجاز:
NIOSH: 2 ppm, 4 ppm STEL (skin); Group I Pesticide	
ACGIH: 2 ppm, 4 ppm STEL (skin)	
	احتیاطات ویژه:
	کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C =$ نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۹۲- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۵٪ حجمی ۲-پروپانول، ۰/۲٪ n-پنتا دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.
	۹۳- آنالیت (۲-پروپنول)
	۹۴- n-هپتان
	۹۵- محلول استوک راندمان واجذب؛ ۱۲ mg/mL ۲-پروپنول در n-هپتان
	۹۶- نیتروژن، خالص
	۹۷- هیدروژن، خالص
	۹۸- هوای، خالص و تصفیه شده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	۸۵- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛
	که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو

بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: mg ۵۰) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. 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 ها در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۸۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۰۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۸۷- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۸۸- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۸۹- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۹۰- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۵۴- 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.

۵۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ - ۰/۰۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

۵۶- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۴۰- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۴۱- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۴۲- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از آنالیت (۲-پروپنول) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک ۲-پروپنول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم ۲-پروپنول).

۴۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 ۲-پروپنول یا محلول استاندارد آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۲-پروپنول بازیافت شده ترسیم کنید.

۴۲- 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:

۲۷- 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): ۲-پروپنول
 - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۵٪-۲-پروپانول
 - دمای تزریق: 200°C
 - دمای آشکارساز: $250 - 300^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $80 - 120^{\circ}\text{C}$
 - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (30 mL/min)
 - ستون: شیشه ای
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۲۸- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک ۲-پروپنول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۲۷- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲-پروپنول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۲۸- محاسبه غلظت (C) ۲-پروپنول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

wood spirit	جوهر چوب
CAS: 67-56-1	فرمول شیمیایی: CH ₃ OH
RTECS: PC1400000	وزن مولکولی: ۳۲/۰۴
<p>اسامی مترادف: متیل الکل؛ الکل چوب؛ کریینول؛ نفت چوب؛ متانول</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش ۶۴/۵ °C؛ فشار بخار ۱۱۵ mmHg (۱۵/۳ kPa) در ۲۵ °C؛ دانسیته ۰/۷۹۲ g/mL در ۲۰ °C؛ گستره انفجار ۶٪ تا ۳۶٪ حجمی در هوا</p>	
OSHA: 200 ppm	حدمجاز:
<p>NIOSH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin)</p> <p>ACGIH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin)</p> <p>Note: 1 ppm = 1.310 mg/m³ @ NTP</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>جوهر چوب قابل اشتعال است و خطر بالایی از نظر انفجار و اشتعال دارد. همچنین سمیت متوسطی از راه تنفسی و گوارشی دارد. ایزوپروپانول نیز قابل اشتعال است و خطر حریق آن بالاست. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۹۹- متانول، با خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۰۰- آب؛ مقطر و تصفیه شده</p> <p>۱۰۱- ایزوپروپانول؛ با خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۰۲- هلیوم، خالص</p> <p>۱۰۳- هیدروژن، خالص</p> <p>۱۰۴- هوای، تصفیه شده</p> <p>۱۰۵- محلول جداسازی؛ ۵٪ ایزوپروپانول در ۹۵٪ آب مقطر</p> <p>۱۰۶- محلول مادر کالیبراسیون، ۲۵/۳؛ ۲ μg/μL میکرولیتر جوهر چوب را به ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی اضافه کنید.</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۹۱- نمونه بردار: لوله سیلیکاژل، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتباهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۴ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در شرایط رطوبت نسبی بالا یا تراکم بالای جوهر چوب از لوله های بزرگتر با شرایط زیر استفاده کنید:

طول ۱۵ cm و قطر داخلی ۸ mm، حاوی سه بخش سیلیکاژل (۷۰۰، ۱۵۰ و ۱۵۰ میلی گرم)

۹۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.2 - 0.02$ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۹۳- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین RTX-35

۹۴- حمام اولتراسونیک

۹۵- ویال های نمونه گیر خودکار، با درپوش پیچ دار PTFE

۹۶- سرنگ های میکرولیتری؛ ۱۰ میکرولیتر و اندازه های مناسب دیگر با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۹۷- بالن ژوژه در اندازه های مختلف

۹۸- پیپت در اندازه های مختلف

نمونه برداری:

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

۵۸- 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.

۵۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.4 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۵ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۴۳- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۴۴- 1 mL از ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۴۵- برای کمک به جداسازی نمونه ویال ها را به مدت ۳۰ تا ۶۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید. سه جفت استاندارد (۲ تایی) باید گستره بین حد آشکارسازی ($\text{LOD} = 0.7$) μg تا حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم جوهر چوب).

۴۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه اصلی و شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- به منظور برقراری تعادل چند دقیقه منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی و شاهد‌ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم جوهر چوب بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۵- 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:

- ۲۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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): جوهر چوب
- جداساز: ۱ mL ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵)
- دمای تزریق: 250°C
- دمای آشکارساز: 300°C
- دمای ستون: 50°C تا 90°C ($8^{\circ}\text{C}/\text{min}$)
- گاز حامل: هلیوم ($2/6\text{ mL}/\text{min}$)
- ستون: موئین؛ Rtx-35، فیلم ۳ میکرومتری (۳۵٪ دی فیل پلی سیلوزان - ۶۵٪ دی متیل پلی سیلوزان) یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق

مناسب در محاسبات وارد کنید.

۳۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها:

مداخله گر خاصی شناسایی نشده است. با این حال هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه جوهر چوب باشد می تواند ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۲۹- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) جوهر چوب 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۳۰- محاسبه غلظت (C) جوهر چوب در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

NOTE: $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

cyclohexanol	سیکلوهگزانول
108-93-0 :CAS	فرمول شیمیایی: C ₆ H ₁₂ O
GV7875000 :RTECS	وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶
<p>اسامی مترادف: هگزالین؛ هیدرالین؛ هیدروکسی سیکلوهگزان؛ آنول</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش °C ۱۶۱؛ نقطه جوش °C ۲۴؛ فشار بخار mmHg ۱ (۰/۱۳ kPa)</p> <p>در °C ۲۵؛ دانسیته g/mL ۰/۹۶۲ در °C ۲۰</p>	
OSHA: 50 ppm	حد مجاز: NIOSH: 50 ppm (skin)
ACGIH: 50 ppm (skin)	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است (°C ۳۰- = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۰۷- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۵٪ حجمی ۲-پروپانول، ۰/۲٪ n-پنتا دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.</p> <p>۱۰۸- آنالیت (سیکلوهگزانول)</p> <p>۱۰۹-n-هپتان</p> <p>۱۱۰- محلول استوک راندمان واجذب؛ ۱۲ mg/mL سیکلوهگزانول در n-هپتان</p> <p>۱۱۱- نیتروژن، خالص</p> <p>۱۱۲- هیدروژن، خالص</p> <p>۱۱۳- هوای، خالص و تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۹۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. یک لایه پشم شیشه مقدم</p>	

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 ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۰۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 - 0/2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۰۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۰۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۰۳- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی $0/1$ میکرولیتری

۱۰۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

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 بشکنید 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 $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

۶۴- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۴۶- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور ببندازید.

۴۷- 1 mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۴۸- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (سیکلوهگزانول) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک سیکلوهگزانول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم سیکلوهگزانول).
- ۴۷- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 سیکلوهگزانول یا محلول استاندارد آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم سیکلوهگزانول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۸- 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:

- ۳۱- 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): سیکلوهگزانول

<p>- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲/۵- پروپانول</p> <p>- دمای تزریق: ۲۰۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۸۰ - ۱۲۰ °C</p> <p>- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)</p> <p>- ستون: شیشه ای</p> <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۳۲- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک سیکلو هگزانول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.</p>
مداخله گرها: -
<p style="text-align: center;">محاسبات:</p> <p>۳۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) سیکلو هگزانول 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.</p> <p>نکته: اگر $W_b > W_f/10$، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۳۲- محاسبه غلظت (C) سیکلو هگزانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$

furfuryl alcohol	فورفوریل الکل
<p>CAS: 98-00-0 RTECS: LU9100000</p> <p>اسامی مترادف: ۲- فوریل کرینول؛ ۲- (هیدروکسی متیل) فوران؛ ۲- فوریل متانول</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۱۷۰؛ فشار بخار ۱ mmHg (۰/۱۳ kPa) در °C ۲۵؛ دانسیته ۱/۱۳ g/mL در °C ۳۱/۸؛ گستره انفجار ۱/۸ تا ۱۶/۳٪ حجمی در هوا</p>	<p>فرمول شیمیایی: C₄H₃OCH₂OH</p> <p>وزن مولکولی: ۹۸/۱</p>
<p>حدمجاز: OSHA: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL NIOSH: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL ACGIH: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL Note: 1 ppm = 4.01 mg/m³ @ NTP</p>	
<p>احتیاطات ویژه: فورفوریل الکل سمی بوده و با اسیدها به شدت واکنش می دهد. بنزن مظنون به سرطانزایی است، همیشه در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم: ۱۱۴- فورفوریل الکل؛ خالص ۱۱۵- استون؛ تقطیر شده ۱۱۶- بنزن؛ تقطیر شده ۱۱۷- محلول استوک راندمان واجذب، ۱ mg/μL؛ ۱ گرم فورفوریل الکل را با بنزن به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. نکته: اگر راندمان جذب به اندازه کافی باشد می توان به جای بنزن از استون استفاده کرد. ۱۱۸- نیتروژن، خالص ۱۱۹- هیدروژن، خالص ۱۲۰- هوا، تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم: ۱۰۵- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۸/۵ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۸۰/۵۰ مشی Porapak Q</p>	

- (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۱۰۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.05 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۰۷- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۰۸- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۰۹- سرنگ های ۱۰ تا ۵۰ میکرولیتری با درجه بندی 0.1 میکرولیتری
- ۱۱۰- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری و سایر اندازه های مناسب دیگر
- ۱۱۱- پیپت ۱ میلی لیتری و سایر اندازه های مناسب

نمونه برداری:

- ۶۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۶۶- 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.
- ۶۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.05 - 0.1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.
- ۶۸- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۴۹- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۵۰- 1 mL از استون را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۵۱- ویال ها را به مدت ۱۵ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی 0.01 تا $3/6$ میلی گرم فورفوریل

الکل را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از فورفوریل الکل را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با استون یا بنزن به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. از رقیق سازی مرحله ای برای آماده کردن غلظت ها پایین تر استفاده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم فورفوریل الکل).
- ۵۰- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از Porapak Q مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 محلول استوک راندمان جذب آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم فورفوریل الکل بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۵۱- 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:

- ۳۳- 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): فورفوریل الکل

- جداساز: ۱ mL استون

- دمای تزریق: 225°C

- دمای آشکارساز: 225°C

- دمای ستون: 200°C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (50 mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با استون رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۳۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۳۳- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) فورفوریل الکل 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۳۴- محاسبه غلظت (C) فورفوریل الکل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

2-furyl carbinol	۲- فوریل کرینول
<p>CAS: 98-00-0 RTECS: LU9100000</p> <p>اسامی مترادف: فورفوریل الکل؛ ۲- (هیدروکسی متیل) فوران؛ ۲- فوریل متانول ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۱۷۰؛ فشار بخار mmHg ۱ (۰/۱۳ kPa) در °C ۲۵؛ دانسیته ۱/۱۳ g/mL در °C ۳۱/۸؛ گستره انفجار ۱/۸٪ تا ۱۶/۳٪ حجمی در هوا</p>	<p>فرمول شیمیایی: C₄H₃OCH₂OH وزن مولکولی: ۹۸/۱</p>
<p>حدمجاز: OSHA: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL NIOSH: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL ACGIH: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL Note: 1 ppm = 4.01 mg/m³ @ NTP</p>	
<p>احتیاطات ویژه: ۲- فوریل کرینول سمی بوده و با اسیدها به شدت واکنش می دهد. بنزن مظنون به سرطانزایی است، همیشه در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم: ۱۲۱- ۲- فوریل کرینول؛ خالص ۱۲۲- استون؛ تقطیر شده ۱۲۳- بنزن؛ تقطیر شده ۱۲۴- محلول استوک راندمان واجذب، ۰/۱ mg/μL؛ ۱ گرم ۲- فوریل کرینول را با بنزن به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. نکته: اگر راندمان جذب به اندازه کافی باشد می توان به جای بنزن از استون استفاده کرد. ۱۲۵- نیتروژن، خالص ۱۲۶- هیدروژن، خالص ۱۲۷- هوا، تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم: ۱۱۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۸/۵ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۸۰/۵۰ مشی Porapak Q</p>	

- (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۱۱۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.05 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۱۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۱۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۱۶- سرنگ های ۱۰ تا ۵۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۱۱۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری و سایر اندازه های مناسب دیگر
- ۱۱۸- پیپت ۱ میلی لیتری و سایر اندازه های مناسب

نمونه برداری:

- ۶۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۷۰- 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.
- ۷۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.05 - 0.1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.
- ۷۲- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۵۲- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۵۳- ۱ mL از استون را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۵۴- ویال ها را به مدت ۱۵ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی 0.01 تا $3/6$ میلی گرم ۲- فوریل

کربینول را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از ۲- فوریل کربینول را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با استون یا بنزن به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. از رقیق سازی مرحله ای برای آماده کردن غلظت ها پایین تر استفاده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم ۲- فوریل کربینول).

۵۳- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از Porapak Q مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 محلول استوک راندمان جذب آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.

- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۲- فوریل کربینول بازیافت شده ترسیم کنید.

۵۴- 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:

۳۵- 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): ۲- فوریل کرینول

- جداساز: ۱ mL استون

- دمای تزریق: ۲۲۵ °C

- دمای آشکارساز: ۲۲۵ °C

- دمای ستون: ۲۰۰ °C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۵۰ mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با استون رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۳۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۳۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲- فوریل کرینول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۳۶- محاسبه غلظت (C) ۲- فوریل کرینول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

2-furylmethanol	۲- فوریل متانول
<p>CAS: 98-00-0 RTECS: LU9100000</p> <p>اسامی مترادف: ۲- فوریل کریینول؛ ۲- (هیدروکسی متیل) فوران؛ فورفویل الکل ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۱۷۰؛ فشار بخار mmHg ۱ (۰/۱۳ kPa) در °C ۲۵؛ دانسیته g/mL ۱/۱۳ در °C ۳۱/۸؛ گستره انفجار ۱/۸٪ تا ۱۶/۳٪ حجمی در هوا</p>	<p>فرمول شیمیایی: C₄H₃OCH₂OH وزن مولکولی: ۹۸/۱</p>
<p>OSHA: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL NIOSH: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL ACGIH: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL</p>	<p>حدمجاز: Note: 1 ppm = 4.01 mg/m³ @ NTP</p>
<p>احتیاطات ویژه: ۲- فوریل متانول سمی بوده و با اسیدها به شدت واکنش می دهد. بنزن مظنون به سرطانزایی است، همیشه در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم: ۱۲۸- ۲- فوریل متانول؛ خالص ۱۲۹- استون؛ تقطیر شده ۱۳۰- بنزن؛ تقطیر شده ۱۳۱- محلول استوک راندمان واجذب، ۱ mg/μL؛ ۱ گرم ۲- فوریل متانول را با بنزن به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. نکته: اگر راندمان جذب به اندازه کافی باشد می توان به جای بنزن از استون استفاده کرد. ۱۳۲- نیتروژن، خالص ۱۳۳- هیدروژن، خالص ۱۳۴- هوا، تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم: ۱۱۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۸/۵ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۸۰/۵۰ مشی Porapak Q (قسمت</p>	

- جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۱۲۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.05 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۲۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۲۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۲۳- سرنگ های ۱۰ تا ۵۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۱۲۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری و سایر اندازه های مناسب دیگر
- ۱۲۵- پیت ۱ میلی لیتری و سایر اندازه های مناسب

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 بشکنید 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 $0.05 - 0.1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.
- ۷۶- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۵۵- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۵۶- ۱ mL از استون را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۵۷- ویال ها را به مدت ۱۵ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی 0.01 تا $3/6$ میلی گرم ۲- فوریل متانول

- را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از ۲- فوریل متانول را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با استون یا بنزن به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. از رقیق سازی مرحله ای برای آماده کردن غلظت ها پایین تر استفاده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم ۲- فوریل متانول).
 - ۵۶- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از Porapak Q مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 محلول استوک راندمان جذب آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۲- فوریل متانول بازیافت شده ترسیم کنید.
 - ۵۷- 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:

- ۳۷- 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): ۲- فوریل متانول

- جداساز: ۱ mL استون
- دمای تزریق: ۲۲۵ °C
- دمای آشکارساز: ۲۲۵ °C
- دمای ستون: ۲۰۰ °C
- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۵۰ mL/min)
- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با استون رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۳۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۳۷- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲- فوریل متانول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۳۸- محاسبه غلظت (C) ۲- فوریل متانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

carbinol	کربینول
<p>CAS: 67-56-1 RTECS: PC1400000</p> <p>اسامی مترادف: متیل الکل؛ الکل چوب؛ متانول؛ نفت چوب؛ جوهر چوب</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش $64/5^{\circ}\text{C}$؛ فشار بخار ۱۱۵ mmHg (۱۵/۳ kPa) در 25°C؛ دانسیته $0/792\text{ g/mL}$ در 20°C؛ گستره انفجار ۶٪ تا ۳۶٪ حجمی در هوا</p>	<p>فرمول شیمیایی: CH_3OH</p> <p>وزن مولکولی: ۳۲/۰۴</p>
<p>OSHA: 200 ppm NIOSH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin) ACGIH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin) Note: 1 ppm = 1.310 mg/m³ @ NTP</p>	<p>حدمجاز:</p>
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربینول قابل اشتعال است و خطر بالایی از نظر انفجار و اشتعال دارد. همچنین سمیت متوسطی از راه تنفسی و گوارشی دارد. ایزوپروپانول نیز قابل اشتعال است و خطر حریق آن بالاست. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.</p>	<p>احتیاطات ویژه:</p>
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۳۵- متانول، با خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۳۶- آب؛ مقطر و تصفیه شده</p> <p>۱۳۷- ایزوپروپانول؛ با خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۳۸- هلیوم، خالص</p> <p>۱۳۹- هیدروژن، خالص</p> <p>۱۴۰- هوای، تصفیه شده</p> <p>۱۴۱- محلول جداسازی؛ ۵٪ ایزوپروپانول در ۹۵٪ آب مقطر</p> <p>۱۴۲- محلول مادر کالیراسیون، $2\text{ }\mu\text{g}/\mu\text{L}$؛ ۲۵/۳ میکرولیتر کربینول را به ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی اضافه کنید.</p>	<p>مواد و محلولهای لازم:</p>

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۲۶- نمونه بردار: لوله سیلیکاژل، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهاهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۴ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در شرایط رطوبت نسبی بالا یا تراکم بالای کربنول از لوله های بزرگتر با شرایط زیر استفاده کنید:

طول ۱۵ cm و قطر داخلی ۸ mm، حاوی سه بخش سیلیکاژل (۷۰۰، ۱۵۰ و ۱۵۰ میلی گرم)

۱۲۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲-۰/۰۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۲۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین RTX-35

۱۲۹- حمام اولتراسونیک

۱۳۰- ویال های نمونه گیر خودگار، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۱- سرنگ های میکرولیتری؛ ۱۰ میکرولیتر و اندازه های مناسب دیگر با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۳۲- بالن ژوژه در اندازه های مختلف

۱۳۳- پیپت در اندازه های مختلف

نمونه برداری:

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

۷۸- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط

<p>لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.</p> <p>۷۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.02$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۵ لیتر انجام دهید.</p> <p>۸۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و آن را به دقت برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p>آماده سازی:</p> <p>۵۸- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.</p> <p>۵۹- ۱ mL از ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.</p> <p>۶۰- برای کمک به جداسازی نمونه ویال ها را به مدت ۳۰ تا ۶۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.</p>
<p>کالیبراسیون و کنترل کیفی:</p> <p>۵۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید. سه جفت استاندارد (۲ تایی) باید گستره بین حد آشکارسازی ($LOD = 0.7 \mu g$) تا حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.</p> <p>- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.</p> <p>- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).</p> <p>- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم کرینونول).</p> <p>۵۹- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.</p> <p>- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه اصلی و شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.</p>

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- به منظور برقراری تعادل چند دقیقه منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی و شاهد‌ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم کرینونل بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۰- 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:

- ۳۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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): کرینونل
- جداساز: ۱ mL ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵)
- دمای تزریق: 250°C
- دمای آشکارساز: 300°C
- دمای ستون: 50°C تا 90°C ($8^{\circ}\text{C}/\text{min}$)
- گاز حامل: هلیوم ($2/6\text{ mL}/\text{min}$)
- ستون: موئین؛ RtX-35، فیلم ۳ میکرومتری (۳۵٪ دی فیل پلی سیلوزان - ۶۵٪ دی متیل پلی سیلوزان) یا انواع مشابه
- نکته: ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها:

مداخله گر خاصی شناسایی نشده است. با این حال هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه کریینول باشد می تواند ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۳۹- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کریینول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

NOTE: $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

متانول	methanol
فرمول شیمیایی: CH ₃ OH	CAS: 67-56-1
وزن مولکولی: ۳۲/۰۴	RTECS: PC1400000
<p>اسامی مترادف: متیل الکل؛ الکل چوب؛ کرینول؛ نفت چوب؛ جوهر چوب</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش °C ۶۴/۵؛ فشار بخار mmHg ۱۱۵ (۱۵/۳ kPa) در °C ۲۵؛ دانسیته ۰/۷۹۲ g/mL در °C ۲۰؛ گستره انفجار ۶٪ تا ۳۶٪ حجمی در هوا</p>	
حدمجاز:	OSHA: 200 ppm
	NIOSH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin)
	ACGIH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin)
	Note: 1 ppm = 1.310 mg/m ³ @ NTP
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>متانول قابل اشتعال است و خطر بالایی از نظر انفجار و اشتعال دارد. همچنین سمیت متوسطی از راه تنفسی و گوارشی دارد. ایزوپروپانول نیز قابل اشتعال است و خطر حریق آن بالاست. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۴۳- متانول، با خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۴۴- آب؛ مقطر و تصفیه شده</p> <p>۱۴۵- ایزوپروپانول؛ با خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۴۶- هلیوم، خالص</p> <p>۱۴۷- هیدروژن، خالص</p> <p>۱۴۸- هوای، تصفیه شده</p> <p>۱۴۹- محلول جداسازی؛ ۵٪ ایزوپروپانول در ۹۵٪ آب مقطر</p> <p>۱۵۰- محلول مادر کالیبراسیون، ۲۵/۳ μg/μL؛ ۲۵/۳ میکرولیتر متانول را به ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی اضافه کنید.</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۳۴- نمونه بردار: لوله سیلیکاژل، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۴ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در شرایط رطوبت نسبی بالا یا تراکم بالای متانول از لوله های بزرگتر با شرایط زیر استفاده کنید:

طول ۱۵ cm و قطر داخلی ۸ mm، حاوی سه بخش سیلیکاژل (۷۰۰، ۱۵۰ و ۱۵۰ میلی گرم)

۱۳۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۰۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین RTX-35

۱۳۷- حمام اولتراسونیک

۱۳۸- ویال های نمونه گیر خودکار، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۹- سرنگ های میکرولیتری؛ ۱۰ میکرولیتر و اندازه های مناسب دیگر با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۴۰- بالن ژوژه در اندازه های مختلف

۱۴۱- پیپت در اندازه های مختلف

نمونه برداری:

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

۸۲- 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.

۸۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.7 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۵ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۶۱- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۶۲- 1 mL از ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۶۳- برای کمک به جداسازی نمونه ویال ها را به مدت ۳۰ تا ۶۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید. سه جفت استاندارد (۲ تایی) باید گستره بین حد آشکارسازی ($\text{LOD} = 0.7 \mu\text{g}$) تا حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم متانول).

۶۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه اصلی و شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - به منظور برقراری تعادل چند دقیقه منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی و شاهد‌ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم متانول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۳- 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:

- ۴۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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): متانول
 - جداساز: ۱ mL ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵)
 - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
 - دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
 - دمای ستون: ۵۰ °C تا ۹۰ °C (۸ °C/min)
 - گاز حامل: هلیوم (۲/۶ mL/min)
 - ستون: موئین؛ RtX=35، فیلم ۳ میکرومتری (۳۵٪ دی فیل پلی سیلوزان - ۶۵٪ دی متیل پلی سیلوزان) یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها:

مداخله گر خاصی شناسایی نشده است. با این حال هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه متانول باشد می تواند ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۴۱- جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متانول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

NOTE: $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

2-methoxyethanol	۲-متوکسی اتانول
<p>CAS: 109-86-4 RTECS: KL5775000</p> <p>اسامی مترادف: متیل سلوسلو؛ اتیلن گلیکول مونو متیل اتر؛ EGME ویژگی ها: نقطه جوش °C ۱۲۴؛ فشار بخار mmHg ۶ (۰/۸ kPa) در °C ۲۵؛ دانسیته g/mL ۰/۹۶۶ در °C ۲۰</p>	<p>فرمول شیمیایی: HOCH₂CH₂OCH₃ وزن مولکولی: ۷۶/۰۹</p>
<p>OSHA: 25 ppm(skin)</p>	<p>NIOSH: 0.1 ppm(skin) ACGIH: 5 ppm(skin)</p>
<p>احتیاطات ویژه: متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است. متانول به شدت قابل اشتعال است.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۵۱- متیلن کلراید؛ با خلوص HPLC. ۱۵۲- متانول؛ با خلوص HPLC. ۱۵۳- حلال جداسازی؛ متیلن کلراید (با خلوص HPLC) حاوی ۵٪ متانول ۱۵۴- ۲-متوکسی اتانول؛ خلوص آزمایشگاهی ۱۵۵- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۱۵۶- هیدروژن، تصفیه شده ۱۵۷- هوای، فشرده، خالص و تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۱۴۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۱۰۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.</p>	

- ۱۴۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.05 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۴۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۴۵- ویال های شیشه ای نمونه گیری خودکار، ۱۱ میلی متری، با درپوش پیچ دار
- ۱۴۶- سرنگ های ۱۰ و ۲۵ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری
- ۱۴۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

- ۸۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۸۶- 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.
- ۸۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.05 - 0.1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۶ تا ۵۰ لیتر انجام دهید.
- نکته: حداکثر دبی عبوری برای ۲-متوکسی اتانول 0.2 L/min است.
- ۸۸- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۶۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله را به ویال محتوی بخش جلویی لوله انتقال دهید و فوم را دور بیندازید.
- ۶۵- 1 mL از حلال جداسازی را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۶۶- ویال های حاوی نمونه را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را پوشش دهد کالیبره کنید. در

- صورت لزوم برای افزایش گستره منحنی کالیبراسیون، استانداردهای دیگری را آماده کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (۲-متوکسی اتانول) را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با حلال به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم ۲-متوکسی اتانول).
- ۶۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 محلول استاندارد مادر را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - چند دقیقه برای ایجاد تعادل منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردها و شاهد‌ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ۲-متوکسی اتانول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۶- 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:

- ۴۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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): ۲-متوکسی اتانول
 - جداساز: ۱ mL متیلن کلراید به همراه ۵٪ متانول
 - دمای تزریق: 225°C
 - دمای آشکارساز: 300°C
 - دمای ستون: 40°C (۱ دقیقه) تا 200°C ($12^{\circ}\text{C}/\text{min}$)
 - گاز حامل: هلیوم ($3-5\text{ mL}/\text{min}$)
 - ستون: موئین، از جنس سیلیکا
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۴۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

- ۴۳- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲-متوکسی اتانول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.
- ۴۴- محاسبه غلظت (C) ۲-متوکسی اتانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

2-methyl-1-propanol	۲-متیل ۱- پروپانول
CAS: 78-83-1 RTECS: NP9625000	فرمول شیمیایی: $C_4H_{10}O$ ؛ $(CH_3)_2CHCH_2OH$ وزن مولکولی: ۷۴/۱۲ اسامی مترادف: ایزو بوتیل الکل؛ ایزوپروپیل کرینول؛ IBA ویژگی ها: نقطه جوش $10.8^{\circ}C$ ؛ فشار بخار ۹ mmHg (۱/۲ kPa) در $25^{\circ}C$ ؛ دانسیته $0.806 g/mL$ در $20^{\circ}C$
OSHA: 100 ppm	NIOSH: 50 ppm ACGIH: 50 ppm
احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C$ = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۵۸- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۱٪ حجمی ۲-پروپانول، ۰/۲٪ n-آن دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب. ۱۵۹- آنالیت (۲-متیل ۱- پروپانول) ۱۶۰- محلول استوک راندمان واجذب، $100 mg/mL$ ؛ محلول ۲-متیل ۱- پروپانول را در هپتان آماده کنید. ۱۶۱- نیتروژن، خالص ۱۶۲- هیدروژن، خالص ۱۶۳- هوای، خالص و تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۴۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. 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 ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۱۴۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۵۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۵۱- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۵۲- سرنگ های ۱۰ با درجه بندی $0/1$ میکرولیتری
- ۱۵۳- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

- ۸۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۰- 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.
- ۹۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۲ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۲- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۶۷- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۶۸- 1 mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۶۹- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
 - مقدار مشخصی از آنالیت (۲-متیل ۱- پروپانول) را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک ۲-متیل ۱- پروپانول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم ۲-متیل ۱- پروپانول).
- ۶۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 ۲-متیل ۱- پروپانول را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۲-متیل ۱- پروپانول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۹- 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:

- ۴۵- 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): ۲-متیل ۱- پروپانول
 - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲٪ ۲-پروپانول
 - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
 - دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C
 - دمای ستون: ۷۵ °C
 - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۲۰ mL/min)
 - ستون: شیشه ای
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۴۶- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک ۲-متیل ۱- پروپانول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

- ۴۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲-متیل ۱- پروپانول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.
- ۴۶- محاسبه غلظت (C) ۲-متیل ۱- پروپانول 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 alcohol	متیل الکل
<p>CAS: 67-56-1 RTECS: PC1400000</p> <p>اسامی مترادف: متانول؛ الکل چوب؛ کرینول؛ نفت چوب؛ جوهر چوب</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش $64/5^{\circ}\text{C}$؛ فشار بخار ۱۱۵ mmHg (۱۵/۳ kPa) در 25°C؛ دانسیته ۰/۷۹۲ g/mL در 20°C؛ گستره انفجار ۶٪ تا ۳۶٪ حجمی در هوا</p>	<p>فرمول شیمیایی: CH_3OH</p> <p>وزن مولکولی: ۳۲/۰۴</p>
<p>حدمجاز: OSHA: 200 ppm</p> <p>NIOSH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin)</p> <p>ACGIH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin)</p> <p>Note: 1 ppm = 1.310 mg/m³ @ NTP</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>متیل الکل قابل اشتعال است و خطر بالایی از نظر انفجار و اشتعال دارد. همچنین سمیت متوسطی از راه تنفسی و گوارشی دارد. ایزوپروپانول نیز قابل اشتعال است و خطر حریق آن بالاست. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۶۴- متانول، با خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۶۵- آب؛ مقطر و تصفیه شده</p> <p>۱۶۶- ایزوپروپانول؛ با خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۶۷- هلیوم، خالص</p> <p>۱۶۸- هیدروژن، خالص</p> <p>۱۶۹- هوای، تصفیه شده</p> <p>۱۷۰- محلول جداسازی؛ ۵٪ ایزوپروپانول در ۹۵٪ آب مقطر</p> <p>۱۷۱- محلول مادر کالیبراسیون، ۲۵/۳؛ ۲ μg/μL میکرولیتر متیل الکل را به ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی اضافه کنید.</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۴- نمونه بردار: لوله سیلیکاژل، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۴ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در شرایط رطوبت نسبی بالا یا تراکم بالای متیل الکل از لوله های بزرگتر با شرایط زیر استفاده کنید:

طول ۱۵ cm و قطر داخلی ۸ mm، حاوی سه بخش سیلیکاژل (۷۰۰، ۱۵۰ و ۱۵۰ میلی گرم)

۱۵۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.2 - 0.02$ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۵۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین RTX-35

۱۵۷- حمام اولتراسونیک

۱۵۸- ویال های نمونه گیر خودکار، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۵۹- سرنگ های میکرولیتری؛ ۱۰ میکرولیتر و اندازه های مناسب دیگر با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۶۰- بالن ژوژه در اندازه های مختلف

۱۶۱- پیپت در اندازه های مختلف

نمونه برداری:

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

۹۴- 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.

۹۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.7 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۵ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۷۰- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۷۱- 1 mL از ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۷۲- برای کمک به جداسازی نمونه ویال ها را به مدت ۳۰ تا ۶۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید. سه جفت استاندارد (۲ تایی) باید گستره بین حد آشکارسازی ($\text{LOD} = 0.7 \mu\text{g}$) تا حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژورنه ی ۱۰ میلی لیتری با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم متیل الکل).

۷۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه اصلی و شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- به منظور برقراری تعادل چند دقیقه منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی و شاهد‌ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم متیل الکل بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۷۲- 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:

- ۴۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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): متیل الکل
- جداساز: ۱ mL ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵)
- دمای تزریق: 250°C
- دمای آشکارساز: 300°C
- دمای ستون: 50°C تا 90°C ($8^{\circ}\text{C}/\text{min}$)
- گاز حامل: هلیوم ($2/6\text{ mL}/\text{min}$)
- ستون: موئین؛ RTX-35، فیلم ۳ میکرومتری (۳۵٪ دی فیل پلی سیلوزان - ۶۵٪ دی متیل پلی سیلوزان) یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها:

مداخله گر خاصی شناسایی نشده است. با این حال هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه متیل الکل باشد می تواند ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۴۷- جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متیل الکل 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

NOTE: $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

methyl cellosolve	متیل سلوسلُو
CAS: 109-86-4	فرمول شیمیایی: $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$
RTECS: KL5775000	وزن مولکولی: ۷۶/۰۹
<p>اسامی مترادف: ۲-متوکسی اتانول؛ اتیلن گلیکول مونو متیل اتر؛ EGME</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش 124°C؛ فشار بخار 6 mmHg (0.8 kPa) در 25°C؛ دانسیته 0.966 g/mL در 20°C</p>	
OSHA: 25 ppm(skin)	حد مجاز: NIOSH: 0.1 ppm(skin)
ACGIH: 5 ppm(skin)	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است. متانول به شدت قابل اشتعال است.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۷۲- متیلن کلراید؛ با خلوص HPLC.</p> <p>۱۷۳- متانول؛ با خلوص HPLC.</p> <p>۱۷۴- حلال جداسازی؛ متیلن کلراید (با خلوص HPLC) حاوی ۵٪ متانول</p> <p>۱۷۵- متیل سلوسلو؛ خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۷۶- هلیوم، خالص و تصفیه شده</p> <p>۱۷۷- هیدروژن، تصفیه شده</p> <p>۱۷۸- هوای، فشرده، خالص و تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۱۶۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۱۰۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.</p>	

۱۶۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.05 - 0.1$ L/min، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۱۶۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۶۵- ویال های شیشه ای نمونه گیری خودکار، ۱۱ میلی متری، با درپوش پیچ دار

۱۶۶- سرنگ های ۱۰ و ۲۵ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

۱۶۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۹۸- 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.

۹۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.05 - 0.1$ L/min برای عبور حجم هوای ۶ تا ۵۰ لیتر انجام دهید.

نکته: حداکثر دبی عبوری برای متیل سلوسلو 0.2 L/min است.

۱۰۰- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۷۳- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله را به ویال محتوی بخش جلویی لوله انتقال دهید و فوم را دور بیندازید.

۷۴- 1 mL از حلال جداسازی را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۷۵- ویال های حاوی نمونه را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را پوشش دهد کالیبره کنید. در

- صورت لزوم برای افزایش گستره منحنی کالیبراسیون، استانداردهای دیگری را آماده کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (متیل سلوسلو) را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم متیل سلوسلو).
- ۷۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 محلول استاندارد مادر را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - چند دقیقه برای ایجاد تعادل منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردها و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم متیل سلوسلو بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۷۵- 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:

- ۴۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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 سلوسلو
 - جداساز: ۱ mL متیلن کلراید به همراه ۵٪ متانول
 - دمای تزریق: 225°C
 - دمای آشکارساز: 300°C
 - دمای ستون: 40°C (۱ دقیقه) تا 200°C ($12^{\circ}\text{C}/\text{min}$)
 - گاز حامل: هلیوم ($3-5\text{ mL}/\text{min}$)
 - ستون: موئین، از جنس سیلیکا
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۵۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

- ۴۹- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متیل سلوسلو 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.
- ۵۰- محاسبه غلظت (C) متیل سلوسلو در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

methycyclohexanol	متیل سیکلو هگزانول
CAS: 25639-42-3 RTECS: GW0175000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_{10}\text{OH}$ وزن مولکولی: ۱۱۴/۱۹ اسامی مترادف: هگزاهیدرومتیل فنول؛ هگزاهیدروکرزول ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $180-155^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار $1/5 \text{ mmHg}$ ($0/2 \text{ kPa}$) در 25°C ؛ دانسیته $0/92 \text{ g/mL}$ در 20°C
OSHA: 100 ppm	NIOSH: 50 ppm ACGIH: 50 ppm Note: $1 \text{ ppm} = 4.67 \text{ mg/m}^3 @ \text{NTP}$ حدمجاز:
احتیاطات ویژه: متیل سیکلو هگزانول می تواند چشم ها و مجاری تنفسی فوقانی را تحریک کرده و همچنین موجب آسیب به کبد و کلیه شود. متیلن کلراید محرک بوده، می تواند از طریق پوست جذب شود و همچنین مظنون به سرطانزایی است. نمونه ها را در زیر هود آماده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۷۹- متا- متیل سیکلو هگزانول؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۱۸۰- پارا- متیل سیکلو هگزانول؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۱۸۱- متیلن کلراید؛ تقطیر شده ۱۸۲- نیتروژن، خالص ۱۸۳- هیدروژن، خالص ۱۸۴- هوای، فشرده و تصفیه شده ۱۸۵- محلول استاندارد مادر، $14/8 \text{ mg/mL}$ ؛ $80 \mu\text{L}$ متا-متیل سیکلو هگزانول و $80 \mu\text{L}$ پارا- متیل سیکلو هگزانول را به 10 mL متیلن کلراید اضافه کنید.	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۶۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 7 cm ، قطر خارجی 6 mm و قطر داخلی 4 mm ؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش	

زغال 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 است. 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 ها در دبی ۱ L/min نباید از ۲۵ mm/Hg بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۶۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف پلی اتیلنی یا PTFE

۱۷۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۷۱- ویال های ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۲- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و اندازه های مناسب دیگر

نمونه برداری:

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

۱۰۲- 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.

۱۰۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۷۶- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۷۷- ۱ mL از متیلن کلراید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۷۸- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از متیل سیکلو هگزانول یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. در صورت لزوم غلظت های مختلفی را که گستره 10 mg/mL - 0.2 پوشش دهد بسازید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم متیل سیکلو هگزانول).
- ۷۷- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره مورد نظر، 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 ($20\text{ }\mu\text{L}$ - 2) از ترکیب (۵۰:۵۰) ایزومرهای متیل سیکلو هگزانول را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم متیل سیکلو هگزانول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۷۸- 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:

- ۵۱- 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 سیکلو هگزانول

- جداساز: ۱ mL متیلن کلراید

- دمای تزریق: 230°C

- دمای آشکارساز: 230°C

- دمای ستون: 140°C

- ستون: فولاددزننگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متیلن کلراید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۵۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۵۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متیل سیکلو هگزانول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۵۲- محاسبه غلظت (C) متیل سیکلو هگزانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

3-methyl-1-butanol	۳- متیل-۱- بوتانول
<p>CAS: 123-51-3</p> <p>RTECS: EL5425000</p>	<p>فرمول شیمیایی: $C_5H_{12}O$ ؛ $(CH_3)_2CHCH_2CH_2OH$</p> <p>وزن مولکولی: ۸۸/۱۵</p> <p>اسامی مترادف: ایزوآمیل الکل ؛ ایزو بوتیل کرینول؛ ایزوپنتیل الکل</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش $^{\circ}C$ ۱۳۲ ؛ فشار بخار mmHg ۲۸ (۳/۷ kPa) در $^{\circ}C$ ۲۵ ؛ دانسیته g/mL ۰/۸۱۳ در $^{\circ}C$ ۲۰</p>
<p>OSHA: 100 ppm</p> <p>NIOSH: 100 ppm, 125 ppm STEL (skin)</p> <p>ACGIH: 100 ppm, 125 ppm STEL</p>	<p>حدمجاز:</p>
	<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($^{\circ}C$ -۳۰ = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید. پروپانول، هگزان و هپتان قابل اشتعال هستند و آماده سازی آنها باید در زیر هود صورت گیرد. از دستکش، عینک ایمنی و لباس حفاظتی مناسب استفاده کنید.</p>
	<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۸۶- کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی)</p> <p>۱۸۷- ۲- پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۱۸۸- هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۱۸۹- هپتان؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۱۹۰- حلال جداسازی: کربن دی سولفید به همراه ۵٪ حجمی ۲- پروپانول و ۰/۰۵٪ حجمی هگزان به عنوان استانداردهای داخلی.</p> <p>نکته: ۰/۱ حجمی n-آن دکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب می توانند مورد استفاده قرار گیرند.</p> <p>۱۹۱- آنالیت (۳- متیل-۱- بوتانول)</p>

۱۹۲- محلول استوک؛ 100 mg/mL ؛ محلول ۳- متیل-۱- بوتانول را در هپتان آماده کنید.

۱۹۳- نیتروژن، خالص

۱۹۴- هیدروژن، خالص

۱۹۵- هوای، فشرده و تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۳- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 7 cm ، قطر خارجی 6 mm و قطر داخلی 4 mm ؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: 100 mg ، قسمت عقبی: 50 mg) که توسط یک لایه 2 میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. فشار هوای عبوری از لوله ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۷۴- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۷۵- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون

۱۷۶- ویال های شیشه ای، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۷- سرنگ های 10 میکرولیتری با درجه بندی $0/1$ میکرولیتری

۱۷۸- بالن ژوژه 2 میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۱۰۶- 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.

۱۰۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای 1 تا 10 لیتر انجام دهید.

۱۰۸- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال

بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۷۹- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۸۰- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۸۱- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۷۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (۳- متیل-۱-بوتانول) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۲ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۲ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک ۳- متیل-۱-بوتانول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم ۳- متیل-۱-بوتانول).
- ۸۰- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 محلول استوک استاندارد را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ۳- متیل-۱-بوتانول بازیافت شده

ترسیم کنید.

۸۱- 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:

۵۳- 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): ۳- متیل-۱- بوتانول
 - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲/۵- پروپانول
 - دمای تزریق: 220°C
 - دمای آشکارساز: $250 - 300^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: 35°C (۷ دقیقه)؛ تا 60°C ($5^{\circ}\text{C}/\text{min}$)، ۵ دقیقه حفظ شود؛ تا بیشتر از 120°C ($10^{\circ}\text{C}/\text{min}$)، ۳ دقیقه حفظ شود
 - گاز حامل: هلیوم ($4\text{ mL}/\text{min}$)
 - ستون: موئین، از جنس سیلیکا
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۵۴- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک ۳- متیل-۱- بوتانول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گر ها: -

محاسبات:

۵۳- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۳- متیل-۱- بوتانول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از

دست می رود.

۵۴- محاسبه غلظت (C) ۳-متیل-۱-بوتانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر

حسب لیتر:

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

NOTE: g/L = mg/m³

wood naphtha	نفت چوب
CAS: 67-56-1	فرمول شیمیایی: CH ₃ OH
RTECS: PC1400000	وزن مولکولی: ۳۲/۰۴
<p>اسامی مترادف: متیل الکل؛ الکل چوب؛ کریینول؛ متانول؛ جوهر چوب</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش ۶۴/۵ °C؛ فشار بخار ۱۱۵ mmHg (۱۵/۳ kPa) در ۲۵ °C؛ دانسیته ۰/۷۹۲ g/mL در ۲۰ °C؛ گستره انفجار ۶٪ تا ۳۶٪ حجمی در هوا</p>	
OSHA: 200 ppm	حدمجاز:
NIOSH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin)	
ACGIH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin)	
Note: 1 ppm = 1.310 mg/m ³ @ NTP	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>نفت چوب قابل اشتعال است و خطر بالایی از نظر انفجار و اشتعال دارد. همچنین سمیت متوسطی از راه تنفسی و گوارشی دارد. ایزوپروپانول نیز قابل اشتعال است و خطر حریق آن بالاست. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۹۶- متانول، با خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۹۷- آب؛ مقطر و تصفیه شده</p> <p>۱۹۸- ایزوپروپانول؛ با خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۹۹- هلیوم، خالص</p> <p>۲۰۰- هیدروژن، خالص</p> <p>۲۰۱- هوای، تصفیه شده</p> <p>۲۰۲- محلول جداسازی؛ ۵٪ ایزوپروپانول در ۹۵٪ آب مقطر</p> <p>۲۰۳- محلول مادر کالیبراسیون، ۲۵/۳؛ ۲ μg/μL میکرولیتر نفت چوب را به ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی اضافه کنید.</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۱۷۹- نمونه بردار: لوله سیلیکاژل، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛</p>	

که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۴ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در شرایط رطوبت نسبی بالا یا تراکم بالای نفت چوب از لوله های بزرگتر با شرایط زیر استفاده کنید:

طول ۱۵ cm و قطر داخلی ۸ mm، حاوی سه بخش سیلیکاژل (۷۰۰، ۱۵۰ و ۱۵۰ میلی گرم)

۱۸۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.2 - 0.02 L/min$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۸۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین RTX-35

۱۸۲- حمام اولتراسونیک

۱۸۳- ویال های نمونه گیر خودکار، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۴- سرنگ های میکرولیتری؛ ۱۰ میکرولیتر و اندازه های مناسب دیگر با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۸۵- بالن ژوژه در اندازه های مختلف

۱۸۶- پیپت در اندازه های مختلف

نمونه برداری:

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

۱۱۰- 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.

۱۱۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.02 L/min$ برای عبور حجم هوای ۱

تا ۵ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

- ۸۲- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.
- ۸۳- ۱ mL از ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.
- ۸۴- برای کمک به جداسازی نمونه ویال ها را به مدت ۳۰ تا ۶۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۸۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید. سه جفت استاندارد (۲ تایی) باید گستره بین حد آشکارسازی ($LOD = 0.7 \mu g$) تا حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم نفت چوب).
- ۸۳- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه اصلی و شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
 - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.

- به منظور برقراری تعادل چند دقیقه منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی و شاهد‌ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم نفت چوب بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۸۴- 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:

- ۵۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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): نفت چوب
- جداساز: ۱ mL ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵)
- دمای تزریق: 250°C
- دمای آشکارساز: 300°C
- دمای ستون: 50°C تا 90°C ($8^{\circ}\text{C}/\text{min}$)
- گاز حامل: هلیوم ($2/6\text{ mL}/\text{min}$)
- ستون: موئین؛ Rtx-35، فیلم ۳ میکرومتری (۳۵٪ دی فیل پلی سیلوزان - ۶۵٪ دی متیل پلی سیلوزان) یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۵۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها:

مداخله گر خاصی شناسایی نشده است. با این حال هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه نفت چوب باشد می تواند ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۵۵- جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نفت چوب 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۵۶- محاسبه غلظت (C) نفت چوب در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

NOTE: $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

vinyl carbinol	وینیل کرینول
<p>CAS: 107-18-6</p> <p>RTECS: BA5075000</p>	<p>فرمول شیمیایی: C_3H_6O ؛ $CH_2=CHCH_2OH$</p> <p>وزن مولکولی: ۵۸/۰۸</p> <p>اسامی مترادف: ۲- پروپین -۱- آل ؛ ۲- پروپنول؛ آلیل الکل</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش $97^{\circ}C - 96^{\circ}C$ ؛ فشار بخار ۱۷ mmHg (۲/۳ kPa) در $25^{\circ}C$ ؛ دانسیته $0.854 g/mL$ در $20^{\circ}C$</p>
<p>OSHA: 2 ppm skin</p> <p>NIOSH: 2 ppm, 4 ppm STEL (skin); Group I Pesticide</p> <p>ACGIH: 2 ppm, 4 ppm STEL (skin)</p>	<p>حدمجاز:</p>
	<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کرین دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C =$ نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.</p>
	<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۲۰۴- حلال: کرین دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۵٪ حجمی ۲- پروپانول، ۰/۲٪ n- پنتا دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.</p> <p>۲۰۵- آنالیت (وینیل کرینول)</p> <p>۲۰۶- n- هپتان</p> <p>۲۰۷- محلول استوک راندمان واجذب؛ $12 mg/mL$ وینیل کرینول در n- هپتان</p> <p>۲۰۸- نیتروژن، خالص</p> <p>۲۰۹- هیدروژن، خالص</p> <p>۲۱۰- هوای، خالص و تصفیه شده</p>
	<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۱۸۷- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال</p>

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 است. 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 ها در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۸۸- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۸۹- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۹۰- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۹۱- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۹۲- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۱۱۴- 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.

۱۱۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

۱۱۶- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۸۵- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۸۶- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۸۷- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۸۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (وینیل کریبنول) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک وینیل کریبنول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم وینیل کریبنول).
- ۸۶- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
 - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از وینیل کریبنول یا محلول استاندارد آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم وینیل کریبنول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۸۷- 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:

- ۵۷- 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): وینیل کریبنول

- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۵٪-۲ پروپانول

- دمای تزریق: 200°C

- دمای آشکارساز: $250 - 300^{\circ}\text{C}$

- دمای ستون: $80 - 120^{\circ}\text{C}$

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (30 mL/min)

- ستون: شیشه ای

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۵۸- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک وینیل کریبنول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۵۷- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) وینیل کریبنول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۵۸- محاسبه غلظت (C) وینیل کریبنول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

هگزالین	hexalin
فرمول شیمیایی: $C_6H_{12}O$	CAS: 108-93-0
وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶	RTECS: GV7875000
<p>اسامی مترادف: سیکلو هگزانونول؛ هیدرالین؛ هیدروکسی سیکلو هگزان؛ آنول</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش $161^{\circ}C$؛ نقطه جوش $24^{\circ}C$؛ فشار بخار 1 mmHg (0.13 kPa) در $25^{\circ}C$؛ دانسیته 0.962 g/mL در $20^{\circ}C$</p>	
حد مجاز:	OSHA: 50 ppm
	NIOSH: 50 ppm (skin)
	ACGIH: 50 ppm (skin)
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C =$ نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۲۱۱- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۵٪ حجمی ۲-پروپانول، ۰/۲٪ n-پنتا دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.</p> <p>۲۱۲- آنالیت (هگزالین)</p> <p>۲۱۳-n-هپتان</p> <p>۲۱۴- محلول استوک راندمان واجذب؛ 12 mg/mL هگزالین در n-هپتان</p> <p>۲۱۵- نیتروژن، خالص</p> <p>۲۱۶- هیدروژن، خالص</p> <p>۲۱۷- هوای، خالص و تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۱۹۳- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر</p>	

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 ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۹۴- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 - 0/2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۹۵- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۹۶- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۹۷- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۹۸- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۱۱۸- 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.

۱۱۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

۱۲۰- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۸۸- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۸۹- 1 mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۹۰- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۸۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (هگزالین) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک هگزالین به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم هگزالین).
- ۸۹- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 هگزالین یا محلول استاندارد آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم هگزالین باز یافت شده ترسیم کنید.
- ۹۰- 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:

- ۵۹- 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): هگزالین
 - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۰.۵٪-۲ پروپانول

- دمای تزریق: 200°C
 - دمای آشکارساز: $250 - 300^{\circ}\text{C}$
 - دمای ستون: $80 - 120^{\circ}\text{C}$
 - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (30 mL/min)
 - ستون: شیشه ای
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کرین دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۶۰- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک هگزالین را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

- ۵۹- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) هگزالین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.
- ۶۰- محاسبه غلظت (C) هگزالین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

hexahydrocresol	هگزاهیدروکروزول
25639-42-3: CAS GW0175000: RTECS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_{10}\text{OH}$ وزن مولکولی: ۱۱۴/۱۹
<p>اسامی مترادف: هگزاهیدرومتیل فنول؛ متیل سیکلو هگزانول ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $180-155^\circ\text{C}$؛ فشار بخار $1/5\text{ mmHg}$ ($0/2\text{ kPa}$) در 25°C؛ دانسیته $0/92\text{ g/mL}$ در 20°C</p>	
OSHA: 100 ppm	<p>حد مجاز: NIOSH: 50 ppm ACGIH: 50 ppm Note: 1 ppm = 4.67 mg/m³ @ NTP</p>
<p>احتیاطات ویژه: هگزاهیدروکروزول می تواند چشم ها و مجاری تنفسی فوقانی را تحریک کرده و همچنین موجب آسیب به کبد و کلیه شود. متیلن کلراید محرک بوده، می تواند از طریق پوست جذب شود و همچنین مظلون به سرطانزایی است. نمونه ها را در زیر هود آماده کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم: ۲۱۸- متا- متیل سیکلو هگزانول؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۲۱۹- پارا- متیل سیکلو هگزانول؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۲۲۰- متیلن کلراید؛ تقطیر شده ۲۲۱- نیتروژن، خالص ۲۲۲- هیدروژن، خالص ۲۲۳- هوای، فشرده و تصفیه شده ۲۲۴- محلول استاندارد مادر، $14/8\text{ mg/mL}$؛ $80\text{ }\mu\text{L}$ متا- متیل سیکلو هگزانول و $80\text{ }\mu\text{L}$ پارا- متیل سیکلو هگزانول را به 10 mL متیلن کلراید اضافه کنید.</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم: ۱۹۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 7 cm، قطر خارجی 6 mm و قطر داخلی 4 mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال</p>	

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 است. 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 ها در دبی ۱ L/min نباید از ۲۵ mm/Hg بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

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

پلی اتیلنی یا PTFE

۲۰۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۰۲- ویال های ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۲۰۳- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و اندازه های مناسب دیگر

نمونه برداری:

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

۱۲۲- 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.

۱۲۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۹۱- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۹۲- ۱ mL از متیلن کلراید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۹۳- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۹۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از هگزا هیدرو کربن یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. در صورت لزوم غلظت های مختلفی را که گستره $10-0.2 \text{ mg/mL}$ پوشش دهد بسازید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم هگزا هیدرو کربن).
- ۹۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره مورد نظر، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار را خارج کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرو لیتری مقدار مشخصی ($20-2 \mu\text{L}$) از ترکیب (۵۰:۵۰) ایزومرهای هگزا هیدرو کربن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم هگزا هیدرو کربن با زیافت شده ترسیم کنید.
- ۹۳- 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:

- ۶۱- 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): هگزا هیدرو کربن
- جداساز: 1 mL متیلن کلراید

- دمای تزریق: 230°C

- دمای آشکارساز: 230°C

- دمای ستون: 140°C

- ستون: فولاد ضد زنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متیلن کلراید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۶۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۶۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) هگزا هیدرو کربن 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۶۲- محاسبه غلظت (C) هگزا هیدرو کربن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

hexahydromethylphenol	هگزاهیدرومتیل فنول
25639-42-3 :CAS GW0175000 : RTECS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_{10}\text{OH}$ وزن مولکولی: ۱۱۴/۱۹
<p>اسامی مترادف: متیل سیکلو هگزانول ؛ هگزاهیدروکرزول</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $180-155^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار $1/5\text{ mmHg}$ ($0/2\text{ kPa}$) در 20°C ۲۵؛ دانسیته $0/92\text{ g/mL}$ در 20°C</p>	
OSHA: 100 ppm	NIOSH: 50 ppm
<p>حدمجاز: ACGIH: 50 ppm Note: $1\text{ ppm} = 4.67\text{ mg/m}^3 @ \text{NTP}$</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>هگزاهیدرومتیل فنول می تواند چشم ها و مجاری تنفسی فوقانی را تحریک کرده و همچنین موجب آسیب به کبد و کلیه شود. متیلن کلراید محرک بوده، می تواند از طریق پوست جذب شود و همچنین مظنون به سرطانزایی است. نمونه ها را در زیر هود آماده کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۲۲۵- متا- متیل سیکلو هگزانول ؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۲۲۶- پارا- متیل سیکلو هگزانول ؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۲۲۷- متیلن کلراید؛ تقطیر شده ۲۲۸- نیتروژن، خالص ۲۲۹- هیدروژن، خالص ۲۳۰- هوای، فشرده و تصفیه شده ۲۳۱- محلول استاندارد مادر، $14/8\text{ mg/mL}$ ؛ $80\text{ }\mu\text{L}$ متا- متیل سیکلو هگزانول و $80\text{ }\mu\text{L}$ پارا- متیل سیکلو هگزانول را به 10 mL متیلن کلراید اضافه کنید.</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۲۰۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 7 cm، قطر خارجی 6 mm و قطر داخلی 4 mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش</p>	

زغال 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 است. 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 ها در دبی ۱ L/min نباید از mm/Hg ۲۵ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۲۰۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف پلی اتیلنی یا PTFE

۲۰۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۰۷- ویال های ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۲۰۸- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و اندازه های مناسب دیگر

نمونه برداری:

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

۱۲۶- 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.

۱۲۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۹۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۹۵- ۱ mL از متیلن کلراید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۹۶- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۹۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از هگزاهیدرومتیل فنول یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. در صورت لزوم غلظت های مختلفی را که گستره ۱۰-۰/۰۲ mg/mL پوشش دهد بسازید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم هگزاهیدرومتیل فنول).
- ۹۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره مورد نظر، 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 (۲۰-۲ μL) از ترکیب (۵۰:۵۰) ایزومرهای هگزاهیدرومتیل فنول را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم هگزاهیدرومتیل فنول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۹۶- 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:

- ۶۳- 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): هگزا هیدرومتیل فنول

- جداساز: ۱ mL متیلن کلراید

- دمای تزریق: 230°C

- دمای آشکارساز: 230°C

- دمای ستون: 140°C

- ستون: فولاد ضد زنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متیلن کلراید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۶۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۶۳- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) هگزا هیدرومتیل فنول 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۶۴- محاسبه غلظت (C) هگزا هیدرومتیل فنول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

hydralin	هیدرالین
CAS: 108-93-0	فرمول شیمیایی: $C_6H_{12}O$
RTECS: GV7875000	وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶
اسامی مترادف: هگزالین؛ سیکلو هگزانول؛ هیدروکسی سیکلو هگزان؛ آنول	
ویژگی ها: نقطه جوش $161^{\circ}C$ ؛ نقطه جوش $24^{\circ}C$ ؛ فشار بخار 1 mmHg (0.13 kPa)	
در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته 0.962 g/mL در $20^{\circ}C$	
OSHA: 50 ppm	حد مجاز: NIOSH: 50 ppm (skin) ACGIH: 50 ppm (skin)
احتیاطات ویژه:	
کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C$ = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۲۳۲- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۵٪ حجمی ۲-پروپانول، ۰/۲ ٪ n-پنتا دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.	
۲۳۳- آنالیت (هیدرالین)	
۲۳۴- n-هپتان	
۲۳۵- محلول استوک راندمان واجذب؛ 12 mg/mL هیدرالین در n-هپتان	
۲۳۶- نیتروژن، خالص	
۲۳۷- هیدروژن، خالص	
۲۳۸- هوای، خالص و تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۲۰۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. 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 ها در دبی 1 L/min نباید از $3/4 \text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۲۱۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 - 0/02 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۱۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۱۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۲۱۳- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۲۱۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۱۳۰- 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.

۱۳۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 - 0/01 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

۱۳۲- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۹۷- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۹۸- 1 mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۹۹- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۹۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (هیدرالین) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک هیدرالین به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم هیدرالین).
- ۹۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 هیدرالین یا محلول استاندارد آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم هیدرالین بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۹۹- 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:

- ۶۵- 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): هیدرالین
 - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۵٪ ۲-پروپانول

- دمای تزریق: 200°C
- دمای آشکارساز: $250 - 300^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون: $80 - 120^{\circ}\text{C}$
- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (30 mL/min)
- ستون: شیشه ای

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۶۶- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک هیدرالین را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۶۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) هیدرالین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

hydroxycyclohexane	هیدروکسی سیکلوهگزان
CAS: 108-93-0	فرمول شیمیایی: $C_6H_{12}O$
RTECS: GV7875000	وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶
اسامی مترادف: هگزالین؛ هیدرالین؛ هیدروکسی سیکلوهگزان؛ آنول	
ویژگی ها: نقطه جوش $161^{\circ}C$ ؛ نقطه جوش $24^{\circ}C$ ؛ فشار بخار 1 mmHg (0.13 kPa) در $25^{\circ}C$ ؛ دانسیته 0.962 g/mL در $20^{\circ}C$	
OSHA: 50 ppm	NIOSH: 50 ppm (skin) ACGIH: 50 ppm (skin)
حدمجاز:	
احتیاطات ویژه:	
کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است ($30^{\circ}C =$ نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۲۳۹- حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه ۵٪ حجمی ۲-پروپانول، ۰/۲٪ n- پنتا دکان و ۰/۱٪ هگزان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب.	
۲۴۰- آنالیت (هیدروکسی سیکلوهگزان)	
۲۴۱- n- هپتان	
۲۴۲- محلول استوک راندمان واجذب؛ 12 mg/mL هیدروکسی سیکلوهگزان در n- هپتان	
۲۴۳- نیتروژن، خالص	
۲۴۴- هیدروژن، خالص	
۲۴۵- هوای، خالص و تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۲۱۵- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال 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 است. 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 ها در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۲۱۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۱۷- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۱۸- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۲۱۹- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۲۲۰- بالن ژوزه ۱۰ میلی لیتری

نمونه برداری:

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

۱۳۴- 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.

۱۳۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

۱۳۶- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۱۰۰- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۱۰۱- ۱ mL از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید.

۱۰۲- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۰۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آنالیت (هیدروکسی سیکلوهگزان) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک هیدروکسی سیکلوهگزان به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم هیدروکسی سیکلوهگزان).
- ۱۰۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 هیدروکسی سیکلوهگزان یا محلول استاندارد آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم هیدروکسی سیکلوهگزان باز یافت شده ترسیم کنید.
- ۱۰۲- 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:

- ۶۷- 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): هیدروکسی سیکلوهگزان

- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۲/۵- پروپانول
- دمای تزریق: ۲۰۰ °C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۸۰ - ۱۲۰ °C
- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)
- ستون: شیشه ای

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۶۸- مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک هیدروکسی سیکلوهگزان را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۶۷- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) هیدروکسی سیکلوهگزان 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۶۸- محاسبه غلظت (C) هیدروکسی سیکلوهگزان در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

2-(hydroxymethyl)furan	۲- (هیدروکسی متیل) فوران
<p>CAS: 98-00-0</p> <p>RTECS: LU9100000</p> <p>اسامی مترادف: ۲- فوریل کرینول؛ فورفوریل الکل؛ ۲- فوریل متانول</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۱۷۰؛ فشار بخار ۱ mmHg (۰/۱۳ kPa) در °C ۲۵؛ دانسیته ۱/۱۳ g/mL در °C ۳۱/۸؛ گستره انفجار ۱/۸٪ تا ۱۶/۳٪ حجمی در هوا</p>	<p>فرمول شیمیایی: C₄H₃OCH₂OH</p> <p>وزن مولکولی: ۹۸/۱</p>
<p>حدمجاز:</p> <p>OSHA: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL</p> <p>NIOSH: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL</p> <p>ACGIH: 10 ppm (skin), 15 ppm STEL</p> <p>Note: 1 ppm = 4.01 mg/m³ @ NTP</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>۲- (هیدروکسی متیل) فوران سمی بوده و با اسیدها به شدت واکنش می دهد. بنزن سرطانزا است، همیشه در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۲۴۶-۲- (هیدروکسی متیل) فوران؛ خالص</p> <p>۲۴۷- استون؛ تقطیر شده</p> <p>۲۴۸- بنزن؛ تقطیر شده</p> <p>۲۴۹- محلول استوک راندمان واجذب، ۰/۱ mg/μL؛ ۱ گرم ۲- (هیدروکسی متیل) فوران را با بنزن به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.</p> <p>نکته: اگر راندمان جذب به اندازه کافی باشد می توان به جای بنزن از استون استفاده کرد.</p> <p>۲۵۰- نیتروژن، خالص</p> <p>۲۵۱- هیدروژن، خالص</p> <p>۲۵۲- هوا، تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۲۲۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۸/۵ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۸۰/۵۰ مشی Porapak Q</p>	

(قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۲۲۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.05 \text{ L/min} - 0.1$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۲۳- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۲۴- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۲۲۵- سرنگ های ۱۰ تا ۵۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۲۲۶- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری و سایر اندازه های مناسب دیگر

۲۲۷- پیپت ۱ میلی لیتری و سایر اندازه های مناسب

نمونه برداری:

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

۱۳۸- 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.

۱۳۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.05 \text{ L/min} - 0.1$ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۱۰۳- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۱۰۴- ۱ mL از استون را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً بیندازید.

۱۰۵- ویال ها را به مدت ۱۵ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۰۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی 0.1 تا $3/6$ میلی گرم ۲-

- (هیدروکسی متیل) فوران را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از ۲- (هیدروکسی متیل) فوران را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با استون یا بنزن به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. از رقیق سازی مرحله ای برای آماده کردن غلظت ها پایین تر استفاده کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم ۲- (هیدروکسی متیل) فوران).
- ۱۰۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از Porapak Q مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 محلول استوک راندمان جذب آن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۲- (هیدروکسی متیل) فوران بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۰۵- 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:

- ۶۹- 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): ۲- (هیدروکسی متیل) فوران
- جداساز: ۱ mL استون
- دمای تزریق: ۲۲۵ °C
- دمای آشکارساز: ۲۲۵ °C
- دمای ستون: ۲۰۰ °C
- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۵۰ mL/min)
- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با استون رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۷۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۶۹- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲- (هیدروکسی متیل) فوران 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۷۰- محاسبه غلظت (C) ۲- (هیدروکسی متیل) فوران در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

الف ۲- آلدئیدها

Ethanol	اتانال
CAS: 75-07-0 RTECS: AB1925000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{-CHO}$ وزن مولکولی: ۴۴/۰۵ اسامی مترادف: استالدهید؛ استیک آلدئید؛ اتیل آلدئید؛ استیل آلدئید ویژگی ها: نقطه ذوب $۲۰/۸^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته $۰/۷۸۸\text{ g/mL}$ در ۱۶°C
OSHA: 200 ppm	NIOSH: lowest feasible level ACGIH: 200 ppm C
احتیاطات ویژه: اتانال محرک شدید چشم، اشک آور، جهش زا، سرطانزای قطعی در حیوانات، مظنون به سرطانزایی در انسان و احتمالاً حساسیت زا است. ترکیب اتانال با هوا ممکن است ایجاد پروکسیدهای قابل انفجار نمایند و ترکیب پروکسیدهای آن با گرما یا جرقه موجب حریق یا انفجار می گردد. انبارش اتانال در مجاورت اکسیدکننده ها می تواند سبب حریق و انفجار شود. خطر حریق اتانال بسیار بالاست ($\text{FP} = -37.8^\circ\text{C}$ در محیط بسته). هنگام کار با آن از هود استفاده کنید. معرف DNPH حساسیت زا و همچنین سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^\circ\text{C}$).	
مواد و محلولهای لازم: ۲۵۳- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین- اتانال با خلوص $\geq 99\%$ ؛ (تامین آن از کمپانی Supelco یا Aldrich Chemical) ۲۵۴- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل ۲۵۵- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین- اتانال را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای 5°C به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است. ۲۵۶- اتانال، با خلوص 99% ۲۵۷- آب مقطر دیونیزه	

۲۵۸- محلول استوک اتانال ۲/۴ mg/mL؛ ۱۵۵ μ L اتانال سرد (0°C) را توسط سرنگ ۵۰۰ میکرولیتری آماده کرده و به ۳۵ میلی لیتر آب مقطر در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس محلول را با آب مقطر (20°C) به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید. محلول را طی ۱۵ دقیقه آماده کنید.

نکته: قبل از استفاده از سرنگ ۵۰۰ میکرولیتری، آن را به مدت ۴۵ دقیقه در فریزر قرار دهید.

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۲۲۸- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل ۱۵۰ - ۲۵۰ μm (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی ۱/۵ L/min باید کمتر از ۷ kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (Sep- S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014 یا Sep- Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).
- ۲۲۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱/۵ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۲۳۰- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۲۳۱- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا
- ۲۳۲- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری
- ۲۳۳- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری
- ۲۳۴- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA
- ۲۳۵- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۱۴۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۱۴۲- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

۱۴۳- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPB را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۱۴۴- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۱۴۵- درپوش انتهای نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۱۴۶- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۰۶- مشتق اتانال را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۰۷- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPB و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۰۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/68$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم اتانال را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPB-اتانال را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g}/\text{mL}$). غلظت اتانال را از طریق ضرب کردن غلظت مشتق DNPB-اتانال در $0/197$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی اتانال بر وزن مولکولی مشتق DNPB-اتانال) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا ۲۰) - ۰/۰۱ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.
- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم اتانال).
۱۰۷- میزان بازیافت (R) اتانال از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای اتانال ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۱۵ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر اتانال را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود شود واکنش اتانال با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت اتانال ($\mu\text{g/sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت اتانال بازیافت شده را بر غلظت اتانال تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg اتانال بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۰۸- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۷۱- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیترو فنیل هیدرازین-اتانال
 - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
 - حجم تزریق: ۲۰ میکرو لیتر
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۵۱٪) / آب (۴۹٪)
 - ستون: فولاد ضد زنگ
- ۷۲- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و در پوش ویال را ببندید.
- ۷۳- ۲۰ میکرو لیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
- ۷۴- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.
- نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۷۵- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۰۵ میکرو گرم اتانال است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گر ها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیترو فنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر اتانال-DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدئیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

- ۷۱- جرم بر حسب μg اتانال موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی

کالیبراسیون بدست آورید.

۷۲- با استفاده از فرمول زیر غلظت اتانال (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر

حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

ethylaldehyde	اتیل آلدهید
75-07-0: CAS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{-CHO}$
AB1925000: RTECS	وزن مولکولی: ۴۴/۰۵
اسامی مترادف: اتانال؛ استیک آلدهید؛ استالدهید؛ استیل آلدهید	
ویژگی ها: نقطه ذوب $^{\circ}\text{C}$ ۲۰/۸؛ دانسیته g/mL ۰/۷۸۸ در $^{\circ}\text{C}$ ۱۶	
OSHA: 200 ppm	حد مجاز: NIOSH: lowest feasible level
	ACGIH: 200 ppm C
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>اتیل آلدهید محرک شدید چشم، اشک آور، جهش زا، سرطانزای قطعی در حیوانات، مظنون به سرطانزایی در انسان و احتمالاً حساسیت زا است. ترکیب اتیل آلدهید با هوا ممکن است ایجاد پروکسیدهای قابل انفجار نمایند و ترکیب پروکسیدهای آن با گرما یا جرقه موجب حریق یا انفجار می گردد. انبارش اتیل آلدهید در مجاورت اکسیدکننده ها می تواند سبب حریق و انفجار شود. خطر حریق اتیل آلدهید بسیار بالاست ($\text{FP} = -37.8^{\circ}\text{C}$ در محیط بسته). هنگام کار با آن از هود استفاده کنید. معرف DNPH حساسیت زا و همچنین سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^{\circ}\text{C}$).</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۲۵۹- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین- اتیل آلدهید با خلوص $\geq 99\%$؛ (تامین آن از کمپانی Aldrich Chemical یا Supelco)</p> <p>۲۶۰- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p> <p>۲۶۱- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین- اتیل آلدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای $^{\circ}\text{C}$ ۵ به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p> <p>۲۶۲- اتیل آلدهید، با خلوص ۹۹٪</p> <p>۲۶۳- آب مقطر دیونیزه</p>	

۲۶۴- محلول استوک اتیل آلدهید ۲/۴ mg/mL؛ ۱۵۵ μ L اتیل آلدهید سرد (0°C) را توسط سرنگ ۵۰۰ میکرولیتری آماده کرده و به ۳۵ میلی لیتر آب مقطر در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس محلول را با آب مقطر (20°C) به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید. محلول را طی ۱۵ دقیقه آماده کنید.

نکته: قبل از استفاده از سرنگ ۵۰۰ میکرولیتری، آن را به مدت ۴۵ دقیقه در فریزر قرار دهید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۳۶- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (Sep- S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014 یا Sep- Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۲۳۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۳۸- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۳۹- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا

۲۴۰- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۲۴۱- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۲۴۲- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۲۴۳- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۱۴۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۱۴۸- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

۱۴۹- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۱۵۰- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۱۵۱- درپوش انتهای نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۱۵۲- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۰۸- مشتق اتیل آلدئید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۰۹- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۰۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/68$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم اتیل آلدئید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPH-اتیل آلدئید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت اتیل آلدئید را از طریق ضرب کردن غلظت مشتق DNPH-اتیل آلدئید در $0/197$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی اتیل آلدئید بر وزن مولکولی مشتق DNPH-اتیل آلدئید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا ۲۰) - ۰/۰۱ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.
- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم اتیل آلدهید).
- ۱۱۰- میزان بازیافت (R) اتیل آلدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای اتیل آلدهید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۱۵ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر اتیل آلدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش اتیل آلدهید با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت اتیل آلدهید ($\mu\text{g/sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت اتیل آلدهید بازیافت شده را بر غلظت اتیل آلدهید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg اتیل آلدهید بازیافت شده ترسیم کنید.

۱۱۱- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۷۶- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-اتیل آلدهید
 - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
 - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۵۱٪) / آب (۴۹٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۷۷- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.
- ۷۸- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
- ۷۹- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.
- نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۸۰- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۰۵ میکروگرم اتیل آلدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گرها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر اتیل آلدهید-DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدهیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش

دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۷۳- جرم بر حسب μg اتیل آلدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۷۴- با استفاده از فرمول زیر غلظت اتیل آلدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

استالدهید	acetaldehyde
فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{-CHO}$	CAS: 75-07-0
وزن مولکولی: ۴۴/۰۵	RTECS: AB1925000
اسامی مترادف: اتانال؛ استیک آلدهید؛ اتیل آلدهید؛ استیل آلدهید	
ویژگی ها: نقطه ذوب $^{\circ}\text{C}$ ۲۰/۸؛ دانسیته g/mL ۰/۷۸۸ در $^{\circ}\text{C}$ ۱۶	
حدمجاز:	OSHA: 200 ppm
ACGIH: 200 ppm C	NIOSH: lowest feasible level
احتیاطات ویژه:	
<p>استالدهید محرک شدید چشم، اشک آور، جهش زا، سرطانزای قطعی در حیوانات، مظنون به سرطانزایی در انسان و احتمالاً حساسیت زا است. ترکیب استالدهید با هوا ممکن است ایجاد پروکسیدهای قابل انفجار نمایند و ترکیب پروکسیدهای آن با گرما یا جرقه موجب حریق یا انفجار می گردد. انبارش استالدهید در مجاورت اکسیدکننده ها می تواند سبب حریق و انفجار شود. خطر حریق استالدهید بسیار بالاست ($\text{FP} = -37.8^{\circ}\text{C}$ در محیط بسته). هنگام کار با آن از هود استفاده کنید. معرف DNPH حساسیت زا و همچنین سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^{\circ}\text{C}$).</p>	
مواد و محلولهای لازم:	
۲۶۵- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-استالدهید با خلوص ۹۹٪؛ (تامین آن از کمپانی Supelco یا Aldrich Chemical)	
۲۶۶- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل	
۲۶۷- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-استالدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای $^{\circ}\text{C}$ ۵ به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.	
۲۶۸- استالدهید، با خلوص ۹۹٪	
۲۶۹- آب مقطر دیونیزه	
۲۷۰- محلول استوک استالدهید mg/mL ۲/۴؛ μL ۱۵۵ استالدهید سرد ($^{\circ}\text{C}$ ۰) را توسط سرنگ	

۵۰۰ میکرولیتری آماده کرده و به ۳۵ میلی لیتر آب مقطر در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس محلول را با آب مقطر (۲۰ °C) به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید. محلول را طی ۱۵ دقیقه آماده کنید.

نکته: قبل از استفاده از سرنگ ۵۰۰ میکرولیتری، آن را به مدت ۴۵ دقیقه در فریزر قرار دهید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۴۴- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) (Sep Pak XPOsure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۲۴۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۴۶- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۴۷- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا

۲۴۸- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۲۴۹- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۲۵۰- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۲۵۱- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۱۵۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۱۵۴- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

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

نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل

کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۱۵۶- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۱۵۷- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۱۵۸- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۱۰- مشتق استالدهید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۱۱- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۱۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/68$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم استالدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPH-استالدهید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت استالدهید را از طریق ضرب کردن غلظت غلظت مشتق DNPH-استالدهید در $0/197$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی استالدهید بر وزن مولکولی مشتق DNPH-استالدهید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا 20) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید

(مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم استالدهید).
- ۱۱۳- میزان بازیافت (R) استالدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای استالدهید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۱۵ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر استالدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود شود واکنش استالدهید با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت استالدهید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت استالدهید بازیافت شده را بر غلظت استالدهید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg استالدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۱۴- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۸۱- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-استالدهید
- جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
- حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر

- آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۵۱٪) / آب (۴۹٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ
 - ۸۲- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.
 - ۸۳- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
 - ۸۴- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.
- نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۸۵- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۰۵ میکروگرم استالدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گر ها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیترو فنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر استالدهید- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدئیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

- ۷۵- جرم بر حسب μg استالدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.
- ۷۶- با استفاده از فرمول زیر غلظت استالدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{ mg/m}^3$$

۲۷۴- استیک آلدهید، با خلوص ۹۹٪

۲۷۵- آب مقطر دیونیزه

۲۷۶- محلول استوک استیک آلدهید ۲/۴ mg/mL؛ ۱۵۵ μL استیک آلدهید سرد (0°C) را توسط سرنگ ۵۰۰ میکرولیتری آماده کرده و به ۳۵ میلی لیتر آب مقطر در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس محلول را با آب مقطر (20°C) به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید. محلول را طی ۱۵ دقیقه آماده کنید.
 نکته: قبل از استفاده از سرنگ ۵۰۰ میکرولیتری، آن را به مدت ۴۵ دقیقه در فریزر قرار دهید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۵۲- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی ۱/۵ L/min باید کمتر از ۷ kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) یا (Sep Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۲۵۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱/۵ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۵۴- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۵۵- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا
 ۲۵۶- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۲۵۷- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۲۵۸- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۲۵۹- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

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

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۱۶۰- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

۱۶۱- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۱۶۲- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۱۶۳- درپوش انتهای نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۱۶۴- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۱۲- مشتق استیک آلدهید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۱۳- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۱۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/68$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم استیک آلدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPH-استیک آلدهید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت استیک آلدهید را از طریق ضرب کردن

- غلظت غلظت مشتق DNP-H-استیک آلدهید در ۰/۱۹۷ (حاصل تقسیم وزن مولکولی استیک آلدهید بر وزن مولکولی مشتق DNP-H-استیک آلدهید) بدست آورید.
- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا ۲۰) - ۰/۰۱ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.
 - ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم استیک آلدهید).
- ۱۱۶- میزان بازیافت (R) استیک آلدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای استیک آلدهید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۱۵ دقیقه انجام دهید.
 - بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر استیک آلدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش استیک آلدهید با DNP-H کامل نشود.
 - نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
 - ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت استیک آلدهید ($\mu\text{g/sample}$) ترسیم

کنید.

- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت استیک آلدهید بازیافت شده را بر غلظت استیک آلدهید تزریق شده تقسیم کنید.
 - نموداری از میزان بازیافت در برابر μg استیک آلدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۱۷- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۸۶- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-استیک آلدهید
 - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
 - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۵۱٪) / آب (۴۹٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۸۷- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.
- ۸۸- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
- ۸۹- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.
- نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۹۰- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۰۵ میکروگرم استیک آلدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گرها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان

معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر استیک آلدهید-DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۷۷- جرم بر حسب μg استیک آلدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۷۸- با استفاده از فرمول زیر غلظت استیک آلدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

استیل آلدهید	acetylaldehyde
فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{-CHO}$	CAS: 75-07-0
وزن مولکولی: ۴۴/۰۵	RTECS: AB1925000
اسامی مترادف: اتانال؛ استیک آلدهید؛ اتیل آلدهید؛ استالدهید	
ویژگی ها: نقطه ذوب $^{\circ}\text{C}$ ۲۰/۸؛ دانسیته g/mL ۰/۷۸۸ در $^{\circ}\text{C}$ ۱۶	
خدمجاز:	OSHA: 200 ppm
ACGIH: 200 ppm C	NIOSH: lowest feasible level
احتیاطات ویژه:	
<p>استیل آلدهید محرک شدید چشم، اشک آور، جهش زا، سرطانزای قطعی در حیوانات، مظنون به سرطانزایی در انسان و احتمالاً حساسیت زا است. ترکیب استیل آلدهید با هوا ممکن است ایجاد پروکسیدهای قابل انفجار نمایند و ترکیب پروکسیدهای آن با گرما یا جرقه موجب حریق یا انفجار می گردد. انبارش استیل آلدهید در مجاورت اکسیدکننده ها می تواند سبب حریق و انفجار شود. خطر حریق استیل آلدهید بسیار بالاست ($\text{FP} = -37.8^{\circ}\text{C}$ در محیط بسته). هنگام کار با آن از هود استفاده کنید. معرف DNPH حساسیت زا و همچنین سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^{\circ}\text{C}$).</p>	
مواد و محلولهای لازم:	
<p>۲۷۷- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-استیل آلدهید با خلوص ۹۹٪؛ (تامین آن از کمپانی Supelco یا Aldrich Chemical)</p>	
<p>۲۷۸- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p>	
<p>۲۷۹- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-استیل آلدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای $^{\circ}\text{C}$ ۵ به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p>	
<p>۲۸۰- استیل آلدهید، با خلوص ۹۹٪</p>	
<p>۲۸۱- آب مقطر دیونیزه</p>	

۲۸۲- محلول استوک استیل آلدهید $2/4 \text{ mg/mL}$ ؛ $155 \mu\text{L}$ استیل آلدهید سرد (0°C) را توسط سرنگ ۵۰۰ میکرولیتری آماده کرده و به ۳۵ میلی لیتر آب مقطر در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس محلول را با آب مقطر (20°C) به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید. محلول را طی ۱۵ دقیقه آماده کنید.

نکته: قبل از استفاده از سرنگ ۵۰۰ میکرولیتری، آن را به مدت ۴۵ دقیقه در فریزر قرار دهید.

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۲۶۰- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی $0/35$ گرم سیلیکاژل $250 - 150 - 100 - 60 \mu\text{m}$ (مشی) که با ۱ میلی گرم $2,4$ - دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) یا (Sep Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).
- ۲۶۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۲۶۲- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۲۶۳- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا
- ۲۶۴- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری
- ۲۶۵- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری
- ۲۶۶- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA
- ۲۶۷- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۱۶۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۱۶۶- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

۱۶۷- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۱۶۸- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 1/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۱۶۹- درپوش انتهای نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۱۷۰- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۱۴- مشتق استیل آلدهید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۱۵- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۱۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/68$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم استیل آلدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNP-H-استیل آلدهید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت استیل آلدهید را از طریق ضرب کردن غلظت غلظت مشتق DNP-H-استیل آلدهید در $0/197$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی استیل آلدهید بر وزن مولکولی مشتق DNP-H-استیل آلدهید) بدست آورید.
- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا 20) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.
- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم استیل آلدهید).
- ۱۱۹- میزان بازیافت (R) استیل آلدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای استیل آلدهید 100% است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۱۵ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ 100 میکرولیتری 20 تا 90 میکرولیتر استیل آلدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از 90 میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش استیل آلدهید با DNP-H کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت استیل آلدهید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت استیل آلدهید بازیافت شده را بر غلظت استیل آلدهید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg استیل آلدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۲۰- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۹۱- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
 - آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-استیل آلدهید
 - جداسازی: استونتریل فاقد کربونیل
 - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونتریل (۵۱٪) / آب (۴۹٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۹۲- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.
- ۹۳- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
- ۹۴- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.

نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۹۵- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۰۵ میکروگرم استیل آلدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گر ها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف

مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر استیل آلدهید- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدهیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۷۹- جرم برحسب μg استیل آلدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۸۰- با استفاده از فرمول زیر غلظت استیل آلدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

n-والرالدهید	n-valeraldehyde
فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_3-\text{CHO}$	CAS: 110-62-3
وزن مولکولی: ۸۶/۱۳	RTECS: YV3600000
<p>اسامی مترادف: والرالدهید؛ پنتانال؛ والرال؛ آمیل آلدهید؛ والریک آلدهید؛ والریک اسید آلدهید؛ بوتیل فرمال</p> <p>ویژگی ها: نقطه ذوب 10.2°C؛ دانسیته 0.8095 g/mL در 20°C</p>	
حد مجاز:	OSHA: 50 ppm
ACGIH: 50 ppm	NIOSH: 50 ppm
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>n-والرالدهید محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی n-والرالدهید موجود نیست. n-والرالدهید با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زا ناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^\circ\text{C}$). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با n-والرالدهید از هود استفاده کنید. معرف DNP و n-والرالدهید حساسیت زا هستند. همچنین DNP سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^\circ\text{C}$).</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۲۸۳- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-n-والرالدهید با خلوص $\geq 99\%$؛ (تامین آن از کمپانی Aldrich Chemical یا Supelco)</p> <p>۲۸۴- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p> <p>۲۸۵- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-n-والرالدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای 5°C به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p> <p>۲۸۶-n-والرالدهید، با خلوص 99%</p> <p>۲۸۷- آب مقطر دیونیزه</p> <p>۲۸۸- محلول استوک n-والرالدهید $2/4 \text{ mg/mL}$؛ $154 \mu\text{L}$ n-والرالدهید 97% را با</p>	

استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۶۸- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) یا (Sep Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۲۶۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۷۰- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۷۱- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا

۲۷۲- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۲۷۳- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۲۷۴- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۲۷۵- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۱۷۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۱۷۲- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

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

نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار

وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNP_H را در نمونه بردار پوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۱۷۴- نمونه برداری را در دبی بین ۱/۵ - ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۱۷۵- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا بیوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.
۱۷۶- نمونه را در دمای پایین (۵ - ۰ °C) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۱۶- مشتق n-والرالدهید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۱۷- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNP_H و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۲۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۱/۳ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم n-والرالدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق n-DNP_H-والرالدهید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً ۱۰۰۰ μg/mL). غلظت n-والرالدهید را از طریق ضرب کردن غلظت غلظت مشتق n-DNP_H-والرالدهید در ۰/۳۲۴ (حاصل تقسیم وزن مولکولی n-والرالدهید بر وزن مولکولی مشتق n-DNP_H-والرالدهید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره ۱۰ μg/mL (یا ۲۰) - ۰/۰۱ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای ۵ °C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکرو گرم n-والرالدهید).
- ۱۲۲- میزان بازیافت (R)n-والرالدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای n-والرالدهید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر n-والرالدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود شود واکنش n-والرالدهید با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت n-والرالدهید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت n-والرالدهید بازیافت شده را بر غلظت n-والرالدهید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μgn -والرالدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۲۳- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

۹۶- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

<ul style="list-style-type: none"> - آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-n-والرالدهید - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر) - فاز متحرک: استونیتریل (۶۶٪) / آب (۳۴٪) - ستون: فولاد ضدزنگ <p>۹۷- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.</p> <p>۹۸- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.</p> <p>۹۹- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.</p> <p>نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۱۰۰- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۵۰ میکروگرم n-والرالدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.</p>
<p>مداخله گرها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر n-والرالدهید-DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدهیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.</p>
<p style="text-align: right;">محاسبات:</p> <p>۸۱- جرم برحسب $\mu\text{g/n}$-والرالدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.</p>

۸۲- با استفاده از فرمول زیر غلظت n-والرالدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

amyl aldehyde	آمیل آلدهید
CAS: 110-62-3 RTECS: YV3600000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_3-\text{CHO}$ وزن مولکولی: ۸۶/۱۳ اسامی مترادف: n-آمیل آلدهید؛ پنتانال؛ والرال؛ والرالدهید؛ والریک آلدهید؛ والریک اسید آلدهید؛ بوتیل فرمال ویژگی ها: نقطه ذوب 102°C ؛ دانسیته 0.8095 g/mL در 20°C
OSHA: 50 ppm	حد مجاز: NIOSH: 50 ppm ACGIH: 50 ppm
احتیاطات ویژه: آمیل آلدهید محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی آمیل آلدهید موجود نیست. آمیل آلدهید با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زا ناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^\circ\text{C}$). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با آمیل آلدهید از هود استفاده کنید. معرف DNPH و آمیل آلدهید حساسیت زا هستند. همچنین DNPH سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^\circ\text{C}$).	
مواد و محلولهای لازم: ۲۸۹- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-آمیل آلدهید با خلوص $\geq 99\%$ ؛ (تامین آن از کمپانی Aldrich Chemical یا Supelco) ۲۹۰- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل ۲۹۱- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-آمیل آلدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای 5°C به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است. ۲۹۲- آمیل آلدهید، با خلوص 99% ۲۹۳- آب مقطر دیونیزه	

۲۹۴- محلول استوک آمیل آلدهید $2/4 \text{ mg/mL}$ ؛ $154 \mu\text{L}$ آمیل آلدهید ۹۷٪ را با استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۷۶- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی $0/35$ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) یا (Sep Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۲۷۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۷۸- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۷۹- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا
۲۸۰- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۲۸۱- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۲۸۲- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۲۸۳- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۱۷۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۱۷۸- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

۱۷۹- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNP_H را در نمونه بردار پوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومنیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۱۸۰- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۱۸۱- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا پوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۱۸۲- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۱۸- مشتق آمیل آلدئید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوزه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۱۹- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNP_H و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۲۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $1/3$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم آمیل آلدئید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNP_H-آمیل آلدئید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت آمیل آلدئید را از طریق ضرب کردن غلظت غلظت مشتق DNP_H-آمیل آلدئید در $0/324$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی آمیل آلدئید بر وزن مولکولی مشتق DNP_H-آمیل آلدئید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا ۲۰) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم آمیل آلدهید).
- ۱۲۵- میزان بازیافت (R) آمیل آلدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای آمیل آلدهید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر آمیل آلدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش آمیل آلدهید با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت آمیل آلدهید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت آمیل آلدهید بازیافت شده را بر غلظت آمیل آلدهید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg آمیل آلدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۲۶- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

۱۰۱- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

<ul style="list-style-type: none"> - آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-آمیل آلدهید - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر) - فاز متحرک: استونیتریل (۶۶٪) / آب (۳۴٪) - ستون: فولاد ضدزنگ <p>۱۰۲- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.</p> <p>۱۰۳- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.</p> <p>۱۰۴- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.</p> <p>نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۱۰۵- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۵۰ میکروگرم آمیل آلدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.</p>
<p>مداخله گرها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر آمیل آلدهید- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.</p>
<p style="text-align: right;">محاسبات:</p> <p>۸۳- جرم برحسب μg آمیل آلدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.</p>

۸۴- با استفاده از فرمول زیر غلظت آمیل آلدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{ mg/m}^3$$

butyl formal	بوتیل فرمال
CAS: 110-62-3 RTECS: YV3600000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_3-\text{CHO}$ وزن مولکولی: ۸۶/۱۳ اسامی مترادف: n-بوتیل فرمال؛ پنتانال؛ والرال؛ آمیل آلدهید؛ والریک آلدهید؛ والریک اسید آلدهید؛ والرالدهید ویژگی ها: نقطه ذوب 102°C ؛ دانسیته 0.8095 g/mL در 20°C
OSHA: 50 ppm	NIOSH: 50 ppm ACGIH: 50 ppm حدمجاز:
احتیاطات ویژه: بوتیل فرمال محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی بوتیل فرمال موجود نیست. بوتیل فرمال با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زا ناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^\circ\text{C}$). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با بوتیل فرمال از هود استفاده کنید. معرف DNP و بوتیل فرمال حساسیت زا هستند. همچنین DNP سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^\circ\text{C}$).	
مواد و محلولهای لازم: ۲۹۵- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-بوتیل فرمال با خلوص $\geq 99\%$ ؛ (تامین آن از کمپانی Aldrich Chemical یا Supelco) ۲۹۶- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل ۲۹۷- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-بوتیل فرمال را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای 5°C به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است. ۲۹۸- بوتیل فرمال، با خلوص 99% ۲۹۹- آب مقطر دیونیزه	

۳۰۰- محلول استوک بوتیل فرمال $2/4 \text{ mg/mL}$ ؛ $154 \mu\text{L}$ بوتیل فرمال ۹۷٪ را با استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۸۴- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی $0/35$ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم $2/4$ - دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) یا (Sep Pak XPOsure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۲۸۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۲۸۶- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۲۸۷- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش گشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا

۲۸۸- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۲۸۹- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۲۹۰- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۲۹۱- فویل آلومنیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۱۸۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۱۸۴- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

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

نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار

وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPB را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۱۸۶- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۱۸۷- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۱۸۸- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۲۰- مشتق بوتیل فرمال را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۲۱- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPB و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۲۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $1/3$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم بوتیل فرمال را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPB-بوتیل فرمال را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت بوتیل فرمال را از طریق ضرب کردن غلظت غلظت مشتق DNPB-بوتیل فرمال در $0/324$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی بوتیل فرمال بر وزن مولکولی مشتق DNPB-بوتیل فرمال) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا ۲۰) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکرو گرم بوتیل فرمال).
- ۱۲۸- میزان بازیافت (R) بوتیل فرمال از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای بوتیل فرمال ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر بوتیل فرمال را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش بوتیل فرمال با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت بوتیل فرمال ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت بوتیل فرمال بازیافت شده را بر غلظت بوتیل فرمال تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg بوتیل فرمال بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۲۹- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

۱۰۶- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-بوتیل فرمال
 - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
 - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۶۶٪) / آب (۳۴٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۱۰۷- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.
- ۱۰۸- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
- ۱۰۹- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.
- نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۱۱۰- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۵۰ میکروگرم بوتیل فرمال است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گرها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر بوتیل فرمال-DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدئیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۸۵- جرم برحسب μg بوتیل فرمال موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۸۶- با استفاده از فرمول زیر غلظت بوتیل فرمال (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

propaldehyde	پروپالدهید
123-38-6 :CAS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CHO}$
UE0350000 :RTECS	وزن مولکولی: ۵۸/۰۹
اسامی مترادف: پروپانال؛ پروپیل آلدهید؛ متیل استالدهید؛ پروپیونالدهید؛ پروپیلک آلدهید	
ویژگی ها: نقطه ذوب $^{\circ}\text{C}$ ۴۹؛ دانسیته g/mL ۰/۸۰۷ در $^{\circ}\text{C}$ ۲۰	
احتیاطات ویژه:	
<p>پروپالدهید محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی پروپالدهید موجود نیست. پروپالدهید با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زا ناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^{\circ}\text{C}$). بظری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با پروپالدهید از هود استفاده کنید. معرف DNP و پروپالدهید حساسیت زا هستند. همچنین DNP سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^{\circ}\text{C}$)</p>	
مواد و محلولهای لازم:	
<p>۳۰۱- مشتق دی نیتروفتیل هیدرازین- پروپالدهید با خلوص $\geq 99\%$؛ (تامین آن از کمپانی Aldrich Chemical یا Supelco)</p>	
<p>۳۰۲- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p>	
<p>۳۰۳- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفتیل هیدرازین- پروپالدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای $^{\circ}\text{C}$ ۵ به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p>	
<p>۳۰۴- پروپالدهید، با خلوص ۹۹٪</p>	
<p>۳۰۵- آب مقطر دیونیزه</p>	
<p>۳۰۶- محلول استوک پروپالدهید $2/4 \text{ mg/mL}$؛ $154 \mu\text{L}$ پروپالدهید ۹۷٪ را به ۳۵ میلی لیتر استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری اضافه کنید و محلول را به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۲۹۲- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $150 - 250 \mu m$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 L/min$ باید کمتر از $7 kPa$ (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) یا (Sep Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).
- ۲۹۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 L/min$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۲۹۴- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۲۹۵- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا
- ۲۹۶- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری
- ۲۹۷- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری
- ۲۹۸- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA
- ۲۹۹- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

- ۱۸۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.
- ۱۹۰- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.
- ۱۹۱- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.
- در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNP در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل

آلومنیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۱۹۲- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۱۹۳- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۱۹۴- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}C - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۲۲- مشتق پروپالدئید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۲۳- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۳۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/89$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم پروپالدئید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPH- پروپالدئید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu g/mL$). غلظت پروپالدئید را از طریق ضرب کردن غلظت مشتق DNPH- پروپالدئید در $0/244$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی پروپالدئید بر وزن مولکولی مشتق DNPH- پروپالدئید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu g/mL$ (یا 20) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای $5^{\circ}C$ نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم پروپالدهید).
- ۱۳۱- میزان بازیافت (R) پروپالدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای پروپالدهید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر پروپالدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش پروپالدهید با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت پروپالدهید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت پروپالدهید بازیافت شده را بر غلظت پروپالدهید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg پروپالدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۳۲- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۱۱- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپالدهید
- جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل

- آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)

- فاز متحرک: استونیتریل (۵۴٪) / آب (۴۶٪)

- ستون: فولاد ضدزنگ

۱۱۲- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.

۱۱۳- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.

۱۱۴- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.

نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استاندارد‌های کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۱۵- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۸۳ میکروگرم پروپالدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گرها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر پروپالدهید- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدئیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۸۷- جرم بر حسب μg پروپالدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۸۸- با استفاده از فرمول زیر غلظت پروپالدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

propanal	پروپانال
<p>CAS: 123-38-6 RTECS: UE0350000</p> <p>اسامی مترادف: پروپیونالدئید؛ پروپیل آلدهید؛ متیل استالدئید؛ پروپالدئید؛ پروپیلک آلدهید</p> <p>ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۴۹؛ دانسیته g/mL ۰/۸۰۷ در °C ۲۰</p>	<p>فرمول شیمیایی: CH₃-CH₂-CHO وزن مولکولی: ۵۸/۰۹</p>
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>پروپانال محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی پروپانال موجود نیست. پروپانال با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زاناسازگار است (FP= - 17.8 °C). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با پروپانال از هود استفاده کنید. معرف DNP و پروپانال حساسیت زا هستند. همچنین DNP سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد (FP= - 12.8 °C).</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۳۰۷- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین- پروپانال با خلوص ۹۹٪؛ (تامین آن از کمپانی Supelco یا Aldrich Chemical)</p> <p>۳۰۸- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p> <p>۳۰۹- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین- پروپانال را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای °C ۵ به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p> <p>۳۱۰- پروپانال، با خلوص ۹۹٪</p> <p>۳۱۱- آب مقطر دیونیزه</p> <p>۳۱۲- محلول استوک پروپانال ۲/۴ mg/mL؛ ۱۵۴ μL پروپانال ۹۷٪ را به ۳۵ میلی لیتر استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری اضافه کنید و محلول را به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۰۰- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $150 - 250 \mu m$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 L/min$ باید کمتر از $7 kPa$ (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) یا (Sep Pak XPOsure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۳۰۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 L/min$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۳۰۲- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۳۰۳- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا

۳۰۴- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۳۰۵- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۳۰۶- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۳۰۷- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۱۹۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۱۹۶- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

۱۹۷- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۱۹۸- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۱۹۹- درپوش انتهای نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.
۲۰۰- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۲۴- مشتق پروپانال را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتريج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۲۵- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتريج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۳۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/89$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم پروپانال را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPH-پروپانال را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت پروپانال را از طریق ضرب کردن غلظت غلظت مشتق DNPH-پروپانال در $0/244$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی پروپانال بر وزن مولکولی مشتق DNPH-پروپانال) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا 20) - $0/1$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم

پروپانال).

۱۳۴- میزان بازیافت (R) پروپانال از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای پروپانال ۱۰۰٪ است.

- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.

- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر پروپانال را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود شود واکنش پروپانال با DNPH کامل نشود.

- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)

- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت پروپانال ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.

- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت پروپانال بازیافت شده را بر غلظت پروپانال تزریق شده تقسیم کنید.

- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg پروپانال بازیافت شده ترسیم کنید.

۱۳۵- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

۱۱۶- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپانال

- جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل

- آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)

- فاز متحرک: استونیتریل (۵۴٪) / آب (۴۶٪)

- ستون: فولاد ضدزنگ

۱۱۷- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.

۱۱۸- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.

۱۱۹- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.

نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استاندارد های کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۲۰- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۸۳ میکروگرم پروپانال است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گر ها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیترو فنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر پروپانال- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدهید های دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۸۹- جرم بر حسب μg پروپانال موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۹۰- با استفاده از فرمول زیر غلظت پروپانال (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{ mg/m}^3$$

propylaldehyde	پروپیل آلدهید
CAS: 123-38-6	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CHO}$
RTECS: UE0350000	وزن مولکولی: ۵۸/۰۹
اسامی مترادف: پروپانال؛ پروپیونالدهید؛ متیل استالدهید؛ پروپالدهید؛ پروپیلک آلدهید	
ویژگی ها: نقطه ذوب $^{\circ}\text{C}$ ۴۹؛ دانسیته g/mL ۰/۸۰۷ در $^{\circ}\text{C}$ ۲۰	
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه:	
<p>پروپیل آلدهید محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی پروپیل آلدهید موجود نیست. پروپیل آلدهید با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زا ناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^{\circ}\text{C}$). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با پروپیل آلدهید از هود استفاده کنید. معرف DNPH و پروپیل آلدهید حساسیت زا هستند. همچنین DNPH سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^{\circ}\text{C}$).</p>	
مواد و محلولهای لازم:	
<p>۳۱۳- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپیل آلدهید با خلوص $\geq 99\%$؛ (تامین آن از کمپانی Aldrich Chemical یا Supelco)</p> <p>۳۱۴- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p> <p>۳۱۵- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپیل آلدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای $^{\circ}\text{C}$ ۵ به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p> <p>۳۱۶- پروپیل آلدهید، با خلوص 99%</p> <p>۳۱۷- آب مقطر دیونیزه</p> <p>۳۱۸- محلول استوک پروپیل آلدهید $2/4 \text{ mg/mL}$؛ $154 \mu\text{L}$ پروپیل آلدهید 97% را به 35 میلی لیتر استونیتریل در بالن ژوژه 50 میلی لیتری اضافه کنید و محلول را به حجم برسانید. محلول را طی 30 دقیقه آماده کنید.</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۳۰۸- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu m$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 L/min$ باید کمتر از $7 kPa$ (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) یا (Sep Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).
- ۳۰۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 L/min$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۳۱۰- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۳۱۱- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا
- ۳۱۲- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری
- ۳۱۳- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری
- ۳۱۴- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA
- ۳۱۵- فویل آلومنیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

- ۲۰۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.
- ۲۰۲- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.
- ۲۰۳- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.
- در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بیوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومنیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۲۰۴- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۲۰۵- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا بیوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۲۰۶- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۲۶- مشتق پروپیل آلدهید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۲۷- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۳۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/89$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم پروپیل آلدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPH-پروپیل آلدهید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت پروپیل آلدهید را از طریق ضرب کردن غلظت غلظت مشتق DNPH-پروپیل آلدهید در $0/244$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی پروپیل آلدهید بر وزن مولکولی مشتق DNPH-پروپیل آلدهید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا 20) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید

(مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم پروپیل آلدهید).
- ۱۳۷- میزان بازیافت (R) پروپیل آلدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای پروپیل آلدهید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر پروپیل آلدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش پروپیل آلدهید با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت پروپیل آلدهید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت پروپیل آلدهید بازیافت شده را بر غلظت پروپیل آلدهید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg پروپیل آلدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۳۸- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۲۱- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپیل آلدهید
 - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
 - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۵۴٪) / آب (۴۶٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۱۲۲- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.
- ۱۲۳- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
- ۱۲۴- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.
- نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۱۲۵- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۸۳ میکروگرم پروپیل آلدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گرها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر پروپیل آلدهید- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدهیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۹۱- جرم بر حسب μg پروپیل آلدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۹۲- با استفاده از فرمول زیر غلظت پروپیل آلدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

propylic aldehyde	پروپیلک آلدهید
123-38-6: CAS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CHO}$
UE0350000: RTECS	وزن مولکولی: ۵۸/۰۹
<p>اسامی مترادف: پروپانال؛ پروپیل آلدهید؛ متیل استالدهید؛ پروپالدهید؛ پروپونالدهید</p> <p>ویژگی ها: نقطه ذوب 49°C؛ دانسیته 0.807 g/mL در 20°C</p>	
<p>حدمجاز: -</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>پروپیلک آلدهید محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی پروپیلک آلدهید موجود نیست. پروپیلک آلدهید با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زاناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^\circ\text{C}$). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با پروپیلک آلدهید از هود استفاده کنید. معرف DNP و پروپیلک آلدهید حساسیت زا هستند. همچنین DNP سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^\circ\text{C}$).</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۳۱۹- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپیلک آلدهید با خلوص $\geq 99\%$؛ (تأمین آن از کمپانی Aldrich Chemical یا Supelco)</p> <p>۳۲۰- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p> <p>۳۲۱- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپیلک آلدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای 5°C به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p> <p>۳۲۲- پروپیلک آلدهید، با خلوص 99%</p> <p>۳۲۳- آب مقطر دیونیزه</p> <p>۳۲۴- محلول استوک پروپیلک آلدهید $2/4\text{ mg/mL}$؛ $154\ \mu\text{L}$ پروپیلک آلدهید 97% را به ۳۵ میلی لیتر استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری اضافه کنید و محلول را به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۱۶- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014 یا Sep Pak XPOsure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۳۱۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۳۱۸- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، و ستون

۳۱۹- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا

۳۲۰- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۳۲۱- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۳۲۲- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۳۲۳- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۲۰۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۲۰۸- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

۲۰۹- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل

آلومنیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۲۱۰- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 1/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۲۱۱- درپوش انتهای نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۲۱۲- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۲۸- مشتق پروپیلک آلدهید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۲۹- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۳۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/89$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم پروپیلک آلدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPH-پروپیلک آلدهید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت پروپیلک آلدهید را از طریق ضرب کردن غلظت مشتق DNPH-پروپیلک آلدهید در $0/244$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی پروپیلک آلدهید بر وزن مولکولی مشتق DNPH-پروپیلک آلدهید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا 20) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز

کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم پروپیلک آلدهید).
- ۱۴۰- میزان بازیافت (R) پروپیلک آلدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای پروپیلک آلدهید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر پروپیلک آلدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش پروپیلک آلدهید با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت پروپیلک آلدهید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت پروپیلک آلدهید بازیافت شده را بر غلظت پروپیلک آلدهید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg پروپیلک آلدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۴۱- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

۱۲۶- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپیلک آلدهید
 - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
 - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۵۴٪) / آب (۴۶٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۱۲۷- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و در پوش ویال را ببندید.
- ۱۲۸- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
- ۱۲۹- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.
- نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۱۳۰- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۸۳ میکروگرم پروپیلک آلدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گر ها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر پروپیلک آلدهید- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدهیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

propionaldehyde	پروپیونالدئید
<p>CAS: 123-38-6 RTECS: UE0350000</p>	<p>فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CHO}$ وزن مولکولی: ۵۸/۰۹</p> <p>اسامی مترادف: پروپانال؛ پروپیل آلدهید؛ متیل استالدئید؛ پروپالدئید؛ پروپیلک آلدهید</p> <p>ویژگی ها: نقطه ذوب 49°C؛ دانسیته 0.807 g/mL در 20°C</p>
<p>حدمجاز: -</p>	
<p style="text-align: center;">احتیاطات ویژه:</p> <p>پروپیونالدئید محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی پروپیونالدئید موجود نیست. پروپیونالدئید با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زا ناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^\circ\text{C}$). بتری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با پروپیونالدئید از هود استفاده کنید. معرف DNP و پروپیونالدئید حساسیت زا هستند. همچنین DNP سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^\circ\text{C}$).</p>	
<p style="text-align: center;">مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۳۲۵- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپیونالدئید با خلوص $\geq 99\%$؛ (تامین آن از کمپانی Aldrich Chemical یا Supelco)</p> <p>۳۲۶- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p> <p>۳۲۷- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپیونالدئید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای 5°C به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p> <p>۳۲۸- پروپیونالدئید، با خلوص 99%</p> <p>۳۲۹- آب مقطر دیونیزه</p> <p>۳۳۰- محلول استوک پروپیونالدئید $2/4\text{ mg/mL}$؛ $154\text{ }\mu\text{L}$ پروپیونالدئید 97% را به 35 mL</p>	

لیتر استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری اضافه کنید و محلول را به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۲۴- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014 یا Sep Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۳۲۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۳۲۶- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۳۲۷- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا

۳۲۸- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۳۲۹- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۳۳۰- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۳۳۱- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۲۱۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۲۱۴- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

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

نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار

وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPB را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۲۱۶- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۲۱۷- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۲۱۸- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۳۰- مشتق پروپیونالدئید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۳۱- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPB و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۴۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/89$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم پروپیونالدئید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPB- پروپیونالدئید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت پروپیونالدئید را از طریق ضرب کردن غلظت غلظت مشتق DNPB- پروپیونالدئید در $0/244$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی پروپیونالدئید بر وزن مولکولی مشتق DNPB- پروپیونالدئید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا ۲۰) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم پروپیونالدئید).
- ۱۴۳- میزان بازیافت (R) پروپیونالدئید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای پروپیونالدئید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر پروپیونالدئید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش پروپیونالدئید با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت پروپیونالدئید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت پروپیونالدئید بازیافت شده را بر غلظت پروپیونالدئید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg پروپیونالدئید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۴۴- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

۱۳۱- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-پروپیونالدید
 - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
 - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۵۴٪) / آب (۴۶٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۱۳۲- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.
- ۱۳۳- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
- ۱۳۴- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.
- نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۱۳۵- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۸۳ میکروگرم پروپیونالدید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گرها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدئید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر پروپیونالدید-DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدئیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۹۳- جرم برحسب μg پروپیونالدید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۹۴- با استفاده از فرمول زیر غلظت پروپیونالدئید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

پنتانال	pentanal
فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_3-\text{CHO}$	CAS: 110-62-3
وزن مولکولی: ۸۶/۱۳	RTECS: YV3600000
اسامی مترادف: n-پنتانال؛ والرالدهید؛ والرال؛ آمیل آلدهید؛ والریک آلدهید؛ والریک اسید آلدهید؛ بوتیل فرمال	
ویژگی ها: نقطه ذوب 10.2°C ؛ دانسیته 0.8095 g/mL در 20°C	
حدمجاز: OSHA: 50 ppm NIOSH: 50 ppm ACGIH: 50 ppm	
احتیاطات ویژه:	
<p>پنتانال محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی پنتانال موجود نیست. پنتانال با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زا ناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^\circ\text{C}$). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با پنتانال از هود استفاده کنید. معرف DNPH و پنتانال حساسیت زا هستند. همچنین DNPH سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^\circ\text{C}$).</p>	
مواد و محلولهای لازم:	
<p>۳۳۱- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-پنتانال با خلوص $\geq 99\%$؛ (تامین آن از کمپانی Supelco یا Aldrich Chemical)</p>	
<p>۳۳۲- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p>	
<p>۳۳۳- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-پنتانال را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای 5°C به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p>	
<p>۳۳۴- پنتانال، با خلوص 99%</p>	
<p>۳۳۵- آب مقطر دیونیزه</p>	
<p>۳۳۶- محلول استوک پنتانال $2/4\text{ mg/mL}$؛ $154\text{ }\mu\text{L}$ پنتانال 97% را با استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۳۲- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014 یا Sep Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۳۳۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۳۳۴- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۳۳۵- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا

۳۳۶- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۳۳۷- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۳۳۸- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۳۳۹- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۲۱۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۲۲۰- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

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

نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل

آلومنیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۲۲۲- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۲۲۳- درپوش انتهای نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۲۲۴- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۳۲- مشتق پنتانال را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۳۳- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۴۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $1/3$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم پنتانال را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPH-پنتانال را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت پنتانال را از طریق ضرب کردن غلظت مشتق DNPH-پنتانال در $0/324$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی پنتانال بر وزن مولکولی مشتق DNPH-پنتانال) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا ۲۰) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم پنتانال).
- ۱۴۶- میزان بازیافت (R) پنتانال از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای پنتانال ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر پنتانال را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود شود واکنش پنتانال با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت پنتانال ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت پنتانال بازیافت شده را بر غلظت پنتانال تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg پنتانال بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۴۷- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۳۶- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-پنتانال
- جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
- آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)

- فاز متحرک: استونیتریل (۰.۶۶٪) / آب (۰.۳۴٪)

- ستون: فولاد ضدزنگ

۱۳۷- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.

۱۳۸- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.

۱۳۹- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.

نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۴۰- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۵۰ میکروگرم پنتانال است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گر ها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفتیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر پنتانال- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدئیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۹۵- جرم برحسب μg پنتانال موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۹۶- با استفاده از فرمول زیر غلظت پنتانال (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{ mg/m}^3$$

فرمالدهید	formaldehyde
فرمول شیمیایی: $H_2C=O$	CAS: 50-00-0
وزن مولکولی: ۳۰/۰۳	RTECS: LP8925000
<p>اسامی مترادف: متانال؛ فرمالین؛ متیلن اکساید</p> <p>ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $19/5^{\circ}C$؛ فشار بخار $1/067$ (هوا=۱)؛ گستره انفجار ۷ تا ۷۳ درصد حجمی در هوا</p>	
<p>حدمجاز OSHA: 0.75 ppm; 2 ppm STEL</p> <p>NIOSH: 0.016 ppm; 0.1 ppm C; carcinogen</p> <p>ACGIH: 0.3 ppm C; suspected human carcinogen</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>فرمالدهید سرطانزای شغلی است.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۳۳۷- تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۳۳۸-۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین؛ چندین بار از ایزواکتان کریستالیزه شده تا اینکه ۱ پیک اصلی (بالای ۹۵٪) در آنالیز GC بدهد. در دسیکاتور نگهداری شود.</p> <p>۳۳۹- محلول فرمالین ۳۷٪</p> <p>۳۴۰- محلول استوک فرمالدهید، ۱ mg/mL</p> <p>۳۴۱- اسید سولفوریک ۰/۰۲ نرمال</p> <p>۳۴۲- هیدروکسید سدیم ۰/۰۱ نرمال</p> <p>۳۴۳- سولفیت سدیم (Na_2SO_3) ۱/۱۳ مولار؛ قبل از استفاده سریعاً آماده شود</p> <p>۳۴۴- اب مقطر دیونیزه</p> <p>۳۴۵- هیدروژن، خالص</p> <p>۳۴۶- هلیوم، خالص</p> <p>۳۴۷- هوا، تصفیه شده</p>	

۳۴۸- سولفات منیزیم

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۴۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۱۰ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش XAD-2 آغشته شده به ۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین (قسمت جلویی: ۱۲۰ mg، قسمت عقبی: ۶۰ mg) که توسط یک لایه پشم شیشه از هم جدا شده و ثابت نگه داشته شده است.. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۰/۱ L/min نباید از ۷۶۰ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (Supelco ORBO-23; SKC 226-118 یا انواع مشابه).

۳۴۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۱ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۳۴۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۳۴۳- حمام اولتراسونیک

۳۴۴- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۳۴۵- بالن ژوژه ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۳۴۶- سرنگ های ۱۰ میلی لیتری (با درجه بندی ۰/۱ میلی لیتری)، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۳۴۷- پیپت ۱ و ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۳۴۸- سوهان

۳۴۹- بشر ۵۰ میلی لیتری

۳۵۰- PH سنج

۳۵۱- همزن مغناطیسی

۳۵۲- بورت ۵۰ میلی لیتری

۳۵۳- بالن ته گرد ۱۰۰ میلی لیتری

۳۵۴- دستگاه استخراج سوکسله

۳۵۵- کوره خلا

۳۵۶- دستگاه تقطیر

نمونه برداری:

- ۲۲۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۲۲۶- 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.
- ۲۲۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.1 - 0.01$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۳۶ لیتر انجام دهید.
- نکته: در طول زمان نمونه برداری فرمالدهید در بستر جاذب با ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین واکنش می دهد. دبی پایین برای تسهیل در واکنش در نظر گرفته شده است. اگر از دبی بیشتر از 0.1 L/min استفاده کنید امکان نشت و از دست رفتن نمونه وجود دارد.
- ۲۲۸- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۱۳۴- توسط سوهان بر روی نمونه بردار در جلوی قسمت اول جاذب علامت بگذارید.
- ۱۳۵- نمونه بردار را از قسمت علامت گذاری شده بشکنید، محتوی بخش جلویی لوله جاذب و لایه پشم شیشه جلویی را در ویال قرار دهید.
- ۱۳۶- محتوی بخش عقبی لوله جاذب و باقیمانده پشم شیشه را در ویال دیگری قرار دهید.
- ۱۳۷- 1 mL تولوئن به هر کدام از ویال ها افزوده و درپوش آن را محکم ببندید.
- نکته: می توانید یک استاندارد داخلی مناسب مانند دی متیل فرماید ($1 \mu\text{L/mL}$) را نیز اضافه کنید.
- ۱۳۸- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۴۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۳ تا ۲۰۰ میکروگرم فرمالدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- 120 میلی گرم جاذب آغشته شده به ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین را به یک ویال

- ۴ میلی لیتری دارای درپوش غشایی خودبند انتقال دهید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد فرمالدهید را در ۶ غلظت مختلف به ویال‌ها افزوده و به مدت ۱ شب آن را در دمای اتاق رها کنید. برای رسیدن به گستره غلظت مورد نظر، محلول استاندارد کالیبراسیون را چندین مرحله رقیق کرده و به جاذب انتقال دهید.
 - محلول فوق را واجذب کرده (مراحل ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم فرمالدهید).
- ۱۴۹- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۴۱- 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): مشتق اگزازولیدین - فرمالدهید
 - جداساز: ۱ mL تولوئن
 - حجم تزریق: ۱ میکرولیتر
 - زمان ماند مشتق اگزازولیدین - فرمالدهید: ۶/۴ دقیقه
 - زمان ماند ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین: ۹/۴ دقیقه
 - دمای تزریق: 250°C
 - دمای آشکارساز: 300°C
 - دمای ستون: 70°C (۱ دقیقه)، $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا 240°C (۱۰ دقیقه حفظ شود)
 - گاز حامل: هلیوم (۱-۲ mL/min)
 - ستون: موئین، DB-Wax یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر مقدار آگزازولیدین بیشتر از حد ظرفیت ستون بود، با تولوئن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
۱۴۲- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: میست های اسیدی می توانند جاذب را غیر فعال کرده که منجر می شود به کاهش کارایی جاذب در جمع آوری فرمالدهید.

محاسبات:

۹۷- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) مشتق آگزازولیدین - فرمالدهید موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه بردار اصلی را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

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

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

$$C = \frac{W_f + W_b}{V}, \text{ mg/m}^3$$

formalin	فرمالین
50-00-0 :CAS	فرمول شیمیایی: $H_2C=O$
LP8925000 : RTECS	وزن مولکولی: ۳۰/۰۳
	اسامی مترادف: متانال؛ فرمالدهید؛ متیلن اکساید
	ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $19/5^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $1/067$ (هوا=۱)؛ گستره انفجار ۷ تا ۷۳ درصد حجمی در هوا
	حدمجاز: OSHA: 0.75 ppm; 2 ppm STEL NIOSH: 0.016 ppm; 0.1 ppm C; carcinogen ACGIH: 0.3 ppm C; suspected human carcinogen
	احتیاطات ویژه: فرمالین سرطانزای شغلی است.
	مواد و محلولهای لازم: ۳۴۹- تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی ۳۵۰-۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین؛ چندین بار از ایزواکتان کریستالیزه شده تا اینکه ۱ پیک اصلی (بالای ۹۵٪) در آنالیز GC بدهد. در دسیکاتور نگهداری شود. ۳۵۱- محلول فرمالین ۳۷٪ ۳۵۲- محلول استوک فرمالین، ۱ mg/mL ۳۵۳- اسید سولفوریک ۰/۰۲ نرمال ۳۵۴- هیدروکسید سدیم ۰/۰۱ نرمال ۳۵۵- سولفیت سدیم (Na_2SO_3) ۱/۱۳ مولار؛ قبل از استفاده سریعاً آماده شود ۳۵۶- اب مقطر دیونیزه ۳۵۷- هیدروژن، خالص ۳۵۸- هلیوم، خالص ۳۵۹- هوا، تصفیه شده

۳۶۰- سولفات منیزیم

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۵۷- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۱۰ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش XAD-2 آغشته شده به ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین (قسمت جلویی: ۱۲۰ mg، قسمت عقبی: ۶۰ mg) که توسط یک لایه پشم شیشه از هم جدا شده و ثابت نگه داشته شده است.. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۰/۱ L/min نباید از ۷۶۰ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (Supelco ORBO-23; SKC 226-118 یا انواع مشابه).

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

انعطاف

۳۵۹- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۳۶۰- حمام اولتراسونیک

۳۶۱- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۳۶۲- بالن ژوژه ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۳۶۳- سرنگ های ۱۰ میلی لیتری (با درجه بندی ۰/۱ میلی لیتری)، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۳۶۴- پیپت ۱ و ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۳۶۵- سوهان

۳۶۶- بشر ۵۰ میلی لیتری

۳۶۷- PH سنج

۳۶۸- همزن مغناطیسی

۳۶۹- بورت ۵۰ میلی لیتری

۳۷۰- بالن ته گرد ۱۰۰ میلی لیتری

۳۷۱- دستگاه استخراج سوکسله

۳۷۲- کوره خلا

۳۷۳- دستگاه تقطیر

نمونه برداری:

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

۲۳۰- 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.

۲۳۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.1 - 0.01$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۳۶ لیتر انجام دهید.

نکته: در طول زمان نمونه برداری فرمالین در بستر جاذب با ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین واکنش می دهد. دبی پایین برای تسهیل در واکنش در نظر گرفته شده است. اگر از دبی بیشتر از 0.1 L/min استفاده کنید امکان نشت و از دست رفتن نمونه وجود دارد.

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

آماده سازی:

۱۳۹- توسط سوهان بر روی نمونه بردار در جلوی قسمت اول جاذب علامت بگذارید.

۱۴۰- نمونه بردار را از قسمت علامت گذاری شده بشکنید، محتوی بخش جلویی لوله جاذب و لایه پشم شیشه جلویی را در ویال قرار دهید.

۱۴۱- محتوی بخش عقبی لوله جاذب و باقیمانده پشم شیشه را در ویال دیگری قرار دهید.

۱۴۲- 1 mL تولوئن به هر کدام از ویال ها افزوده و درپوش آن را محکم ببندید.

نکته: می توانید یک استاندارد داخلی مناسب مانند دی متیل فرمامید ($1 \mu\text{L/mL}$) را نیز اضافه کنید.

۱۴۳- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۵۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۳ تا ۲۰۰ میکروگرم فرمالین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- ۱۲۰ میلی گرم جاذب آغشته شده به ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین را به یک ویال ۴ میلی لیتری دارای درپوش غشایی خودبند انتقال دهید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد فرمالین را در ۶ غلظت مختلف به ویال ها افزوده و به مدت ۱ شب آن را در دمای اتاق رها کنید. برای رسیدن به گستره غلظت مورد نظر، محلول استاندارد کالیبراسیون را چندین مرحله رقیق کرده و به جاذب انتقال دهید.
- محلول فوق را واجذب کرده (مراحل ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم فرمالین).
- ۱۵۱- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۴۳- 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): مشتق اگزازولیدین - فرمالین
- جداساز: ۱ mL تولوئن
- حجم تزریق: ۱ میکرولیتر
- زمان ماند مشتق اگزازولیدین - فرمالین: ۶/۴ دقیقه
- زمان ماند ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین: ۹/۴ دقیقه
- دمای تزریق: ۲۵۰ °C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۷۰ °C (۱ دقیقه)، ۱۵ °C/min تا ۲۴۰ °C (۱۰ دقیقه حفظ شود)
- گاز حامل: هلیوم (۱-۲ mL/min)
- ستون: موئین، DB-Wax یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر مقدار اگزازولیدین بیشتر از حد ظرفیت ستون بود، با تولوئن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۱۴۴- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: میست های اسیدی می توانند جاذب را غیر فعال کرده که منجر می شود به کاهش کارایی جاذب در جمع آوری فرمالین.

محاسبات:

۹۹- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) مشتق اگزازولیدین - فرمالین موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه بردار اصلی را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

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

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

$$C = \frac{W_f + W_b}{V}, \text{mg/m}^3$$

2-furancarboxaldehyde	۲-فوران کربوکسالدهید
98-01-1 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_5H_4O_2$
LT7000000 : RTECS	وزن مولکولی: ۹۶/۰۹
اسامی مترادف: ۲-فورآلدهید؛ فورفورال	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $162^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $-36^{\circ}C$ ؛ فشار بخار 2 mmHg (kPa) $0/26$ در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1/16\text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$ ؛ گستره انفجار $2/1$ تا $19/3$ درصد حجمی در هوا	
OSHA: 5 ppm (skin)	حدهجاز: NIOSH: -
ACGIH: 2 ppm (skin)	
احتیاطات ویژه:	
"۲-فوران کربوکسالدهید" می تواند موجب تحریک غشای مخاطی شده و بر سیستم عصبی مرکزی اثرگذار است. فقط در زیر هود با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۳۶۱- تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی	
۳۶۲-۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین؛ چندین بار از اکتان کریستالیزه شده تا اینکه به یک پیک اصلی ($<95\%$) در آنالیز توسط GC دست پیدا کنیم؛ در دسیکاتور نگهداری شود.	
۳۶۳- آمبرلیت XAD-2 (Rohm and Haas)؛ به مدت ۴ ساعت توسط استون/متیلن کلراید (۵۰/۵۰ حجمی) استخراج کرده و اجازه دهید به مدت ۱ شب خشک شود.	
۳۶۴- "۲-فوران کربوکسالدهید"؛ برای حذف ناخالصی ها تقطیر شود (در حضور N_2)؛ در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری شود.	
۳۶۵- محلول استوک کالیبراسیون، $100\text{ }\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ؛ ۱ گرم "۲-فوران کربوکسالدهید" را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.	
۳۶۶- محلول استوک ۲-فوران کربوکسالدهید اگزازولیدین، $2/5\text{ mg/mL}$ ؛ ۲۵ گرم "۲-فوران کربوکسالدهید" اگزازولیدین را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.	

۳۶۷- آب؛ دیونیزه و مقطر

۳۶۸- هلیوم، خالص

۳۶۹- هیدروژن، خالص

۳۷۰- هوا، تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۷۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۱۰ cm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین پوشیده شده با XAD-2 [قسمت جلویی (جاذب): ۱۲۰ mg، قسمت عقبی (پشتیبان): ۶۰ mg]. بخش جاذب توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده و از قسمت پشتیبان جدا شده است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۰/۱ L/min نباید از ۷۵۶ Pa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (Supelco ORBO 23 یا انواع مشابه).

۳۷۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۰۵ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۳۷۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای - یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۳۷۷- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلاستیک و درپوش غشایی خودبند

۳۷۸- حمام اولتراسونیک

۳۷۹- بالن ژوژه ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۳۸۰- پیپت ۱ و ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۳۸۱- پیپت مصرفی، ۲ میلی لیتری

۳۸۲- سرنگ های ۱۰ (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری)، ۲۵ و ۵۰ میکرولیتری

۳۸۳- سوهان

۳۸۴- بشر ۵۰ میلی لیتری

۳۸۵- همزن مغناطیسی

۳۸۶- بالن ۱۰۰ میلی لیتری

۳۸۷- سیستم استخراج سوکسله

۳۸۸- کوره خلا

۳۸۹- دستگاه تقطیر

نمونه برداری:

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

۲۳۴- 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.

۲۳۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین 0.05 L/min - 0.1 برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۲ لیتر انجام دهید.

نکته: در حین نمونه برداری، "۲-فوران کربوکسالدید" برای تشکیل یک ترکیب اشتقاقی با ۲-(هیدروکسی متیل)پیریدین واکنش می دهد. دبی نمونه برداری به علت سرعت این واکنش محدود شده است. اگر از دبی بالاتر از 0.05 L/min استفاده کنید ممکن است نمونه نشت کند.

آماده سازی:

۱۴۴- محتوی بخش عقبی لوله (پشتیان) را به همراه لایه پشم شیشه در ویال قرار دهید.

۱۴۵- محتوی بخش جلویی لوله (جاذب) را به همراه لایه پشم شیشه باقیمانده در ویال دیگری قرار دهید.

۱۴۶- 2 mL تولوئن را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.

۱۴۷- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۵۲- محلول استاندارد اگزازولیدین را آماده کنید.

- مقدار مشخصی از ۲-فوران کربوکسالدید اگزازولیدین را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.

- برای تعیی کیفی بیک ماده اشتقاقی، محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- ۱۵۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱۶ تا ۶۴۰ میکروگرم "۲-فوران کربوکسالدید" را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- بخش های ۱۲۰ میلی گرمی جاذب استفاده نشده را وزن کرده و به ویالهای جداگانه ای انتقال دهید.
 - مقدار مشخصی از محلول استاندارد "۲-فوران کربوکسالدید" را به ویال ها اضافه کرده و آن را به مدت یک شب در دمای اتاق رها کنید.
 - محلول فوق را واجذب کرده (مراحل ۳- ۱ آماده سازی) و به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم "۲-فوران کربوکسالدید").
- ۱۵۴- سه spike شاهد را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۴۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق اگزازولیدین "۲-فوران کربوکسالدید"
 - جداساز: ۲ mL تولوئن
 - حجم تزریق: ۱ μ L
 - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
 - دمای آشکارساز: ۲۸۰ °C
 - دمای ستون: ۷۰ °C (۱ دقیقه)، ۲۰ °C در دقیقه افزوده شود، ۲ دقیقه در ۲۹۰ °C حفظ شود
 - گاز حامل: هلیوم (۳۰ cm/sec)
 - زمان ماند برای مشتق اگزازولیدین "۲-فوران کربوکسالدید": ۵ و ۵/۳ دقیقه
 - ستون: DB-5

نکته ۱: اگر مقدار آگزازولیدین بیشتر از ظرفیت ستون بود، با تولوئن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۴۶- مجموع ۲ مساحت پیک آنالیت را محاسبه کنید.

نکته: در ستون گاز کروماتوگرافی DB-5، مشتق آگزازولیدین "۲-فوران کربوکسالدئید" ۲ پیک می دهد.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۱۰۱- جرم بر حسب μg "۲-فوران کربوکسالدئید" موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

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

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

$$C = \frac{W_f + W_b}{V}, \text{mg/m}^3$$

2-furaldehyde	۲- فورآلدهید
<p>CAS: 98-01-1 RTECS: LT7000000</p> <p>سامی مترادف: فورفورال؛ ۲-فوران کربوکسالدهید</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۱۶۲؛ نقطه ذوب °C ۳۶-؛ فشار بخار ۲ mmHg (۰/۲۶ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته ۱/۱۶ g/mL در °C ۲۰؛ گستره انفجار ۲/۱ تا ۱۹/۳ درصد حجمی در هوا</p>	<p>فرمول شیمیایی: C₅H₄O₂ وزن مولکولی: ۹۶/۰۹</p>
<p>OSHA: 5 ppm (skin)</p>	<p>حدمجاز: NIOSH: - ACGIH: 2 ppm (skin)</p>
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>۲-فورآلدهید می تواند موجب تحریک غشای مخاطی شده و بر سیستم عصبی مرکزی اثرگذار است. فقط در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۳۷۱- تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۳۷۲- ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین؛ چندین بار از اکتان کریستالیزه شده تا اینکه به یک بیک اصلی (<۹۵٪) در آنالیز توسط GC دست پیدا کنیم؛ در دسیکاتور نگهداری شود.</p> <p>۳۷۳- آمبرلیت XAD-2 (Rohm and Haas)؛ به مدت ۴ ساعت توسط استون/متیلن کلراید (۵۰/۵۰ حجمی) استخراج کرده و اجازه دهید به مدت ۱ شب خشک شود.</p> <p>۳۷۴- ۲-فورآلدهید؛ برای حذف ناخالصی ها تقطیر شود (در حضور N₂)؛ در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری شود.</p> <p>۳۷۵- محلول استوک کالیبراسیون، ۱۰۰ μg/μL؛ ۱ گرم ۲-فورآلدهید را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.</p> <p>۳۷۶- محلول استوک ۲-فورآلدهید اگزازولیدین، ۲/۵ mg/mL؛ ۲۵ گرم ۲-فورآلدهید اگزازولیدین را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.</p> <p>۳۷۷- آب؛ دیونیزه و مقطر</p>	

۳۷۸- هلیوم، خالص

۳۷۹- هیدروژن، خالص

۳۸۰- هوا، تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۹۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۱۰ cm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین پوشیده شده با XAD-2 [قسمت جلویی (جاذب): ۱۲۰ mg، قسمت عقبی (پشتیبان): ۶۰ mg]. بخش جاذب توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده و از قسمت پشتیبان جدا شده است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۰/۱ L/min نباید از ۷۵۶ Pa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (Supelco ORBO 23 یا انواع مشابه).

۳۹۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۰۵ - ۰/۰۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۳۹۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای - یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۳۹۳- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلاستیک و درپوش غشایی خودبند

۳۹۴- حمام اولتراسونیک

۳۹۵- بالن ژوژه ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۳۹۶- پیپت ۱ و ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۳۹۷- پیپت مصرفی، ۲ میلی لیتری

۳۹۸- سرنگ های ۱۰ (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری)، ۲۵ و ۵۰ میکرولیتری

۳۹۹- سوهان

۴۰۰- بشر ۵۰ میلی لیتری

۴۰۱- همزن مغناطیسی

۴۰۲- بالن ۱۰۰ میلی لیتری

۴۰۳- سیستم استخراج سوکسله

۴۰۴- کوره خلا

۴۰۵- دستگاه تقطیر

نمونه برداری:

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

۲۳۷- 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.

۲۳۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.05 - 0.1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۲ لیتر انجام دهید.

نکته: در حین نمونه برداری، ۲- فورآلدهید برای تشکیل یک ترکیب اشتقاقی با ۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین واکنش می دهد. دبی نمونه برداری به علت سرعت این واکنش محدود شده است. اگر از دبی بالاتر از 0.05 L/min استفاده کنید ممکن است نمونه نشت کند.

آماده سازی:

۱۴۸- محتوی بخش عقبی لوله (پشتیبان) را به همراه لایه پشم شیشه در ویال قرار دهید.

۱۴۹- محتوی بخش جلویی لوله (جاذب) را به همراه لایه پشم شیشه باقیمانده در ویال دیگری قرار دهید.

۱۵۰- ۲ mL تولوئن را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.

۱۵۱- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۵۵- محلول استاندارد اگزازولیدین را آماده کنید.

- مقدار مشخصی از ۲- فورآلدهید اگزازولیدین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.

- برای تعیی کیفی پیک ماده اشتقاقی، محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

۱۵۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱۶ تا ۶۴۰ میکروگرم ۲- فورآلدهید

- را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- بخش های ۱۲۰ میلی گرمی جاذب استفاده نشده را وزن کرده و به ویالهای جداگانه ای انتقال دهید.
 - مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۲-فورآلدئید را به ویال ها اضافه کرده و آن را به مدت یک شب در دمای اتاق رها کنید.
 - محلول فوق را واجذب کرده (مراحل ۳- ۱- آماده سازی) و به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم ۲-فورآلدئید).
- ۱۵۷- سه spike شاهد را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۴۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق اگزازولیدین ۲-فورآلدئید
 - جداساز: ۲ mL تولوئن
 - حجم تزریق: ۱ μ L
 - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
 - دمای آشکارساز: ۲۸۰ °C
 - دمای ستون: ۷۰ °C (۱ دقیقه)، ۲۰ °C در دقیقه افزوده شود، ۲ دقیقه در ۲۹۰ °C حفظ شود
 - گاز حامل: هلیوم (۳۰ cm/sec)
 - زمان ماند برای مشتق اگزازولیدین ۲-فورآلدئید: ۵ و ۵/۳ دقیقه
 - ستون: DB-5
- نکته ۱: اگر مقدار اگزازولیدین بیشتر از ظرفیت ستون بود، با تولوئن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۴۸-مجموع ۲ مساحت پیک آنالیت را محاسبه کنید.

نکته: در ستون گاز کروماتوگرافی 5-DB، مشتق اکزازولیدین ۲-فورآلدهید ۲ پیک می دهد.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۱۰۳- جرم بر حسب μg ۲-فورآلدهید موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

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

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

$$C = \frac{W_f + W_b}{V}, \text{ mg/m}^3$$

فورفورال	furfural
<p>فرمول شیمیایی: $C_5H_4O_2$</p> <p>وزن مولکولی: ۹۶/۰۹</p> <p>اسامی مترادف: ۲-فورآلدهید؛ ۲-فوران کربوکسالدهید</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $162^{\circ}C$؛ نقطه ذوب $-36^{\circ}C$؛ فشار بخار 2 mmHg (kPa) (۰/۲۶) در $20^{\circ}C$؛ دانسیته $1/16 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$؛ گستره انفجار ۲/۱ تا ۱۹/۳ درصد حجمی در هوا</p>	<p>CAS: 98-01-1</p> <p>RTECS: LT7000000</p>
<p>OSHA: 5 ppm (skin)</p>	<p>NIOSH: -</p> <p>ACGIH: 2 ppm (skin)</p>
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>فورفورال می تواند موجب تحریک غشای مخاطی شده و بر سیستم عصبی مرکزی اثرگذار است. فقط در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۳۸۱- تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۳۸۲- ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین؛ چندین بار از اکتان کریستالیزه شده تا اینکه به یک پیک اصلی ($<95\%$) در آنالیز توسط GC دست پیدا کنیم؛ در دسیکاتور نگهداری شود.</p> <p>۳۸۳- آمبرلیت ۲-XAD (Rohm and Haas)؛ به مدت ۴ ساعت توسط استون/متیلن کلراید (۵۰/۵۰ حجمی) استخراج کرده و اجازه دهید به مدت ۱ شب خشک شود.</p> <p>۳۸۴- فورفورال؛ برای حذف ناخالصی ها تقطیر شود (در حضور N_2)؛ در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری شود.</p> <p>۳۸۵- محلول استوک کالیبراسیون، $100 \mu\text{g}/\mu\text{L}$؛ ۱ گرم فورفورال را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.</p> <p>۳۸۶- محلول استوک فورفورال اگزازولیدین، $2/5 \text{ mg/mL}$؛ ۲۵ گرم فورفورال اگزازولیدین را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.</p>	

۳۸۷- آب؛ دیونیزه و مقطر

۳۸۸- هلیوم، خالص

۳۸۹- هیدروژن، خالص

۳۹۰- هوا، تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۴۰۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۱۰ cm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین پوشیده شده با XAD-2 [قسمت جلویی (جاذب): ۱۲۰ mg، قسمت عقبی (پشتیبان): ۶۰ mg]. بخش جاذب توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده و از قسمت پشتیبان جدا شده است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۰/۱ L/min نباید از ۷۵۶ Pa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (Supelco ORBO 23 یا انواع مشابه).

۴۰۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۰۵ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۴۰۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای - یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
۴۰۹- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلاستیک و درپوش غشایی خودبند

۴۱۰- حمام اولتراسونیک

۴۱۱- بالن ژوژه ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۴۱۲- پیپت ۱ و ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۴۱۳- پیپت مصرفی، ۲ میلی لیتری

۴۱۴- سرنگ های ۱۰ (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری)، ۲۵ و ۵۰ میکرولیتری

۴۱۵- سوهان

۴۱۶- بشر ۵۰ میلی لیتری

۴۱۷- همزن مغناطیسی

۴۱۸- بالن ۱۰۰ میلی لیتری

۴۱۹- سیستم استخراج سوکسله

۴۲۰- کوره خلا

۴۲۱- دستگاه تقطیر

نمونه برداری:

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

۲۴۰- 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.

۲۴۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.05 - 0.1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۲ لیتر انجام دهید.

نکته: در حین نمونه برداری، فورفورال برای تشکیل یک ترکیب اشتقاقی با ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین واکنش می دهد. دبی نمونه برداری به علت سرعت این واکنش محدود شده است. اگر از دبی بالاتر از 0.05 L/min استفاده کنید ممکن است نمونه نشت کند.

آماده سازی:

۱۵۲- محتوی بخش عقبی لوله (پشتیبان) را به همراه لایه پشم شیشه در ویال قرار دهید.

۱۵۳- محتوی بخش جلویی لوله (جاذب) را به همراه لایه پشم شیشه باقیمانده در ویال دیگری قرار دهید.

۱۵۴- 2 mL تولوئن را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.

۱۵۵- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۵۸- محلول استاندارد آگزازولیدین را آماده کنید.

- مقدار مشخصی از فورفورال آگزازولیدین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.

- برای تعیی کیفی پیک ماده اشتقاقی، محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- ۱۵۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱۶ تا ۶۴۰ میکروگرم فورفورال را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- بخش های ۱۲۰ میلی گرمی جاذب استفاده نشده را وزن کرده و به ویالهای جداگانه ای انتقال دهید.
 - مقدار مشخصی از محلول استاندارد فورفورال را به ویال ها اضافه کرده و آن را به مدت یک شب در دمای اتاق رها کنید.
 - محلول فوق را واجذب کرده (مراحل ۳- ۱ آماده سازی) و به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم فورفورال).
- ۱۶۰- سه spike شاهد را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۴۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق اگزازولیدین فورفورال
 - جداساز: ۲ mL تولوئن
 - حجم تزریق: ۱ μ L
 - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
 - دمای آشکارساز: ۲۸۰ °C
 - دمای ستون: ۷۰ °C (۱ دقیقه)، ۲۰ °C در دقیقه افزوده شود، ۲ دقیقه در ۲۹۰ °C حفظ شود
 - گاز حامل: هلیوم (۳۰ cm/sec)
 - زمان ماند برای مشتق اگزازولیدین فورفورال: ۵ و ۵/۳ دقیقه
 - ستون: DB-5
- نکته ۱: اگر مقدار اگزازولیدین بیشتر از ظرفیت ستون بود، با تولوئن رقیق کرده و مجدداً

آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۵۰- مجموع ۲ مساحت پیک آنالیت را محاسبه کنید.

نکته: در ستون گاز کروماتوگرافی DB-5، مشتق اگزازولیدین فورفورال ۲ پیک می دهد.

مداخله گرها: -

محاسبات:

۱۰۵- جرم بر حسب μg فورفورال موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

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

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

$$C = \frac{W_f + W_b}{V}, \text{ mg/m}^3$$

متانال	methanal
فرمول شیمیایی: $H_2C=O$	CAS: 50-00-0
وزن مولکولی: ۳۰/۰۳	RTECS: LP8925000
اسامی مترادف: فرمالدهید؛ فرمالین؛ متیلن اکساید	
ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $19/5^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $1/067$ (هوا=۱)؛ گستره انفجار ۷ تا ۷۳ درصد حجمی در هوا	
حدمجاز:	OSHA: 0.75 ppm; 2 ppm STEL NIOSH: 0.016 ppm; 0.1 ppm C; carcinogen ACGIH: 0.3 ppm C; suspected human carcinogen
احتیاطات ویژه:	متانال سرطانزای شغلی است.
مواد و محلولهای لازم:	
۳۹۱- تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی	
۳۹۲-۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین؛ چندین بار از ایزواکتان کریستالیزه شده تا اینکه ۱ پیک اصلی (بالای ۹۵٪) در آنالیز GC بدهد. در دسیکاتور نگهداری شود.	
۳۹۳- محلول فرمالین ۳۷٪	
۳۹۴- محلول استوک متانال، ۱ mg/mL	
۳۹۵- اسید سولفوریک ۰/۰۲ نرمال	
۳۹۶- هیدروکسید سدیم ۰/۰۱ نرمال	
۳۹۷- سولفیت سدیم (Na_2SO_3) $1/13$ مولار؛ قبل از استفاده سریعاً آماده شود	
۳۹۸- اب مقطر دیونیزه	
۳۹۹- هیدروژن، خالص	
۴۰۰- هلیوم، خالص	

۴۰۱- هوا، تصفیه شده

۴۰۲- سولفات منیزیم

وسایل و تجهیزات لازم:

۴۲۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۱۰ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش XAD-2 آغشته شده به ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین (قسمت جلویی: ۱۲۰ mg، قسمت عقبی: ۶۰ mg) که توسط یک لایه پشم شیشه از هم جدا شده و ثابت نگه داشته شده است.. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۰/۱ L/min نباید از ۷۶۰ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (Supelco ORBO-23; SKC 226-118 یا انواع مشابه).

۴۲۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۱ - ۰/۰۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۴۲۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۴۲۵- حمام اولتراسونیک

۴۲۶- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۴۲۷- بالن ژوزه ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۴۲۸- سرنگ های ۱۰ میلی لیتری (با درجه بندی ۰/۱ میلی لیتری)، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۴۲۹- پیپت ۱ و ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۴۳۰- سوهان

۴۳۱- بشر ۵۰ میلی لیتری

۴۳۲- PH سنج

۴۳۳- همزن مغناطیسی

۴۳۴- بورت ۵۰ میلی لیتری

۴۳۵- بالن ته گرد ۱۰۰ میلی لیتری

۴۳۶- دستگاه استخراج سوکسله

۴۳۷- کوره خلا

۴۳۸- دستگاه تقطیر

نمونه برداری:

- ۲۴۲- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۲۴۳- 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.
- ۲۴۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.1 - 0.01$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۳۶ لیتر انجام دهید.
- نکته: در طول زمان نمونه برداری متانال در بستر جاذب با ۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین واکنش می دهد. دبی پایین برای تسهیل در واکنش در نظر گرفته شده است. اگر از دبی بیشتر از 0.1 L/min استفاده کنید امکان نشت و از دست رفتن نمونه وجود دارد.
- ۲۴۵- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۱۵۶- توسط سوهان بر روی نمونه بردار در جلوی قسمت اول جاذب علامت بگذارید.
- ۱۵۷- نمونه بردار را از قسمت علامت گذاری شده بشکنید، محتوی بخش جلویی لوله جاذب و لایه پشم شیشه جلویی را در ویال قرار دهید.
- ۱۵۸- محتوی بخش عقبی لوله جاذب و باقیمانده پشم شیشه را در ویال دیگری قرار دهید.
- ۱۵۹- 1 mL تولوئن به هر کدام از ویال ها افزوده و درپوش آن را محکم ببندید.
- نکته: می توانید یک استاندارد داخلی مناسب مانند دی متیل فرمامید ($1 \mu\text{L/mL}$) را نیز اضافه کنید.
- ۱۶۰- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۶۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۳ تا ۲۰۰ میکروگرم متانال را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- ۱۲۰ میلی گرم جاذب آغشته شده به ۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین را به یک ویال ۴

- میلی لیتری دارای درپوش غشایی خودبند انتقال دهید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد متانال را در ۶ غلظت مختلف به ویال ها افزوده و به مدت ۱ شب آن را در دمای اتاق رها کنید. برای رسیدن به گستره غلظت مورد نظر، محلول استاندارد کالیبراسیون را چندین مرحله رقیق کرده و به جاذب انتقال دهید.
 - محلول فوق را واجذب کرده (مراحل ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکرو گرم متانال).
- ۱۶۲- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۵۱- 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): مشتق اگزازولیدین - متانال
 - جداساز: ۱ mL تولوئن
 - حجم تزریق: ۱ میکرو لیتر
 - زمان ماند مشتق اگزازولیدین - متانال: ۶/۴ دقیقه
 - زمان ماند ۲- (هیدروکسی متیل) پپیریدین: ۹/۴ دقیقه
 - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
 - دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
 - دمای ستون: ۷۰ °C (۱ دقیقه)، ۱۵ °C/min تا ۲۴۰ °C (۱۰ دقیقه حفظ شود)
 - گاز حامل: هلیوم (۱-۲ mL/min)
 - ستون: موئین، DB-Wax یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر مقدار اگزازولیدین بیشتر از حد ظرفیت ستون بود، با تولوئن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۵۲- مساحت یا ارتفاع بیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: میست های اسیدی می توانند جاذب را غیر فعال کرده که منجر می شود به کاهش کارایی جاذب در جمع آوری متانال.

محاسبات:

۱۰۷- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) مشتق از گازولیدین - متانال موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه بردار اصلی را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

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

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

$$C = \frac{W_f + W_b}{V}, \text{mg/m}^3$$

Methyl acetaldehyde	متیل استالدهید
<p>CAS: 123-38-6</p> <p>RTECS: UE0350000</p> <p>اسامی مترادف: پروپانال؛ پروپیل آلدهید؛ پروپیونالدهید؛ پروپالدهید؛ پروپیلک آلدهید</p> <p>ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۴۹؛ دانسیته g/mL ۰/۸۰۷ در °C ۲۰</p>	<p>فرمول شیمیایی: CH₃-CH₂-CHO</p> <p>وزن مولکولی: ۵۸/۰۹</p>
حدمجاز: -	
<p style="text-align: center;">احتیاطات ویژه:</p> <p>متیل استالدهید محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی متیل استالدهید موجود نیست. متیل استالدهید با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زاناسازگار است (FP= - 17.8 °C). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با متیل استالدهید از هود استفاده کنید. معرف DNP و متیل استالدهید حساسیت زا هستند. همچنین DNP سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد (FP= - 12.8 °C).</p>	
<p style="text-align: center;">مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۴۰۳- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-متیل استالدهید با خلوص ۹۹٪؛ (تامین آن از کمپانی Supelco یا Aldrich Chemical)</p> <p>۴۰۴- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p> <p>۴۰۵- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-متیل استالدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای ۵°C به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p> <p>۴۰۶- متیل استالدهید، با خلوص ۹۹٪</p> <p>۴۰۷- آب مقطر دیونیزه</p> <p>۴۰۸- محلول استوک متیل استالدهید ۲/۴ mg/mL؛ ۱۵۴ µL متیل استالدهید ۹۷٪ را به ۳۵ میلی لیتر استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری اضافه کنید و محلول را به حجم برسانید.</p>	

محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۴۳۹- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014 یا Sep-Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).
- ۴۴۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۴۴۱- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۴۴۲- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا
- ۴۴۳- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری
- ۴۴۴- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری
- ۴۴۵- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA
- ۴۴۶- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

- ۲۴۶- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.
- ۲۴۷- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.
- ۲۴۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.
- در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بیوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل

آلومنیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۲۴۹- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۲۵۰- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۲۵۱- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}C - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۶۱- مشتق متیل استالدهید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۶۲- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۶۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $0/89$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم متیل استالدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPH-متیل استالدهید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت متیل استالدهید را از طریق ضرب کردن غلظت مشتق DNPH-متیل استالدهید در $0/244$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی متیل استالدهید بر وزن مولکولی مشتق DNPH-متیل استالدهید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا ۲۰) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای $5^{\circ}C$ نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم متیل استالدهید).
- ۱۶۴- میزان بازیافت (R) متیل استالدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای متیل استالدهید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر متیل استالدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش متیل استالدهید با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
- ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت متیل استالدهید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت متیل استالدهید بازیافت شده را بر غلظت متیل استالدهید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg متیل استالدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۶۵- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۵۳- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-متیل استالدهید
 - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
 - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۵۴٪) / آب (۴۶٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۱۵۴- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.
- ۱۵۵- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
- ۱۵۶- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.
- نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۱۵۷- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۱۸۳ میکروگرم متیل استالدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گرها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر متیل استالدهید- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدئیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۱۰۹- جرم بر حسب μg متیل استالدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۱۱۰- با استفاده از فرمول زیر غلظت متیل استالدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

methylene oxide	متیلن اکساید
<p>CAS: 50-00-0</p> <p>RTECS: LP8925000</p>	<p>فرمول شیمیایی: $H_2C=O$</p> <p>وزن مولکولی: ۳۰/۰۳</p> <p>اسامی مترادف: متانال؛ فرمالین؛ فرمالدهید</p> <p>ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $19/5^{\circ}C$؛ فشار بخار $1/067$ (هوا=۱)؛ گستره انفجار ۷ تا ۷۳ درصد حجمی در هوا</p>
<p>حدمجاز: OSHA: 0.75 ppm; 2 ppm STEL</p> <p>NIOSH: 0.016 ppm; 0.1 ppm C; carcinogen</p> <p>ACGIH: 0.3 ppm C; suspected human carcinogen</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>متیلن اکساید سرطانزای شغلی است.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۴۰۹- تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۴۱۰-۲ (هیدروکسی متیل) پیپریدین؛ چندین بار از ایزواکتان کریستالیزه شده تا اینکه ۱ پیک اصلی (بالای ۹۵٪) در آنالیز GC بدهد. در دسیکاتور نگهداری شود.</p> <p>۴۱۱- محلول فرمالین ۳۷٪</p> <p>۴۱۲- محلول استوک متیلن اکساید، ۱ mg/mL</p> <p>۴۱۳- اسید سولفوریک ۰/۰۲ نرمال</p> <p>۴۱۴- هیدروکسید سدیم ۰/۰۱ نرمال</p> <p>۴۱۵- سولفیت سدیم (Na_2SO_3) ۱/۱۳ مولار؛ قبل از استفاده سریعآ آماده شود</p> <p>۴۱۶- اب مقطر دیونیزه</p> <p>۴۱۷- هیدروژن، خالص</p> <p>۴۱۸- هلیوم، خالص</p> <p>۴۱۹- هوا، تصفیه شده</p> <p>۴۲۰- سولفات منیزیم</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۴۴۷- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۱۰ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش XAD-2 آغشته شده به ۲- (هیدروکسی متیل) پیپریدین (قسمت جلویی: ۱۲۰ mg، قسمت عقبی: ۶۰ mg) که توسط یک لایه پشم شیشه از هم جدا شده و ثابت نگه داشته شده است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۰/۱ L/min نباید از ۷۶۰ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (Supelco ORBO-23; SKC 226-118 یا انواع مشابه).

۴۴۸- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۱ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۴۴۹- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون

۴۵۰- حمام اولتراسونیک

۴۵۱- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۴۵۲- بالن ژوژه ۱۰، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۴۵۳- سرنگ های ۱۰ میلی لیتری (با درجه بندی ۰/۱ میلی لیتری)، ۲۵ و ۵۰ میلی لیتری

۴۵۴- پیپت ۱ و ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۴۵۵- سوهان

۴۵۶- بشر ۵۰ میلی لیتری

۴۵۷- PH سنج

۴۵۸- همزن مغناطیسی

۴۵۹- بورت ۵۰ میلی لیتری

۴۶۰- بالن ته گرد ۱۰۰ میلی لیتری

۴۶۱- دستگاه استخراج سوکسله

۴۶۲- کوره خلا

۴۶۳- دستگاه تقطیر

نمونه برداری:

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

۲۵۳- 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.

۲۵۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.1 - 0.01$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۳۶ لیتر انجام دهید.

نکته: در طول زمان نمونه برداری متیلن اکساید در بستر جاذب با ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین واکنش می دهد. دبی پایین برای تسهیل در واکنش در نظر گرفته شده است. اگر از دبی بیشتر از 0.1 L/min استفاده کنید امکان نشت و از دست رفتن نمونه وجود دارد.

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

آماده سازی:

۱۶۳- توسط سوهان بر روی نمونه بردار در جلوی قسمت اول جاذب علامت بگذارید.

۱۶۴- نمونه بردار را از قسمت علامت گذاری شده بشکنید، محتوی بخش جلویی لوله جاذب و لایه پشم شیشه جلویی را در ویال قرار دهید.

۱۶۵- محتوی بخش عقبی لوله جاذب و باقیمانده پشم شیشه را در ویال دیگری قرار دهید.

۱۶۶- 1 mL تولوئن به هر کدام از ویال ها افزوده و درپوش آن را محکم ببندید.

نکته: می توانید یک استاندارد داخلی مناسب مانند دی متیل فرمامید ($1 \mu\text{L/mL}$) را نیز اضافه کنید.

۱۶۷- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۶۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۳ تا ۲۰۰ میکروگرم متیلن اکساید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- ۱۲۰ میلی گرم جاذب آغشته شده به ۲- (هیدروکسی متیل) پیریدین را به یک ویال ۴ میلی لیتری دارای درپوش غشایی خودبند انتقال دهید.
 - مقدار مشخصی از محلول استاندارد متیلن اکساید را در ۶ غلظت مختلف به ویال ها افزوده و به مدت ۱ شب آن را در دمای اتاق رها کنید. برای رسیدن به گستره غلظت مورد نظر، محلول استاندارد کالیبراسیون را چندین مرحله رقیق کرده و به جاذب انتقال دهید.
 - محلول فوق را واجذب کرده (مراحل ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم متیلن اکساید).
- ۱۶۷- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

۱۵۸- 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): مشتق آگزازولیدین - متیلن اکساید

- جداساز: ۱ mL تولوئن

- حجم تزریق: ۱ میکرولیتر

- زمان ماند مشتق آگزازولیدین - متیلن اکساید: ۶/۴ دقیقه

- زمان ماند ۲- (هیدروکسی متیل) پپیریدین: ۹/۴ دقیقه

- دمای تزریق: 250°C

- دمای آشکارساز: 300°C

- دمای ستون: 70°C (۱ دقیقه)، $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا 240°C (۱۰ دقیقه حفظ شود)

- گاز حامل: هلیوم (۱-۲ mL/min)

- ستون: موئین، DB-Wax یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر مقدار آگزازولیدین بیشتر از حد ظرفیت ستون بود، با تولوئن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۵۹- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: میست های اسیدی می توانند جاذب را غیر فعال کرده که منجر می شود به

کاهش کارایی جاذب در جمع آوری متیلن اکساید.

محاسبات:

۱۱۱- جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) مشتق آگزازولیدین - متیلن اکساید

موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه بردار اصلی را از منحنی

کالیبراسیون بدست آورید.

نکته: اگر $W_b > 10 W_f$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از

دست می رود.

۱۱۲- محاسبه غلظت (C) متیلن اکساید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{W_f + W_b}{V}, \text{ mg/m}^3$$

والرال	valeral
فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_3-\text{CHO}$	CAS: 110-62-3
وزن مولکولی: ۸۶/۱۳	RTECS: YV3600000
اسامی مترادف: n-والرال؛ پنتانال؛ والرالدهید؛ آمیل آلدهید؛ والریک آلدهید؛ والریک اسید آلدهید؛ بوتیل فرمال	
ویژگی ها: نقطه ذوب 102°C ؛ دانسیته 0.8095 g/mL در 20°C	
حدمجاز:	OSHA: 50 ppm
	NIOSH: 50 ppm
	ACGIH: 50 ppm
احتیاطات ویژه:	
والرال محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی والرال موجود نیست. والرال با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زاناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^\circ\text{C}$). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با والرال از هود استفاده کنید. معرف DNPH و والرال حساسیت زا هستند. همچنین DNPH سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^\circ\text{C}$).	
مواد و محلولهای لازم:	
۴۲۱- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-والرال با خلوص $\geq 99\%$ ؛ (تامین آن از کمپانی Supelco یا Aldrich Chemical)	
۴۲۲- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل	
۴۲۳- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-والرال را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای 5°C به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.	
۴۲۴- والرال، با خلوص 99%	
۴۲۵- آب مقطر دیونیزه	
۴۲۶- محلول استوک والرال $2/4 \text{ mg/mL}$ ؛ $154 \mu\text{L}$ والرال 97% را با استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.	

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۴۶۴- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014 یا Sep Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).
- ۴۶۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۴۶۶- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۴۶۷- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا
- ۴۶۸- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری
- ۴۶۹- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری
- ۴۷۰- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA
- ۴۷۱- فویل آلومنیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

- ۲۵۶- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.
- ۲۵۷- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.
- ۲۵۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.
- در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بیوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومنیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۲۵۹- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۲۶۰- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.
۲۶۱- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۶۸- مشتق والرال را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژورنه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.
۱۶۹- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۶۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $1/3$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم والرال را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- غلظت مشتق DNPH-والرال را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت والرال را از طریق ضرب کردن غلظت مشتق DNPH-والرال در $0/324$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی والرال بر وزن مولکولی مشتق DNPH-والرال) بدست آورید.
 - یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا ۲۰) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.
 - ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم والرال).

- ۱۶۹- میزان بازیافت (R) والرال از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای والرال ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
 - بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر والرال را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود شود واکنش والرال با DNPH کامل نشود.
 - نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
 - ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت والرال ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
 - برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت والرال بازیافت شده را بر غلظت والرال تزریق شده تقسیم کنید.
 - نموداری از میزان بازیافت در برابر μg والرال بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۷۰- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۶۰- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین- والرال
 - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۶۶٪) / آب (۳۴٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ

۱۶۱- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.

۱۶۲- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.

۱۶۳- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.

نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۶۴- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۵۰ میکروگرم والرال است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گر ها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیترو فنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر والرال- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدهیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۱۱۳- جرم بر حسب μg والرال موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۱۱۴- با استفاده از فرمول زیر غلظت والرال (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{ mg/m}^3$$

valeraldehyde	والرالدهید
CAS: 110-62-3 RTECS: YV3600000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_3-\text{CHO}$ وزن مولکولی: ۸۶/۱۳
اسامی مترادف: n-والرالدهید؛ پنتانال؛ والرال؛ آمیل آلدهید؛ والریک آلدهید؛ والریک اسید آلدهید؛ بوتیل فرمال	
ویژگی ها: نقطه ذوب 102°C ؛ دانسیته 0.8095 g/mL در 20°C	
OSHA: 50 ppm	NIOSH: 50 ppm ACGIH: 50 ppm
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>والرالدهید محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی والرالدهید موجود نیست. والرالدهید با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زا ناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^\circ\text{C}$). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با والرالدهید از هود استفاده کنید. معرف DNPH و والرالدهید حساسیت زا هستند. همچنین DNPH سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^\circ\text{C}$).</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۴۲۷- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-والرالدهید با خلوص $\geq 99\%$؛ (تامین آن از کمپانی Aldrich Chemical یا Supelco)</p> <p>۴۲۸- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل</p> <p>۴۲۹- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-والرالدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای $^\circ\text{C}$ ۵ به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.</p> <p>۴۳۰- والرالدهید، با خلوص 99%</p> <p>۴۳۱- آب مقطر دیونیزه</p>	

۴۳۲- محلول استوک والرالدید $2/4 \text{ mg/mL}$; $154 \mu\text{L}$ والرالدید ۹۷٪ را با استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۴۷۲- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی $0/35$ گرم سیلیکاژل $250 - 150 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم $2,4$ - دی نیتروفتیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) یا (Sep Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۴۷۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۴۷۴- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۴۷۵- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا

۴۷۶- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۴۷۷- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۴۷۸- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۴۷۹- فویل آلومنیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۲۶۲- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۲۶۳- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

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

نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار

وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPB را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومنیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۲۶۵- نمونه برداری را در دبی بین $1/5 - 0/1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۲۶۶- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.

۲۶۷- نمونه را در دمای پایین ($5^{\circ}\text{C} - 0$) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۷۰- مشتق والرالدئید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۷۱- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPB و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۷۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره $1/3$ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم والرالدئید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNPB-الرالدئید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً $1000 \mu\text{g/mL}$). غلظت والرالدئید را از طریق ضرب کردن غلظت غلظت مشتق DNPB-الرالدئید در $0/324$ (حاصل تقسیم وزن مولکولی والرالدئید بر وزن مولکولی مشتق DNPB-الرالدئید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره $10 \mu\text{g/mL}$ (یا 20) - $0/01$ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای 5°C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.

- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم والرالدید).
- ۱۷۲- میزان بازیافت (R) والرالدید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای والرالدید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
- بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر والرالدید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش والرالدید با DNPH کامل نشود.
- نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)، سپس ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت والرالدید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
- برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت والرالدید بازیافت شده را بر غلظت والرالدید تزریق شده تقسیم کنید.
- نموداری از میزان بازیافت در برابر μg والرالدید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۷۳- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

۱۶۵- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-والرالدهید
- جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
- آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
- فاز متحرک: استونیتریل (۶۶٪) / آب (۳۴٪)
- ستون: فولاد ضدزنگ

۱۶۶- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.

۱۶۷- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.

۱۶۸- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.

نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۶۹- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۵۰ میکروگرم والرالدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها بالاتر است.

مداخله گر ها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر والرالدهید- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدئیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

۱۱۵- جرم بر حسب μg والرالدئید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۱۱۶- با استفاده از فرمول زیر غلظت والرالدئید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

valeric aldehyde	والریک آلدهید
CAS: 110-62-3 RTECS: YV3600000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_3-\text{CHO}$ وزن مولکولی: ۸۶/۱۳
اسامی مترادف: n-والریک آلدهید؛ پنتانال؛ والرال؛ آمیل آلدهید؛ والرالدیهید؛ والریک اسید آلدهید؛ بوتیل فرمال	
ویژگی ها: نقطه ذوب 102°C ؛ دانسیته 0.8095 g/mL در 20°C	
OSHA: 50 ppm	NIOSH: 50 ppm ACGIH: 50 ppm
احتیاطات ویژه:	
والریک آلدهید محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی والریک آلدهید موجود نیست. والریک آلدهید با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زا ناسازگار است ($\text{FP} = -17.8^\circ\text{C}$). بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با والریک آلدهید از هود استفاده کنید. معرف DNP و والریک آلدهید حساسیت زا هستند. همچنین DNP سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد ($\text{FP} = -12.8^\circ\text{C}$).	
مواد و محلولهای لازم:	
۴۳۳- مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-والریک آلدهید با خلوص $\geq 99\%$ ؛ (تامین آن از کمپانی Aldrich Chemical یا Supelco)	
۴۳۴- استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC؛ حاوی مقادیر کم کربونیل	
۴۳۵- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱۰ میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-والریک آلدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای 5°C به مدت ۳۰ روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.	
۴۳۶- والریک آلدهید، با خلوص 99%	
۴۳۷- آب مقطر دیونیزه	
۴۳۸- محلول استوک والریک آلدهید $2/4 \text{ mg/mL}$ ؛ $154 \mu\text{L}$ والریک آلدهید 97% را با	

استونیتریل در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به حجم برسانید. محلول را طی ۳۰ دقیقه آماده کنید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۴۸۰- نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی ۰/۳۵ گرم سیلیکاژل $150 - 250 \mu\text{m}$ (۱۰۰ - ۶۰ مشی) که با ۱ میلی گرم ۲،۴- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی $1/5 \text{ L/min}$ باید کمتر از 7 kPa (۲۸ اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014) یا (Sep Pak XPOsure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205).

۴۸۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1/5 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۴۸۲- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون

۴۸۳- ویال های شیشه ای، ۴ و ۲۰ میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا

۴۸۴- سرنگ های ۱۰۰ و ۵۰۰ میکرولیتری و ۱۰ میلی لیتری

۴۸۵- بالن ژوژه ۵، ۱۰ و ۵۰ میلی لیتری

۴۸۶- حذف کننده ازن (اختیاری)، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA

۴۸۷- فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)

نمونه برداری:

۲۶۸- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.

۲۶۹- بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوش دو انتهای آن را بردارید.

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

نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار

وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNP_H را در نمونه بردار پوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومینیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید.

۲۷۱- نمونه برداری را در دبی بین ۱/۵ - ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵ لیتر انجام دهید.

۲۷۲- درپوش انتهایی نمونه بردار را گذاشته و آنرا پوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.
۲۷۳- نمونه را در دمای پایین (۵ - ۰ °C) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.

آماده سازی:

۱۷۲- مشتق والریک آلدهید را توسط ۱۰ میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید.

۱۷۳- نمونه ها را با استونیتریل به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNP_H و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۷۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۱/۳ تا بیشتر ۱۵۰ میکروگرم والریک آلدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- غلظت مشتق DNP_H-والریک آلدهید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریباً ۱۰۰۰ μg/mL). غلظت والریک آلدهید را از طریق ضرب کردن غلظت مشتق DNP_H-والریک آلدهید در ۰/۳۲۴ (حاصل تقسیم وزن مولکولی والریک آلدهید بر وزن مولکولی مشتق DNP_H-والریک آلدهید) بدست آورید.

- یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره ۱۰ μg/mL (یا ۲۰) - ۰/۰۱ آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای ۵ °C نگهداری شوند، تا ۱ ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت

- هفتگی آماده شوند.
- ۳ میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم والریک آلدهید).
- ۱۷۵- میزان بازیافت (R) والریک آلدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای والریک آلدهید ۱۰۰٪ است.
- یک سری محلول استوک در گستره ۵۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر در ویال ۲۰ میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان ۳۰ دقیقه انجام دهید.
 - بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ ۱۰۰ میکرولیتری ۲۰ تا ۹۰ میکرولیتر والریک آلدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از ۹۰ میکرولیتر می تواند موجب شود واکنش والریک آلدهید با DNPH کامل نشود.
 - نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله ۱ آماده سازی)
 - ۳ میلی لیتر محلول را به ویال ۴ میلی لیتری انتقال داده و به همراه استانداردهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت والریک آلدهید ($\mu\text{g}/\text{sample}$) ترسیم کنید.
 - برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت والریک آلدهید بازیافت شده را بر غلظت والریک آلدهید تزریق شده تقسیم کنید.
 - نموداری از میزان بازیافت در برابر μg والریک آلدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۷۶- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

- ۱۷۰- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین-والریک آلدهید
 - جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
 - حجم تزریق: ۲۰ میکرولیتر
 - آشکارساز: UV (۳۶۰ نانومتر)
 - فاز متحرک: استونیتریل (۶۶٪) / آب (۳۴٪)
 - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۱۷۱- بخشی از نمونه آماده شده (مرحله ۱ آماده سازی) را به ویال ۴ میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.
- ۱۷۲- ۲۰ میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
- ۱۷۳- مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.
- نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۱۷۴- برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از ۵۰ میکروگرم والریک آلدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها باللاتر است.

مداخله گرها: هنگام مصرف ۲،۴-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر والریک آلدهید- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدهیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموماً بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.

محاسبات:

- ۱۱۷- جرم بر حسب μg والرئیک آلدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.
- ۱۱۸- با استفاده از فرمول زیر غلظت والرئیک آلدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg/m}^3$$

الف-۳- آمین ها

N-ethylethanamine	n-اتیل اتانامین
CAS: 109-89-7 RTECS: HZ8750000	فرمول شیمیایی: $(C_2H_5)_2NH$ وزن مولکولی: ۷۳/۱۴ اسامی مترادف: n-n-دی اتانامین؛ دی اتیل آمین؛ DEA ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $55/5^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $-50^{\circ}C$ ؛ فشار بخار 195 mmHg $25/9\text{ kPa}$ در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $0/708\text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$ ؛ گستره انفجار $1/8\%$ تا $11/1\%$ حجمی در هوا
OSHA: 25ppm	حد مجاز: NIOSH: 10 ppm, 25ppm STEL ACGIH: 5 ppm (skin), 15ppm STEL
احتیاطات ویژه: n-اتیل اتانامین بسیار قابل انفجار است و بوی شدید آمونیاکی دارد. می تواند موجب بروز آسیب جدی در چشم شود و همچنین به راحتی از طریق پوست جذب می شود. اسید سولفوریک بسیار خورنده بوده و هیدروکسید پتاسیم نیز سوزش آور است. همواره در زیر هود با این ترکیبات کار کنید و از پوشش های حفاظتی مناسب مانند دستکش، عینک ایمنی و روپوش آزمایشگاه استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۴۳۹- اسید سولفوریک ۱ مولار؛ در محلول آبی ۱۰٪ متانول (۱۰٪ متانول + ۹۰٪ آب) ۴۴۰- محلول هیدروکسید پتاسیم (KOH) ۰/۳ مولار ۴۴۱- n-اتیل اتانامین، با بالاترین خلوص؛ به صورت محلول آبی ۴۰٪ در بازار موجود است (محصول کمپانی Aldrich یا انواع مشابه آن) ۴۴۲- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱ میلی لیتر n-اتیل اتانامین را با آب مقطر به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. غلظت آن را از طریق تیتراسیون توسط اسید سولفوریک بررسی کنید. ۴۴۳- نیتروژن، خالص	

۴۴۴- هیدروژن، خالص

۴۴۵- هوا، تصفیه شده و فشرده

وسایل و تجهیزات لازم:

۴۸۸- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی): ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله قرار گرفته و یک لایه فوم اورتان نیز بخش عقبی محتوی لوله جدا کرده و آن را ثابت نگه می دارد. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۴۸۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۴۹۰- کیسه های یخ

۴۹۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون

۴۹۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۴۹۳- سرنگ های ۱، ۱۰ و ۲۰ میکرولیتری

۴۹۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۴۹۵- پیپت ۰/۵، ۱، ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۴۹۶- حمام اولتراسونیک

۴۹۷- سوهان

۴۹۸- انبرک

نمونه برداری:

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

۲۷۵- 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.

۲۷۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

۲۷۷- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با کیسه های یخ برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۱۷۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.

۱۷۵- ۱ mL از اسید سولفوریک ۰/۱ مولار در محلول آبی متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.

۱۷۶- ویال ها را به مدت ۳ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

نکته: آب حمام اولتراسونیک ممکن است در طول مدت جداسازی تا 60°C - 50°C گرم شود. بنابراین برای جلوگیری از تبخیر نمونه لازم است درپوش ویال ها را محکم ببندید.

۱۷۷- محلول های نمونه را به صورت زیر خنثی سازی کنید:

چند دقیقه منتظر بمانید تا سیلیکاژل ته نشین شود. سپس ۵۰۰ میکرولیتر از مایع شناور را به یک ویال تمیز انتقال داده و ۵۰۰ میکرولیتر هیدروکسید پتاسیم ۰/۳ مولار به آن اضافه کنید (PH محلول باید از ۱۰ بالاتر باشد). محلول ها را فوراً مورد آنالیز قرار دهید (طبق مراحل ۳-۱ اندازه گیری)

نکته: برای جلوگیری از هدر رفتن نمونه مطمئن شوید که در هنگام اضافه کردن KOH سیلیکاژل در محلول نباشد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۷۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی مورد نظر کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-اتیل اتانامین یا محلول رقیق شده آن در n-هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری توسط اسید سولفوریک ۰/۱ مولار در محلول آبی متانول به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول ها را مانند مرحله ۴ آماده سازی خنثی کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم n-اتیل

اتانامین).

۱۷۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره غلظت مورد نظر، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی را به همراه شاهدها آماده کنید.

- مقدار مشخصی از سیلیکاژل بخش جلویی لوله نمونه بردار را به یک ویال انتقال دهید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون n-اتیل اتانامین یا محلول رقیق شده آن را مستقیماً به سیلیکاژل تزریق کنید.

- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- محلول های فوق را واجذب کرده و عمل خنثی سازی را انجام دهید (مراحل ۲-۴ آماده سازی)

- محلول را به همراه استانداردهای کاربردی و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم n-اتیل اتانامین بازیافت شده ترسیم کنید.

۱۷۹- 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:

۱۷۵- 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): n-اتیل اتانامین

- جداساز: ۱ mL محلول رقیق شده اسید سولفوریک در محلول آبی ۱۰٪ متانول

- دمای تزریق: ۱۶۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۰۰ °C

- دمای ستون: 70°C

- گاز حامل: نیتروژن (30 mL/min)

- ستون: شیشه ای

۱۷۶- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش میدهد. پیک متانول می تواند در غلظت های کم n-اتیل اتانامین ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۱۱۹- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) n-اتیل اتانامین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۲۰- محاسبه غلظت n(C)-اتیل اتانامین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

o-toluidine	ارتو-تولوئیدین
<p>CAS: 95-53-4</p> <p>RTECS: XU2975000</p>	<p>فرمول شیمیایی: C₇H₉N</p> <p>وزن مولکولی: ۱۰۷/۱۶</p> <p>اسامی مترادف: ۲-آمینوتولوئن</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش °C ۲۰۰؛ نقطه ذوب °C ۱۵-؛ فشار بخار mmHg ۰/۳۲</p> <p>(۰/۰۴۳ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته g/mL ۱/۰۰۶ در °C ۲۰</p>
<p>OSHA: 5 ppm (skin)</p> <p>NIOSH: lowest feasible (carcinogen, skin)</p> <p>ACGIH: 2 ppm (skin), carcinogen</p>	<p>حدمجاز:</p>
	<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>n-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. ارتو-تولوئیدین بسیار سمی بوده و مظنون به سرطانزایی است. جذب پوستی آن یک خطر بالقوه است. همیشه در زیر هود با آن کار کنید و لباس حفاظتی مناسب و از دستکش استفاده کنید.</p>
	<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۴۴۶- اتانول ۹۵٪؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۴۴۷- n-هگزان</p> <p>۴۴۸- بنزن</p> <p>۴۴۹- ارتو-تولوئیدین؛ خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۴۵۰- محلول استوک کالیبراسیون ارتو-تولوئیدین، mg/mL ۱۰۰/۶؛ ۱ میلی لیتر ارتو-تولوئیدین را با n-هگزان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.</p> <p>۴۵۱- نیتروژن، خالص</p> <p>۴۵۲- هیدروژن، خالص</p> <p>۴۵۳- هلیوم، خالص</p> <p>۴۵۴- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>

وسایل و تجهیزات لازم:

۴۹۹- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. 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 ۱ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۵۰۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۵۰۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۵۰۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۵۰۳- سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۵۰۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۵۰۵- پیپت ۱ و ۲ میلی لیتری

۵۰۶- حمام اولتراسونیک

۵۰۷- سوهان

۵۰۸- انبرک

نمونه برداری:

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

۲۷۹- 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.

۲۸۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۰۲ برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

- ۱۷۸- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.
- ۱۷۹- ۱ mL از اتانول ۹۵٪ را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۱۸۰- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۸۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۱ تا ۳ میلی گرم ارتو-تولوئیدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ارتو-تولوئیدین یا محلول رقیق شده آن در n-هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با اتانول ۹۵٪ به حجم ۱۰ 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 (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم ارتو-تولوئیدین).
- ۱۸۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون ارتو-تولوئیدین یا محلول رقیق شده آن در هگزان را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ارتو-تولوئیدین بازیافت شده ترسیم کنید.

۱۸۲- 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:

۱۷۷- 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): ارتو-تولوئیدین

- جداساز: ۱ mL اتانول ۹۵٪

- دمای تزریق: 240°C

- دمای آشکارساز: 265°C

- دمای ستون: 180°C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (25 mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اتانول ۹۵٪ رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۷۸- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش

می دهد.

محاسبات:

۱۲۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ارتو-تولوئیدین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۲۲- محاسبه غلظت (C) ارتو-تولوئیدین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

aminobenzene	آمینوبنزن
CAS: 62-53-3	فرمول شیمیایی: C_6H_7N
RTECS: BW6650000	وزن مولکولی: ۹۳/۱۳
	اسامی مترادف: بنزن آمین؛ آنیلین؛ فنیل آمین
	ویژگی ها: نقطه جوش $184^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $6^{\circ}C$ ؛ فشار بخار 0.3 mmHg
	(0.089 kPa) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته 1.022 g/mL در $20^{\circ}C$
OSHA: 5 ppm (skin)	حدمجاز:
NIOSH: lowest feasible (carcinogen)	ACGIH: 2 ppm (skin)
	احتیاطات ویژه:
	n-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. آمینوبنزن بسیار سمی بوده و مظنون به سرطانزایی است. جذب پوستی آن یک خطر بالقوه است. همیشه در زیر هود با آن کار کنید و لباس حفاظتی مناسب و از دستکش استفاده کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۴۵۵- اتانول ۹۵٪؛ خلوص کروماتوگرافی
	۴۵۶- n-هگزان
	۴۵۷- بنزن
	۴۵۸- آمینوبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی
	۴۵۹- محلول استوک کالبراسیون آمینوبنزن، $102/2 \text{ mg/mL}$ ؛ ۱ میلی لیتر آمینوبنزن را در ۲ میلی لیتر بنزن حل کرده و با هگزان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
	نکته: می توان بجای بنزن از تولوئن، الکل یا استون استفاده کرد.
	۴۶۰- نیتروژن، خالص
	۴۶۱- هیدروژن، خالص
	۴۶۲- هلیوم، خالص
	۴۶۳- هوا، تصفیه شده و فشرده

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۰۹- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. 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 ۱L/min نباید از kPa ۳/۴ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۵۱۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۵۱۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۵۱۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۵۱۳- سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۵۱۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۵۱۵- پیپت ۱ و ۲ میلی لیتری

۵۱۶- حمام اولتراسونیک

۵۱۷- سوهان

۵۱۸- انبرک

نمونه برداری:

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

۲۸۳- 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.

۲۸۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰۲ برای عبور حجم هوای ۵ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

- ۱۸۱- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.
- ۱۸۲- ۱ mL از اتانول ۹۵٪ را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۱۸۳- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۸۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۱ تا ۳ میلی گرم آمینوبتن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد آمینوبتن یا محلول رقیق شده آن در n-هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با اتانول ۹۵٪ به حجم ۱۰ 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 (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم آمینوبتن).
- ۱۸۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون آمینوبتن یا محلول رقیق شده آن در هگزان را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آمینوبنزن بازیافت شده ترسیم کنید.
۱۸۵- 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:

۱۷۹- 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): آمینوبنزن

- جداساز: ۱ mL اتانول ۹۵٪

- دمای تزریق: 230°C

- دمای آشکارساز: 245°C

- دمای ستون: 165°C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۲۵ mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اتانول ۹۵٪ رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۸۰- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش

می دهد.

محاسبات:

۱۲۳- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آمینوبنزن 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

2-aminotoluene	۲-آمینوتولوئن
CAS: 95-53-4 RTECS: XU2975000	فرمول شیمیایی: C_7H_9N وزن مولکولی: ۱۰۷/۱۶ اسامی مترادف: ارتو-تولوئیدین ویژگی ها: نقطه جوش $200^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $15^{\circ}C$ ؛ فشار بخار ۰/۳۲ mmHg $20^{\circ}C$ در ۱/۰۴۳ kPa)؛ دانسیته $1/006 g/mL$ در $20^{\circ}C$
OSHA: 5 ppm (skin) NIOSH: lowest feasible (carcinogen, skin) ACGIH: 2 ppm (skin), carcinogen	حدمجاز:
	احتیاطات ویژه: n-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. ۲-آمینوتولوئن بسیار سمی بوده و مظنون به سرطانزایی است. جذب پوستی آن یک خطر بالقوه است. همیشه در زیر هود با آن کار کنید و لباس حفاظتی مناسب و از دستکش استفاده کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۴۶۴- اتانول ۹۵٪؛ خلوص کروماتوگرافی ۴۶۵- n-هگزان ۴۶۶- بنزن ۴۶۷- ۲-آمینوتولوئن؛ خلوص آزمایشگاهی ۴۶۸- محلول استوک کالیبراسیون ۲-آمینوتولوئن، $100/6 mg/mL$ ؛ ۱ میلی لیتر ۲-آمینوتولوئن را با n-هگزان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. ۴۶۹- نیتروژن، خالص ۴۷۰- هیدروژن، خالص ۴۷۱- هلیوم، خالص ۴۷۲- هوا، تصفیه شده و فشرده

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۱۹- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی): ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. 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.

۵۲۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۵۲۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون

۵۲۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۵۲۳- سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۵۲۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۵۲۵- پیت ۱ و ۲ میلی لیتری

۵۲۶- حمام اولتراسونیک

۵۲۷- سوهان

۵۲۸- انبرک

نمونه برداری:

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

۲۸۷- 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.

۲۸۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۰۲ برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

- ۱۸۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.
- ۱۸۵- ۱ mL از اتانول ۹۵٪ را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۱۸۶- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۸۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۱ تا ۳ میلی گرم ۲-آمینوتولون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۲-آمینوتولون یا محلول رقیق شده آن در n-هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با اتانول ۹۵٪ به حجم ۱۰ 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 (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم ۲-آمینوتولون).
- ۱۸۷- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
 - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون ۲-آمینوتولون یا محلول رقیق شده آن در هگزان را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۲-آمینوتولون بازیافت شده ترسیم

کنید.

۱۸۸- 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:

۱۸۱- 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): ۲-آمینوتولوئن

- جداساز: ۱ mL اتانول ۹۵٪

- دمای تزریق: ۲۴۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۶۵ °C

- دمای ستون: ۱۸۰ °C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۲۵ mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اتانول ۹۵٪ رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۸۲- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش

می دهد.

محاسبات:

۱۲۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲-آمینوتولوئن 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۲۶- محاسبه غلظت (C) ۲-آمینوتولوئن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

aniline	آنیلین
CAS: 62-53-3	فرمول شیمیایی: C_6H_7N
RTECS: BW6650000	وزن مولکولی: ۹۳/۱۳
اسامی مترادف: بنزن آمین؛ آمینوبنزن؛ فنیل آمین	
ویژگی ها: نقطه جوش $184^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $6^{\circ}C$ ؛ فشار بخار 0.3 mmHg	
در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته 1.022 g/mL در $20^{\circ}C$ (0.089 kPa)	
OSHA: 5 ppm (skin)	حدمجاز:
NIOSH: lowest feasible (carcinogen)	ACGIH: 2 ppm (skin)
احتیاطات ویژه:	
n-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. آنیلین بسیار سمی بوده و مظنون به سرطانزایی است. جذب پوستی آن یک خطر بالقوه است. همیشه در زیر هود با آن کار کنید و لباس حفاظتی مناسب و از دستکش استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۴۷۳- اتانول ۹۵٪؛ خلوص کروماتوگرافی	
۴۷۴- n-هگزان	
۴۷۵- بنزن	
۴۷۶- آنیلین؛ خلوص آزمایشگاهی	
۴۷۷- محلول استوک کالیبراسیون آنیلین، $1.02/2 \text{ mg/mL}$ ؛ ۱ میلی لیتر آنیلین را در ۲ میلی لیتر بنزن حل کرده و با هگزان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.	
نکته: می توان بجای بنزن از تولوئن، الکل یا استون استفاده کرد.	
۴۷۸- نیتروژن، خالص	
۴۷۹- هیدروژن، خالص	
۴۸۰- هلیوم، خالص	
۴۸۱- هوا، تصفیه شده و فشرده	

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۲۹- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. 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.

۵۳۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۵۳۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۵۳۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۵۳۳- سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۵۳۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۵۳۵- پیپت ۱ و ۲ میلی لیتری

۵۳۶- حمام اولتراسونیک

۵۳۷- سوهان

۵۳۸- انبرک

نمونه برداری:

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

۲۹۱- 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.

۲۹۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰۲ برای عبور حجم هوای ۵

تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۱۸۷- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه

را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.

۱۸۸- ۱ mL از اتانول ۹۵٪ را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۱۸۹- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۸۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۱ تا ۳ میلی گرم آنیلین را در هر

نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد آنیلین یا محلول رقیق شده آن در π -هگزان را

در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با اتانول ۹۵٪ به حجم ۱۰ 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 (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم آنیلین).

۱۹۰- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در

نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول

استوک کالیبراسیون آنیلین یا محلول رقیق شده آن در هگزان را مستقیماً به محتوی

بخش جلویی لوله تزریق کنید.

- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه

استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنیلین بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۱۹۱- 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:

۱۸۳- 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): آنیلین

- جداساز: ۱ mL اتانول ۹۵٪

- دمای تزریق: 230°C

- دمای آشکارساز: 245°C

- دمای ستون: 165°C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (25 mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اتانول ۹۵٪ رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۸۴- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سیلیکازل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش

می دهد.

محاسبات:

۱۲۷- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنیلین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

benzenamine	بنز آمین
CAS: 62-53-3	فرمول شیمیایی: C_6H_7N
RTECS: BW6650000	وزن مولکولی: ۹۳/۱۳
اسامی مترادف: آنیلین؛ آمینوبنزن؛ فیل آمین	
ویژگی ها: نقطه جوش $184^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $6^{\circ}C$ ؛ فشار بخار 0.3 mmHg	
در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته 1.022 g/mL در $20^{\circ}C$ (۰/۰۸۹ kPa)	
OSHA: 5 ppm (skin)	حدمجاز:
NIOSH: lowest feasible (carcinogen)	ACGIH: 2 ppm (skin)
احتیاطات ویژه:	
n-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. بنز آمین بسیار سمی بوده و مظنون به سرطانزایی است. جذب پوستی آن یک خطر بالقوه است. همیشه در زیر هود با آن کار کنید و لباس حفاظتی مناسب و از دستکش استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۴۸۲- اتانول ۹۵٪؛ خلوص کروماتوگرافی	
۴۸۳- n-هگزان	
۴۸۴- بنزن	
۴۸۵- بنز آمین؛ خلوص آزمایشگاهی	
۴۸۶- محلول استوک کالیبراسیون بنز آمین، 1.022 mg/mL ؛ ۱ میلی لیتر بنز آمین را در ۲ میلی لیتر بنزن حل کرده و با هگزان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.	
نکته: می توان بجای بنزن از تولوئن، الکل یا استون استفاده کرد.	
۴۸۷- نیتروژن، خالص	
۴۸۸- هیدروژن، خالص	
۴۸۹- هلیوم، خالص	
۴۹۰- هوا، تصفیه شده و فشرده	

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۳۹- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. 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.

۵۴۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۵۴۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۵۴۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۵۴۳- سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۵۴۴- بالن زوزه ۱۰ میلی لیتری

۵۴۵- پیپت ۱ و ۲ میلی لیتری

۵۴۶- حمام اولتراسونیک

۵۴۷- سوهان

۵۴۸- انبرک

نمونه برداری:

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

۲۹۵- 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.

۲۹۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰۲ برای عبور حجم هوای ۵ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

- ۱۹۰- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.
- ۱۹۱- ۱ mL از اتانول ۹۵٪ را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۱۹۲- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۹۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۱ تا ۳ میلی گرم بنزآمین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد بنزآمین یا محلول رقیق شده آن در π -هگزان را در بالن ژورژه ی ۱۰ میلی لیتری با اتانول ۹۵٪ به حجم ۱۰ 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 (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم بنزآمین).
- ۱۹۳- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون بنزآمین یا محلول رقیق شده آن در هگزان را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم بنزآمین بازیافت شده ترسیم کنید.
۱۹۴- 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:

۱۸۵- 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): بنزآمین

- جداساز: ۱ mL اتانول ۹۵٪

- دمای تزریق: 230°C

- دمای آشکارساز: 245°C

- دمای ستون: 165°C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (25 mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اتانول ۹۵٪ رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۸۶- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش

می دهد.

محاسبات:

۱۲۹- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) بنز آمین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۳۰- محاسبه غلظت (C) بنز آمین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

N,N-diethamine	n-n دی اتامین
CAS: 109-89-7	فرمول شیمیایی: $(C_2H_5)_2NH$
RTECS: HZ8750000	وزن مولکولی: ۷۳/۱۴
<p>اسامی مترادف: دی اتیل آمین؛ n-اتیل اتانامین؛ DEA</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $55/5^{\circ}C$؛ نقطه ذوب $-50^{\circ}C$؛ فشار بخار ۱۹۵ mmHg</p> <p>(۲۵/۹ kPa) در $20^{\circ}C$؛ دانسیته ۰/۷۰۸ g/mL در $20^{\circ}C$؛ گستره انفجار ۱/۸٪ تا ۱۰/۱٪ حجمی در هوا</p>	
OSHA: 25ppm	<p>حدمجاز: NIOSH: 10 ppm, 25ppm STEL</p> <p>ACGIH: 5 ppm(skin), 15ppm STEL</p>
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>n-n دی اتامین بسیار قابل انفجار است و بوی شدید آمونیاکی دارد. می تواند موجب بروز آسیب جدی در چشم شود و همچنین به راحتی از طریق پوست جذب می شود. اسید سولفوریک بسیار خورنده بوده و هیدروکسید پتاسیم نیز سوزش آور است. همواره در زیر هود با این ترکیبات کار کنید و از پوشش های حفاظتی مناسب مانند دستکش، عینک ایمنی و روپوش آزمایشگاه استفاده کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۴۹۱- اسید سولفوریک ۱ مولار؛ در محلول آبی ۱۰٪ متانول (۱۰٪ متانول + ۹۰٪ آب)</p> <p>۴۹۲- محلول هیدروکسید پتاسیم (KOH) ۰/۳ مولار</p> <p>۴۹۳- n-n دی اتامین، با بالاترین خلوص؛ به صورت محلول آبی ۴۰٪ در بازار موجود است (محصول کمپانی Aldrich یا انواع مشابه آن)</p> <p>۴۹۴- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱ میلی لیتر n-n دی اتامین را با آب مقطر به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. غلظت آن را از طریق تیتراسیون توسط اسید سولفوریک بررسی کنید.</p> <p>۴۹۵- نیتروژن، خالص</p> <p>۴۹۶- هیدروژن، خالص</p> <p>۴۹۷- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۴۹- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله قرار گرفته و یک لایه فوم اورتان نیز بخش عقبی محتوی لوله جدا کرده و آن را ثابت نگه می دارد. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۵۵۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۵۵۱- کیسه های یخ

۵۵۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۵۵۳- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۵۵۴- سرنگ های ۱، ۱۰ و ۲۰ میکرولیتری

۵۵۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۵۵۶- پیپت ۰/۵، ۱، ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۵۵۷- حمام اولتراسونیک

۵۵۸- سوهان

۵۵۹- انبرک

نمونه برداری:

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

۲۹۹- 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.

۳۰۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

۳۰۱- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با کیسه های یخ برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۱۹۳- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.

۱۹۴- ۱ mL از اسید سولفوریک ۰/۱ مولار در محلول آبی متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.

۱۹۵- ویال ها را به مدت ۳ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

نکته: آب حمام اولتراسونیک ممکن است در طول مدت جداسازی تا 60°C - 50°C گرم شود. بنابراین برای جلوگیری از تبخیر نمونه لازم است درپوش ویال ها را محکم ببندید.

۱۹۶- محلول های نمونه را به صورت زیر خنثی سازی کنید:

چند دقیقه منتظر بمانید تا سیلیکاژل ته نشین شود. سپس ۵۰۰ میکرولیتر از مایع شناور را به یک ویال تمیز انتقال داده و ۵۰۰ میکرولیتر هیدروکسید پتاسیم ۰/۳ مولار به آن اضافه کنید (PH محلول باید از ۱۰ بالاتر باشد). محلول ها را فوراً مورد آنالیز قرار دهید (طبق مراحل ۳-۱ اندازه گیری)

نکته: برای جلوگیری از هدر رفتن نمونه مطمئن شوید که در هنگام اضافه کردن KOH سیلیکاژل در محلول نباشد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۹۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی مورد نظر کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-n-دی اتامین یا محلول رقیق شده آن در n- هگزان را در بالن ژورژه ی ۱۰ میلی لیتری توسط اسید سولفوریک ۰/۱ مولار در محلول آبی متانول به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول ها را مانند مرحله ۴ آماده سازی خنثی کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم n-n-دی اتامین).

۱۹۶- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در

نمونه برداری در گستره غلظت مورد نظر، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی را به همراه شاهد‌ها آماده کنید.

- مقدار مشخصی از سیلیکاژل بخش جلویی لوله نمونه بردار را به یک ویال انتقال دهید.
 - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون n-n-دی اتامین یا محلول رقیق شده آن را مستقیماً به سیلیکاژل تزریق کنید.

- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول‌های فوق را واجذب کرده و عمل خنثی سازی را انجام دهید (مراحل ۲-۴ آماده سازی)

- محلول را به همراه استانداردهای کاربردی و شاهد‌ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم n-n-دی اتامین بازیافت شده ترسیم کنید.

۱۹۷- 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:

۱۸۷- 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): n-n-دی اتامین
- جداساز: ۱ mL محلول رقیق شده اسید سولفوریک در محلول آبی ۱۰٪ متانول
- دمای تزریق: ۱۶۰ °C
- دمای آشکارساز: ۲۰۰ °C
- دمای ستون: ۷۰ °C
- گاز حامل: نیتروژن (۳۰ mL/min)

- ستون: شیشه ای

۱۸۸- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد. پیک متانول می تواند در غلظت های کم n-n دی اتامین ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۱۳۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) n-n دی اتامین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۳۲- محاسبه غلظت (C)n-n دی اتامین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

Diethylamine	دی اتیل آمین
CAS: 109-89-7	فرمول شیمیایی: $(C_2H_5)_2NH$
RTECS: HZ8750000	وزن مولکولی: ۷۳/۱۴
اسامی مترادف: n-n-دی اتامین؛ n-اتیل اتانامین؛ DEA	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $55/5^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $-50^{\circ}C$ ؛ فشار بخار ۱۹۵ mmHg (۲۵/۹ kPa) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته ۰/۷۰۸ g/mL در $20^{\circ}C$ ؛ گستره انفجار ۱/۸٪ تا ۱۰/۱٪ حجمی در هوا	
OSHA: 25ppm	حد مجاز: NIOSH: 10 ppm, 25ppm STEL ACGIH: 5 ppm (skin), 15ppm STEL
احتیاطات ویژه:	
دی اتیل آمین بسیار قابل انفجار است و بوی شدید آمونیاکی دارد. می تواند موجب بروز آسیب جدی در چشم شود و همچنین به راحتی از طریق پوست جذب می شود. اسید سولفوریک بسیار خورنده بوده و هیدروکسید پتاسیم نیز سوزش آور است. همواره در زیر هود با این ترکیبات کار کنید و از پوشش های حفاظتی مناسب مانند دستکش، عینک ایمنی و روپوش آزمایشگاه استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۴۹۸- اسید سولفوریک ۱ مولار؛ در محلول آبی ۱۰٪ متانول (۱۰٪ متانول + ۹۰٪ آب)	
۴۹۹- محلول هیدروکسید پتاسیم (KOH) ۰/۳ مولار	
۵۰۰- دی اتیل آمین، با بالاترین خلوص؛ به صورت محلول آبی ۴۰٪ در بازار موجود است (محصول کمپانی Aldrich یا انواع مشابه آن)	
۵۰۱- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱ میلی لیتر دی اتیل آمین را با آب مقطر به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. غلظت آن را از طریق تیتراسیون توسط اسید سولفوریک بررسی کنید.	
۵۰۲- نیتروژن، خالص	
۵۰۳- هیدروژن، خالص	
۵۰۴- هوا، تصفیه شده و فشرده	

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۶۰- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله قرار گرفته و یک لایه فوم اورتان نیز بخش عقبی محتوی لوله جدا کرده و آن را ثابت نگه می دارد. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۵۶۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۵۶۲- کیسه های یخ

۵۶۳- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۵۶۴- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۵۶۵- سرنگ های ۱، ۱۰ و ۲۰ میکرولیتری

۵۶۶- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۵۶۷- پیپت ۰/۵، ۱، ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۵۶۸- حمام اولتراسونیک

۵۶۹- سوهان

۵۷۰- انبرک

نمونه برداری:

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

۳۰۳- 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.

۳۰۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

۳۰۵- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با کیسه های یخ برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۱۹۷- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور ببندازید.

۱۹۸- ۱ mL از اسید سولفوریک ۰/۱ مولار در محلول آبی متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.

۱۹۹- ویال ها را به مدت ۳ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

نکته: آب حمام اولتراسونیک ممکن است در طول مدت جداسازی تا 60°C - 50°C گرم شود. بنابراین برای جلوگیری از تبخیر نمونه لازم است درپوش ویال ها را محکم ببندید.

۲۰۰- محلول های نمونه را به صورت زیر خنثی سازی کنید:

چند دقیقه منتظر بمانید تا سیلیکاژل ته نشین شود. سپس ۵۰۰ میکرولیتر از مایع شناور را به یک ویال تمیز انتقال داده و ۵۰۰ میکرولیتر هیدروکسید پتاسیم ۰/۳ مولار به آن اضافه کنید (PH محلول باید از ۱۰ بالاتر باشد). محلول ها را فوراً مورد آنالیز قرار دهید (طبق مراحل ۳-۱ اندازه گیری)

نکته: برای جلوگیری از هدر رفتن نمونه مطمئن شوید که در هنگام اضافه کردن KOH سیلیکاژل در محلول نباشد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۹۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی مورد نظر کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد دی اتیل آمین یا محلول رقیق شده آن در n- هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری توسط اسید سولفوریک ۰/۱ مولار در محلول آبی متانول به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول ها را مانند مرحله ۴ آماده سازی خنثی کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم دی اتیل آمین).

- ۱۹۹- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره غلظت مورد نظر، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی را به همراه شاهد‌ها آماده کنید.
- مقدار مشخصی از سیلیکاژل بخش جلویی لوله نمونه بردار را به یک ویال انتقال دهید.
 - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون دی اتیل آمین یا محلول رقیق شده آن را مستقیماً به سیلیکاژل تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده و عمل خنثی سازی را انجام دهید (مراحل ۲-۴ آماده سازی)
 - محلول را به همراه استانداردهای کاربردی و شاهد‌ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم دی اتیل آمین بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۲۰۰- 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:

- ۱۸۹- 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 اتیل آمین
 - جداساز: ۱ mL محلول رقیق شده اسید سولفوریک در محلول آبی ۱۰٪ متانول
 - دمای تزریق: ۱۶۰ °C
 - دمای آشکارساز: ۲۰۰ °C

- دمای ستون: 70°C
 - گاز حامل: نیتروژن (30 mL/min)
 - ستون: شیشه ای
- ۱۹۰- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گر ها: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد. پیک متانول می تواند در غلظت های کم دی اتیل آمین ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۱۳۳- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی اتیل آمین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۳۴- محاسبه غلظت (C) دی اتیل آمین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

diamide	دی آمید
<p>CAS: 302-01-2</p> <p>RTECS: MU7175000</p>	<p>فرمول شیمیایی: H_2NNH_2</p> <p>وزن مولکولی: ۳۲/۰۵</p> <p>اسامی مترادف: دی آمین؛ هیدرازین</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $113/5^{\circ}C$؛ نقطه ذوب $2^{\circ}C$؛ فشار بخار $14/4 \text{ mmHg}$ (۱/۹۲ kPa) در $25^{\circ}C$؛ دانسیته $1/04 \text{ g/mL}$ در $25^{\circ}C$؛ گستره انفجار ۲/۱ تا ۱۹/۳ درصد حجمی در هوا</p>
<p>حدمجاز: OSHA: 1 ppm (skin)</p> <p>NIOSH: 0.03 ppm/120 min C (suspect carcinogen)</p> <p>ACGIH: 0.1 ppm (skin; suspect carcinogen)</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>دی آمید سرطانزا، سمی و قابل اشتعال بوده و می تواند از راه پوستی جذب شود. استیک اسید و متانول قابل اشتعال هستند. دستکش حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود دارای تهویه مناسب با این ترکیبات کار کنید. از استنشاق بخارات این ترکیبات اجتناب کرده و آنها را دور از جرقه نگه دارید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۵۰۵- هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار؛ ۸/۶ میلی لیتر اسید غلیظ را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید</p> <p>۵۰۶- متانول، خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۵۰۷- محلول استوک کالبراسیون، 1 mg/mL؛ ۰/۱ میلی لیتر دی آمید را با متانول به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید</p> <p>۵۰۸- محلول "پارا-دی متیل آمینوبنزن آلدهید" در متانول، ۰/۱۶۸ مولار؛ ۱۲/۵ گرم "پارا-دی متیل آمینوبنزن آلدهید" را به متانول اضافه کرده و محلول را به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید.</p>	

۵۰۹- استیک اسید منجمد

۵۱۰- محلول هیدروکسید سدیم، ۱/۸ مولار؛ ۷/۲ گرم هیدروکسید سدیم را به آب مقطر اضافه کرده و محلول را به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۵۷۱- نمونه بردار: بابلر میدجت شیشه ای، حاوی ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار
- ۵۷۲- لوله شیشه ای، با طول ۵ cm قطر خارجی ۶ mm، حاوی پشم شیشه
- ۵۷۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۵۷۴- دستگاه اسپکتروفوتومتر تنظیم شده در طول موج ۴۸۰ نانومتر، با کووت شیشه ای ۱ سانتی متری
- ۵۷۵- ویال، ۲۰ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۵۷۶- بالن ژوژه ۲۵، ۵۰، ۱۰۰ و ۵۰۰ میلی لیتری و ۱ لیتری
- ۵۷۷- پیپت ۱، ۲، ۱۰ و ۱۵ میلی لیتری
- ۵۷۸- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۵۷۹- سرنگ های ۵۰ میکرولیتری با درجه بندی ۱ میکرولیتری
- ۵۸۰- کاغذ PH سنجی

نمونه برداری:

- ۳۰۶- لوله حاوی پشم شیشه را به خروجی نمونه بردار و ورودی پمپ وصل کرده، تا از پمپ محافظت کنید.
- ۳۰۷- پمپ نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۳۰۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۷ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.
- ۳۰۹- محلول داخل بابلر را به یک ویال شیشه ای منتقل کنید، بدنه و داخل بابلر را با ۱ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار بشویید. درپوش ویال ها را بسته و برای انتقال آماده کنید.

آماده سازی:

- ۲۰۱- محلول بابلر رابه یک بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید.
- ۲۰۲- ویال را با ۱ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار بشوید. محتوی آن را به بالن ژوژه منتقل کنید.
- ۲۰۳- محلول هیدروکسید سدیم ۱/۸ مولار (معادل ۱ میلی لیتر) را به محلول اضافه کنید، تا محلول خنثی شده یا کمی قلیایی شود.
- ۲۰۴- فوراً ۱۰ میلی لیتر محلول "پارا-دی متیل آمینوبنزن آلدهید" ۰/۱۶۸ مولار را به ویال اضافه کرده و تکان دهید تا اختلاط انجام شود. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه دها کنید.
- ۲۰۵- حجم محلول را با استیک اسید سرد شده به ۵۰ میلی لیتر برسانید.
- ۲۰۶- ۲ میلی لیتر محلول را با استیک اسید به حجم ۲۵ میلی لیتر برسانید.
- ۲۰۷- نمونه های شاهد را نیز مانند نمونه های اصلی آماده کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۰۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۴۰۰ میکروگرم دی آمید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار اضافه کرده و به حجم برسانید. یک بالن ژوژه را برای نمونه شاهد آماده کنید، به طوری که محلول آن فاقد دی آمید باشد.
 - استانداردهای کاربردی را آماده کنید (مراحل ۴- ۱- آماده سازی)
 - میزان جذب هر محلول را تعیین کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکروگرم دی آمید).

اندازه گیری:

- ۱۹۱- دستگاه اسپکتروفوتومتر را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس محلول بدست آمده از مرحله کالیبراسیون را به کووت انتقال دهید.
- تکنیک آنالیز: اسپکتروفوتومتری مرئی
 - آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق پارا - دی متیل آمینوبنزن آلدازین
 - طول موج: ۴۸۰ نانومتر
- ۱۹۲- جذب محلول را در طول موج ۴۸۰ نانومتر تعیین کنید.

مداخله گرها:

متیل دی آمید یک مداخله گر است. سایر دی آمیدها می توانند ایجاد تداخل کنند.

محاسبات:

- ۱۳۵- مقدار دی آمید (بر حسب μg) موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (W) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.
- ۱۳۶- محاسبه غلظت (C) دی آمید بر حسب mg/m^3 در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg}/\text{m}^3$$

diamine	دی آمین
CAS: 302-01-2 RTECS: MU7175000	فرمول شیمیایی: H_2NNH_2 وزن مولکولی: ۳۲/۰۵ اسامی مترادف: هیدرازین؛ دی آمید ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $113/5^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $2^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $14/4 \text{ mmHg}$ (۱/۹۲ kPa) در $25^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1/04 \text{ g/mL}$ در $25^{\circ}C$ ؛ گستره انفجار ۲/۱ تا ۱۹/۳ درصد حجمی در هوا
حدمجاز: OSHA: 1 ppm (skin) NIOSH: 0.03 ppm/120 min C (suspect carcinogen) ACGIH: 0.1 ppm (skin; suspect carcinogen)	
احتیاطات ویژه: دی آمین سرطانزا، سمی و قابل اشتعال بوده و می تواند از راه پوستی جذب شود. استیک اسید و متانول قابل اشتعال هستند. دستکش حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود دارای تهویه مناسب با این ترکیبات کار کنید. از استنشاق بخارات این ترکیبات اجتناب کرده و آنها را دور از جرقه نگه دارید.	
مواد و محلولهای لازم: ۵۱۱- هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار؛ ۸/۶ میلی لیتر اسید غلیظ را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید ۵۱۲- متانول، خلوص آزمایشگاهی ۵۱۳- محلول استوک کالیبراسیون، 1 mg/mL ؛ ۰/۱ میلی لیتر دی آمین را با متانول به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید ۵۱۴- محلول "پارا-دی متیل آمینوبنزن آلدهید" در متانول، ۰/۱۶۸ مولار؛ ۱۲/۵ گرم "پارا-دی متیل آمینوبنزن آلدهید" را به متانول اضافه کرده و محلول را به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید. ۵۱۵- استیک اسید منجمد	

۵۱۶- محلول هیدروکسید سدیم، ۱/۸ مولار؛ ۷/۲ گرم هیدروکسید سدیم را به آب مقطر اضافه کرده و محلول را به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید

وسایل و تجهیزات لازم:

- ۵۸۱- نمونه بردار: بابلر میدجت شیشه ای، حاوی ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار
- ۵۸۲- لوله شیشه ای، با طول ۵ cm قطر خارجی ۶ mm، حاوی پشم شیشه
- ۵۸۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۵۸۴- دستگاه اسپکتروفتومتر تنظیم شده در طول موج ۴۸۰ نانومتر، با کووت شیشه ای ۱ سانتی متری
- ۵۸۵- ویال، ۲۰ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۵۸۶- بالن ژوژه ۲۵، ۵۰، ۱۰۰ و ۵۰۰ میلی لیتری و ۱ لیتری
- ۵۸۷- پیپت ۱، ۲، ۱۰ و ۱۵ میلی لیتری
- ۵۸۸- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۵۸۹- سرنگ های ۵۰ میکرولیتری با درجه بندی ۱ میکرولیتری
- ۵۹۰- کاغذ PH سنجی

نمونه برداری:

- ۳۱۰- لوله حاوی پشم شیشه را به خروجی نمونه بردار و ورودی پمپ وصل کرده، تا از پمپ محافظت کنید.
- ۳۱۱- پمپ نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۳۱۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۷ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.
- ۳۱۳- محلول داخل بابلر را به یک ویال شیشه ای منتقل کنید، بدنه و داخل بابلر را با ۱ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار بشوید. درپوش ویال ها را بسته و برای انتقال آماده کنید.

آماده سازی:

- ۲۰۸- محلول بابلر رابه یک بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید.
- ۲۰۹- ویال را با ۱ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار بشوید. محتوی آن را به بالن ژوژه منتقل کنید.
- ۲۱۰- محلول هیدروکسید سدیم ۱/۸ مولار (معادل ۱ میلی لیتر) را به محلول اضافه کنید، تا محلول خنثی شده یا کمی قلیایی شود.
- ۲۱۱- فوراً ۱۰ میلی لیتر محلول "پارا-دی متیل آمینوبنزن آلدهید" ۰/۱۶۸ مولار را به ویال اضافه کرده و تکان دهید تا اختلاط انجام شود. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه دریا کنید.
- ۲۱۲- حجم محلول را با استیک اسید سرد شده به ۵۰ میلی لیتر برسانید.
- ۲۱۳- ۲ میلی لیتر محلول را با استیک اسید به حجم ۲۵ میلی لیتر برسانید.
- ۲۱۴- نمونه های شاهد را نیز مانند نمونه های اصلی آماده کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۰۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۴۰۰ میکروگرم دی آمین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار اضافه کرده و به حجم برسانید. یک بالن ژوژه را برای نمونه شاهد آماده کنید، به طوری که محلول آن فاقد دی آمین باشد.
 - استانداردهای کاربردی را آماده کنید (مراحل ۴- ۱- آماده سازی)
 - میزان جذب هر محلول را تعیین کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکروگرم دی آمین).

اندازه گیری:

- ۱۹۳- دستگاه اسپکتروفتومتر را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس محلول بدست آمده از مرحله کالیبراسیون را به کووت انتقال دهید.
- تکنیک آنالیز: اسپکتروفتومتری مرئی
 - آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق پارا - دی متیل آمینوبنزن آلدازین

- طول موج: ۴۸۰ نانومتر

۱۹۴- جذب محلول را در طول موج ۴۸۰ نانومتر تعیین کنید.

مداخله گرها:

متیل دی آمین یک مداخله گر است. سایر دی آمین ها می توانند ایجاد تداخل کنند.

محاسبات:

۱۳۷- مقدار دی آمین (برحسب μg) موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (W) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۱۳۸- محاسبه غلظت (C) دی آمین بر حسب mg/m^3 در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg}/\text{m}^3$$

Dimethylamine	دی متیل آمین
124-40-3 :CAS IP8750000 : RTECS	فرمول شیمیایی: $(\text{CH}_3)_2\text{NH}$ وزن مولکولی: ۴۵/۰۸
اسامی مترادف: n-متیل متانامین؛ DMA ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $6/88^\circ\text{C}$ ؛ نقطه ذوب $-92/2^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار mmHg ۱۳۰۷/۲ (۱۷۳/۹ kPa) در 20°C ؛ گستره انفجار ۲/۸٪ تا ۱۴٪ حجمی در هوا	
OSHA: 10ppm	NIOSH: 10 ppm ACGIH: 5 ppm(skin), 5 ppm STEL حدمجاز:
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>دی متیل آمین بسیار قابل انفجار است و بوی شدید آمونیاکی دارد. می تواند موجب بروز آسیب جدی در چشم شود و همچنین به راحتی از طریق پوست جذب می شود. اسید سولفوریک بسیار خورنده بوده و هیدروکسید پتاسیم نیز سوزش آور است. همواره در زیر هود با این ترکیبات کار کنید و از پوشش های حفاظتی مناسب مانند دستکش، عینک ایمنی و روپوش آزمایشگاه استفاده کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۵۱۷- اسید سولفوریک ۱ مولار؛ در محلول آبی ۱۰٪ متانول (۱۰٪ متانول + ۹۰٪ آب)</p> <p>۵۱۸- محلول هیدروکسید پتاسیم (KOH) ۰/۳ مولار</p> <p>۵۱۹- دی متیل آمین، با بالاترین خلوص؛ به صورت محلول آبی ۴۰٪ در بازار موجود است (محصول کمپانی Aldrich یا انواع مشابه آن)</p> <p>۵۲۰- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱ میلی لیتر دی متیل آمین را با آب مقطر به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. غلظت آن را از طریق تیتراسیون توسط اسید سولفوریک بررسی کنید.</p> <p>۵۲۱- نیتروژن، خالص</p> <p>۵۲۲- هیدروژن، خالص</p> <p>۵۲۳- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۹۱- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله قرار گرفته و یک لایه فوم اورتان نیز بخش عقبی محتوی لوله جدا کرده و آن را ثابت نگه می دارد. لوله ها در بازار موجود می باشند.

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

۵۹۳- کیسه های یخ

۵۹۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۵۹۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۵۹۶- سرنگ های ۱، ۱۰ و ۲۰ میکرولیتری

۵۹۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۵۹۸- پیپت ۰/۵، ۱، ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۵۹۹- حمام اولتراسونیک

۶۰۰- سوهان

۶۰۱- انبرک

نمونه برداری:

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

۳۱۵- 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.

۳۱۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

۳۱۷- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با کیسه های یخ برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

- ۲۱۵- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور ببندازید.
- ۲۱۶- ۱ mL از اسید سولفوریک ۰/۱ مولار در محلول آبی متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.
- ۲۱۷- ویال ها را به مدت ۳ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.
- نکته: آب حمام اولتراسونیک ممکن است در طول مدت جداسازی تا 60°C - 50°C گرم شود. بنابراین برای جلوگیری از تبخیر نمونه لازم است درپوش ویال ها را محکم ببندید.
- ۲۱۸- محلول های نمونه را به صورت زیر خنثی سازی کنید:
- چند دقیقه منتظر بمانید تا سیلیکاژل ته نشین شود. سپس ۵۰۰ میکرولیتر از مایع شناور را به یک ویال تمیز انتقال داده و ۵۰۰ میکرولیتر هیدروکسید پتاسیم ۰/۳ مولار به آن اضافه کنید (PH محلول باید از ۱۰ بالاتر باشد). محلول ها را فوراً مورد آنالیز قرار دهید (طبق مراحل ۳-۱ اندازه گیری)
- نکته: برای جلوگیری از هدر رفتن نمونه مطمئن شوید که در هنگام اضافه کردن KOH سیلیکاژل در محلول نباشد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۰۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی مورد نظر کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد دی متیل آمین یا محلول رقیق شده آن در pH - هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری توسط اسید سولفوریک ۰/۱ مولار در محلول آبی متانول به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
 - محلول ها را مانند مرحله ۴ آماده سازی خنثی کنید.
 - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم دی متیل آمین).

- ۲۰۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره غلظت مورد نظر، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی را به همراه شاهدها آماده کنید.
- مقدار مشخصی از سیلیکاژل بخش جلویی لوله نمونه بردار را به یک ویال انتقال دهید.
 - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون دی متیل آمین یا محلول رقیق شده آن را مستقیماً به سیلیکاژل تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده و عمل خنثی سازی را انجام دهید (مراحل ۲-۴ آماده سازی)
 - محلول را به همراه استانداردهای کاربردی و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
 - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم دی متیل آمین بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۲۰۵- 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:

۱۹۵- 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 متیل آمین

- جداساز: ۱ mL محلول رقیق شده اسید سولفوریک در محلول آبی ۱۰٪ متانول

- دمای تزریق: ۱۵۵ °C

- دمای آشکارساز: ۲۰۰ °C

- دمای ستون: ۶۰ °C

- گاز حامل: نیتروژن (۳۰ mL/min)

- ستون: شیشه ای

۱۹۶- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش

می دهد. پیک متانول می تواند در غلظت های کم دی متیل آمین ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۱۳۹- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی متیل آمین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از

دست می رود.

۱۴۰- محاسبه غلظت (C) دی متیل آمین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

dimethylaminobenzene	دی متیل آمینو بنزن
1300-73-8 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_8H_{11}N$
ZE8575000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۲۱/۱۸
اسامی مترادف: ۲،۴-دی متیل آنیلین؛ ۲،۴-زایلیدین	
ویژگی ها: نقطه جوش $214^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $14^{\circ}C$ -؛ فشار بخار 1 mmHg <	
$20^{\circ}C$ در 0.9723 g/mL ؛ دانسیته $20^{\circ}C$ در 0.81 kPa <	
OSHA: 5 ppm (skin)	NIOSH: 2 ppm (skin)
حد مجاز: ACGIH: 0.5 ppm (skin)	
احتیاطات ویژه:	
n-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. دی متیل آمینو بنزن بسیار سمی بوده و مظنون به سرطانزایی است. جذب پوستی آن یک خطر بالقوه است. همیشه در زیر هود با آن کار کنید و لباس حفاظتی مناسب و از دستکش استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۵۲۴- اتانول ۹۵٪؛ خلوص کروماتوگرافی	
۵۲۵- n-هگزان	
۵۲۶- بنزن	
۵۲۷- دی متیل آمینو بنزن؛ خلوص آزمایشگاهی	
۵۲۸- محلول استوک کالیبراسیون دی متیل آمینو بنزن، $97/8\text{ mg/mL}$ ؛ ۱ میلی لیتر دی متیل آمینو بنزن را با n-هگزان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.	
۵۲۹- نیتروژن، خالص	
۵۳۰- هیدروژن، خالص	
۵۳۱- هلیوم، خالص	
۵۳۲- هوا، تصفیه شده و فشرده	

وسایل و تجهیزات لازم:

۶۰۲- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. 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.

۶۰۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۶۰۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۶۰۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۶۰۶- سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۶۰۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۶۰۸- پیپت ۱ و ۲ میلی لیتری

۶۰۹- حمام اولتراسونیک

۶۱۰- سوهان

۶۱۱- انبرک

نمونه برداری:

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

۳۱۹- 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.

۳۲۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰۲ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۲۱۹- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه

را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.

۲۲۰- ۱ mL از اتانول ۹۵٪ را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۲۲۱- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۰۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۱ تا ۳ میلی گرم دی متیل آمینو

بنزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد دی متیل آمینو بنزن یا محلول رقیق شده آن در

n- هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با اتانول ۹۵٪ به حجم ۱۰ 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 (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم دی

متیل آمینو بنزن).

۲۰۷- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در

نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول

استوک کالیبراسیون دی متیل آمینو بنزن یا محلول رقیق شده آن در هگزان را

مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.

- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه

استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم دی متیل آمینو بنزن بازیافت شده ترسیم کنید.

۲۰۸- 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:

۱۹۷- 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): دی متیل آمینو بنزن

- جداساز: ۱ mL اتانول ۹۵٪

- دمای تزریق: ۲۳۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۳۵ °C

- دمای ستون: ۱۷۰ °C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۲۵ mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اتانول ۹۵٪

رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۹۸- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش

می دهد.

محاسبات:

۱۴۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی متیل آمینو بنزن 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۴۲- محاسبه غلظت (C) دی متیل آمینو بنزن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

2,4-dimethylaniline	۲،۴-دی متیل آنیلین
CAS: 1300-73-8 RTECS: ZE8575000	فرمول شیمیایی: $C_8H_{11}N$ وزن مولکولی: ۱۲۱/۱۸ اسامی مترادف: ۲،۴-زایلیدین؛ دی متیل آمینو بنزن ویژگی ها: نقطه جوش $214^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $14^{\circ}C$ ؛ فشار بخار 1 mmHg 0.1 kPa (< 0.1) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته 0.9723 g/mL در $20^{\circ}C$
OSHA: 5 ppm (skin)	حد مجاز: NIOSH: 2 ppm (skin) ACGIH: 0.5 ppm (skin)
احتیاطات ویژه: n-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. ۲،۴-دی متیل آنیلین بسیار سمی بوده و مظنون به سرطانزایی است. جذب پوستی آن یک خطر بالقوه است. همیشه در زیر هود با آن کار کنید و لباس حفاظتی مناسب و از دستکش استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۵۳۳- اتانول ۹۵٪؛ خلوص کروماتوگرافی ۵۳۴- n-هگزان ۵۳۵- بنزن ۵۳۶- ۲،۴-دی متیل آنیلین؛ خلوص آزمایشگاهی ۵۳۷- محلول استوک کالیبراسیون ۲،۴-دی متیل آنیلین، $97/8 \text{ mg/mL}$ ؛ ۱ میلی لیتر ۲،۴-دی متیل آنیلین را با n-هگزان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. ۵۳۸- نیتروژن، خالص ۵۳۹- هیدروژن، خالص ۵۴۰- هلیوم، خالص ۵۴۱- هوا، تصفیه شده و فشرده	

وسایل و تجهیزات لازم:

۶۱۲- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. 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.

۶۱۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۶۱۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۶۱۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۶۱۶- سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۶۱۷- بالن ژورژه ۱۰ میلی لیتری

۶۱۸- پیپت ۱ و ۲ میلی لیتری

۶۱۹- حمام اولتراسونیک

۶۲۰- سوهان

۶۲۱- انبرک

نمونه برداری:

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

۳۲۳- 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.

۳۲۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰۲ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

۲۲۲- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم

شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.

۲۲۳- ۱ mL از اتانول ۹۵٪ را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۲۲۴- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۰۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۱ تا ۳ میلی گرم ۲،۴- دی متیل

آنیلین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۲،۴- دی متیل آنیلین یا محلول رقیق شده آن

در n-هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با اتانول ۹۵٪ به حجم ۱۰ 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 (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم ۲،۴-

دی متیل آنیلین).

۲۱۰- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده

در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول

استوک کالیبراسیون ۲،۴- دی متیل آنیلین یا محلول رقیق شده آن در هگزان را

مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.

- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه

استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۲،۴- دی متیل آنیلین بازیافت شده ترسیم کنید.

۲۱۱- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجد تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

اندازه گیری:

۱۹۹- 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): ۲،۴- دی متیل آنیلین

- جداساز: ۱ mL اتانول ۹۵٪

- دمای تزریق: ۲۳۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۳۵ °C

- دمای ستون: ۱۷۰ °C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۲۵ mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اتانول

۹۵٪ رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد

کنید.

۲۰۰- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سلیکازل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش

می دهد.

محاسبات:

۱۴۳- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجد) ۲،۴- دی متیل آنیلین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه

از دست می رود.

۱۴۴- محاسبه غلظت (C) ۲،۴- دی متیل آنیلین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر

حساب لیتر:

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

2,4-xylydine	۲،۴-زایلیدین
CAS: 1300-73-8 RTECS: ZE8575000	فرمول شیمیایی: $C_8H_{11}N$ وزن مولکولی: ۱۲۱/۱۸
<p>اسامی مترادف: ۲،۴-دی متیل آنیلین؛ دی متیل آمینو بنزن</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش $214^{\circ}C$؛ نقطه ذوب $14^{\circ}C$-؛ فشار بخار 1 mmHg < 0.1 kPa <) در $20^{\circ}C$؛ دانسیته 0.9723 g/mL در $20^{\circ}C$</p>	
OSHA: 5 ppm (skin)	NIOSH: 2 ppm (skin) ACGIH: 0.5 ppm (skin)
<p>حدمجاز:</p> <p>احتیاطات ویژه:</p> <p>n-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. ۲،۴-زایلیدین بسیار سمی بوده و مظنون به سرطانزایی است. جذب پوستی آن یک خطر بالقوه است. همیشه در زیر هود با آن کار کنید و لباس حفاظتی مناسب و از دستکش استفاده کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۵۴۲- اتانول ۹۵٪؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۵۴۳-n-هگزان</p> <p>۵۴۴- بنزن</p> <p>۵۴۵- ۲،۴-زایلیدین؛ خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۵۴۶- محلول استوک کالیبراسیون ۲،۴-زایلیدین، $97/8\text{ mg/mL}$؛ ۱ میلی لیتر ۲،۴-زایلیدین را با n-هگزان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.</p> <p>۵۴۷- نیتروژن، خالص</p> <p>۵۴۸- هیدروژن، خالص</p> <p>۵۴۹- هلیوم، خالص</p> <p>۵۵۰- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۶۲۲- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. 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 kPa ۳/۴ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۶۲۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۶۲۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۶۲۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۶۲۶- سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۶۲۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۶۲۸- پیپت ۱ و ۲ میلی لیتری

۶۲۹- حمام اولتراسونیک

۶۳۰- سوهان

۶۳۱- انبرک

نمونه برداری:

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

۳۲۷- 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.

۳۲۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ - ۰/۰۲ L/min برای عبور حجم هوای ۳ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

- ۲۲۵- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.
- ۲۲۶- ۱ mL از اتانول ۹۵٪ را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۲۲۷- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۱۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۱ تا ۳ میلی گرم ۲،۴-زایلیدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۲،۴-زایلیدین یا محلول رقیق شده آن در n- هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با اتانول ۹۵٪ به حجم ۱۰ 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 (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم ۲،۴-زایلیدین).
- ۲۱۳- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
 - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون ۲،۴-زایلیدین یا محلول رقیق شده آن در هگزان را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
 - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۲،۴-زایلیدین بازیافت شده ترسیم کنید.

۲۱۴- 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:

۲۰۱- 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): ۲،۴-زایلیدین

- جداساز: ۱ mL اتانول ۹۵٪

- دمای تزریق: ۲۳۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۳۵ °C

- دمای ستون: ۱۷۰ °C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۲۵ mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اتانول ۹۵٪ رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۲۰۲- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد.

محاسبات:

۱۴۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲،۴-زایلیدین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۴۶- محاسبه غلظت (C) ۲،۴-زایلیدین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

phenylamine	فنیل آمین
CAS: 62-53-3	فرمول شیمیایی: C ₆ H ₇ N
RTECS: BW6650000	وزن مولکولی: ۹۳/۱۳
	اسامی مترادف: بنزن آمین؛ آمینوبنزن؛ آنیلین
	ویژگی ها: نقطه جوش °C ۱۸۴؛ نقطه ذوب °C -۶؛ فشار بخار (۰/۳ mmHg) (kPa)
	در °C ۲۰؛ دانسیته g/mL ۱/۰۲۲ در °C ۲۰
OSHA: 5 ppm (skin)	حدمجاز:
NIOSH: lowest feasible (carcinogen)	ACGIH: 2 ppm (skin)
	احتیاطات ویژه:
	n-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. فنیل آمین بسیار سمی بوده و مظنون به سرطانزایی است. جذب پوستی آن یک خطر بالقوه است. همیشه در زیر هود با آن کار کنید و لباس حفاظتی مناسب و از دستکش استفاده کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۵۵۱- اتانول ۹۵٪؛ خلوص کروماتوگرافی
	۵۵۲- n-هگزان
	۵۵۳- بنزن
	۵۵۴- فنیل آمین؛ خلوص آزمایشگاهی
	۵۵۵- محلول استوک کالیبراسیون فنیل آمین، ۱۰۲/۲ mg/mL؛ ۱ میلی لیتر فنیل آمین را در ۲ میلی لیتر بنزن حل کرده و با هگزان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
	نکته: می توان بجای بنزن از تولوئن، الکل یا استون استفاده کرد.
	۵۵۶- نیتروژن، خالص
	۵۵۷- هیدروژن، خالص
	۵۵۸- هلیوم، خالص
	۵۵۹- هوا، تصفیه شده و فشرده

وسایل و تجهیزات لازم:

۶۳۲- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. 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.

۶۳۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۶۳۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۶۳۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۶۳۶- سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۶۳۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۶۳۸- پیپت ۱ و ۲ میلی لیتری

۶۳۹- حمام اولتراسونیک

۶۴۰- سوهان

۶۴۱- انبرک

نمونه برداری:

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

۳۳۱- 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.

۳۳۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰۲ برای عبور حجم هوای ۵ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

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

آماده سازی:

- ۲۲۸- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.
- ۲۲۹- ۱ mL از اتانول ۹۵٪ را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۲۳۰- ویال ها را به مدت ۱ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۱۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۱ تا ۳ میلی گرم فنیل آمین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد فنیل آمین یا محلول رقیق شده آن در n-هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با اتانول ۹۵٪ به حجم ۱۰ 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 (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم فنیل آمین).
- ۲۱۶- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون فنیل آمین یا محلول رقیق شده آن در هگزان را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم فنیل آمین بازیافت شده ترسیم کنید.

۲۱۷- 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:

۲۰۳- 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): فنیل آمین

- جداساز: ۱ mL اتانول ۹۵٪

- دمای تزریق: 230°C

- دمای آشکارساز: 245°C

- دمای ستون: 165°C

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (25 mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اتانول ۹۵٪ رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۲۰۴- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می

دهد.

محاسبات:

۱۴۷- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) فنیل آمین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از

دست می رود.

۱۴۸- محاسبه غلظت (C) فنیل آمین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

N-methylmethanamine	n-متیل متانامین
CAS: 124-40-3 RTECS: IP8750000	فرمول شیمیایی: $(\text{CH}_3)_2\text{NH}$ وزن مولکولی: ۴۵/۰۸ اسامی مترادف: دی متیل آمین؛ DMA ویژگی ها: گاز؛ نقطه جوش $6/88^\circ\text{C}$ ؛ نقطه ذوب $-92/2^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار $1307/2\text{ mmHg}$ (۱۳۳/۹ kPa) در 20°C ؛ گستره انفجار ۲/۸ تا ۱۴٪ حجمی در هوا
OSHA: 10ppm	NIOSH: 10 ppm ACGIH: 5 ppm(skin), 5 ppm STEL حد مجاز:
<p style="text-align: center;">احتیاطات ویژه:</p> <p>n-متیل متانامین بسیار قابل انفجار است و بوی شدید آمونیاکی دارد. می تواند موجب بروز آسیب جدی در چشم شود و همچنین به راحتی از طریق پوست جذب می شود. اسید سولفوریک بسیار خورنده بوده و هیدروکسید پتاسیم نیز سوزش آور است. همواره در زیر هود با این ترکیبات کار کنید و از پوشش های حفاظتی مناسب مانند دستکش، عینک ایمنی و روپوش آزمایشگاه استفاده کنید.</p>	
<p style="text-align: center;">مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۵۶۰- اسید سولفوریک ۱ مولار؛ در محلول آبی ۱۰٪ متانول (۱۰٪ متانول + ۹۰٪ آب)</p> <p>۵۶۱- محلول هیدروکسید پتاسیم (KOH) ۰/۳ مولار</p> <p>۵۶۲- n-متیل متانامین، با بالاترین خلوص؛ به صورت محلول آبی ۴۰٪ در بازار موجود است (محصول کمپانی Aldrich یا انواع مشابه آن)</p> <p>۵۶۳- محلول استوک کالیبراسیون؛ ۱ میلی لیتر n-متیل متانامین را با آب مقطر به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. غلظت آن را از طریق تیتراسیون توسط اسید سولفوریک بررسی کنید.</p> <p>۵۶۴- نیتروژن، خالص</p> <p>۵۶۵- هیدروژن، خالص</p> <p>۵۶۶- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	

وسایل و تجهیزات لازم:

۶۴۲- 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 ۴۰/۲۰ مش سیلیکاژل (قسمت جلویی): ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله قرار گرفته و یک لایه فوم اورتان نیز بخش عقبی محتوی لوله جدا کرده و آن را ثابت نگه می دارد. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۶۴۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۶۴۴- کیسه های یخ

۶۴۵- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون

۶۴۶- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۶۴۷- سرنگ های ۱، ۱۰ و ۲۰ میکرولیتری

۶۴۸- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۶۴۹- پیپت ۰/۵، ۱، ۲ و ۱۰ میلی لیتری

۶۵۰- حمام اولتراسونیک

۶۵۱- سوهان

۶۵۲- انبرک

نمونه برداری:

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

۳۳۵- 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.

۳۳۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

۳۳۷- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با کیسه های یخ برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۲۳۱- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه را به همراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.

۲۳۲- ۱ mL از اسید سولفوریک ۰/۱ مولار در محلول آبی متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.

۲۳۳- ویال ها را به مدت ۳ ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

نکته: آب حمام اولتراسونیک ممکن است در طول مدت جداسازی تا $60^{\circ}\text{C} - 50^{\circ}\text{C}$ گرم شود. بنابراین برای جلوگیری از تبخیر نمونه لازم است درپوش ویال ها را محکم ببندید.

۲۳۴- محلول های نمونه را به صورت زیر خنثی سازی کنید:

چند دقیقه منتظر بمانید تا سیلیکاژل ته نشین شود. سپس ۵۰۰ میکرولیتر از مایع شناور را به یک ویال تمیز انتقال داده و ۵۰۰ میکرولیتر هیدروکسید پتاسیم ۰/۳ مولار به آن اضافه کنید (PH محلول باید از ۱۰ بالاتر باشد). محلول ها را فوراً مورد آنالیز قرار دهید (طبق مراحل ۳-۱ اندازه گیری)

نکته: برای جلوگیری از هدر رفتن نمونه مطمئن شوید که در هنگام اضافه کردن KOH سیلیکاژل در محلول نباشد.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۱۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی مورد نظر کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-متیل متانامین یا محلول رقیق شده آن در n-هگزان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری توسط اسید سولفوریک ۰/۱ مولار در محلول آبی متانول به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول ها را مانند مرحله ۴ آماده سازی خنثی کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم n-متیل متانامین).

۲۱۹- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره غلظت مورد نظر، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی را به همراه شاهد‌ها آماده کنید.

- مقدار مشخصی از سیلیکاژل بخش جلویی لوله نمونه بردار را به یک ویال انتقال دهید.
 - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون n-متیل متانامین یا محلول رقیق شده آن را مستقیماً به سیلیکاژل تزریق کنید.

- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
 - محلول های فوق را واجذب کرده و عمل خنثی سازی را انجام دهید (مراحل ۲-۴ آماده سازی)

- محلول را به همراه استانداردهای کاربردی و شاهد‌ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم n-متیل متانامین بازیافت شده ترسیم کنید.

۲۲۰- 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:

۲۰۵- 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): n-متیل متانامین
- جداساز: ۱ mL محلول رقیق شده اسید سولفوریک در محلول آبی ۱۰٪ متانول
- دمای تزریق: ۱۵۵ °C
- دمای آشکارساز: ۲۰۰ °C
- دمای ستون: ۶۰ °C

- گاز حامل: نیتروژن (۳۰ mL/min)

- ستون: شیشه ای

۲۰۶- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: سلیکازل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد. پیک متانول می تواند در غلظت های کم n-متیل متانامین ایجاد تداخل کند.

محاسبات:

۱۴۹- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) n-متیل متانامین 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: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۵۰- محاسبه غلظت (C)n-متیل متانامین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

hydrazine	هیدرازین
<p>CAS: 302-01-2</p> <p>RTECS: MU7175000</p>	<p>فرمول شیمیایی: H_2NNH_2</p> <p>وزن مولکولی: ۳۲/۰۵</p> <p>اسامی مترادف: دی آمین؛ دی آمید</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $113/5^{\circ}C$؛ نقطه ذوب $2^{\circ}C$؛ فشار بخار $14/4 \text{ mmHg}$ (۱/۹۲ kPa) در $25^{\circ}C$؛ دانسیته $1/004 \text{ g/mL}$ در $1/004^{\circ}C$؛ گستره انفجار ۲/۱ تا ۱۹/۳ درصد حجمی در هوا</p>
<p>حدمجاز: OSHA: 1 ppm (skin)</p> <p>NIOSH: 0.03 ppm/120 min C (suspect carcinogen)</p> <p>ACGIH: 0.1 ppm (skin; suspect carcinogen)</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>هیدرازین سرطانزا، سمی و قابل اشتعال بوده و می تواند از راه پوستی جذب شود. استیک اسید و متانول قابل اشتعال هستند. دستکش حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود دارای تهویه مناسب با این ترکیبات کار کنید. از استنشاق بخارات این ترکیبات اجتناب کرده و آنها را دور از جرقه نگه دارید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۵۶۷- هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار؛ ۸/۶ میلی لیتر اسید غلیظ را در بالن زوزه ۱۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید</p> <p>۵۶۸- متانول، خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۵۶۹- محلول استوک کالیبراسیون، 1 mg/mL؛ ۰/۱ میلی لیتر هیدرازین را با متانول به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید</p> <p>۵۷۰- محلول "پارا-دی متیل آمینوبنزن آلدهید" در متانول، ۰/۱۶۸ مولار؛ $12/5$ گرم "پارا-دی متیل آمینوبنزن آلدهید" را به متانول اضافه کرده و محلول را به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید.</p> <p>۵۷۱- استیک اسید منجمد</p>	

۵۷۲- محلول هیدروکسید سدیم، ۱/۸ مولار؛ ۷/۲ گرم هیدروکسید سدیم را به آب مقطر اضافه کرده و محلول را به حجم ۵۰۰ میلی لیتر برسانید

وسایل و تجهیزات لازم:

۶۵۳- نمونه بردار: بابلر میدجت شیشه ای، حاوی ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار
 ۶۵۴- لوله شیشه ای، با طول ۵ cm قطر خارجی ۶ mm، حاوی پشم شیشه
 ۶۵۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
 ۶۵۶- دستگاه اسپکتروفتومتر تنظیم شده در طول موج ۴۸۰ نانومتر، با کووت شیشه ای ۱ سانتی متری

۶۵۷- ویال، ۲۰ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۶۵۸- بالن ژوژه ۲۵، ۵۰، ۱۰۰ و ۵۰۰ میلی لیتری و ۱ لیتری

۶۵۹- پیپت ۱، ۲، ۱۰ و ۱۵ میلی لیتری

۶۶۰- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۶۶۱- سرنگ های ۵۰ میکرولیتری با درجه بندی ۱ میکرولیتری

۶۶۲- کاغذ PH سنجی

نمونه برداری:

۳۳۸- لوله حاوی پشم شیشه را به خروجی نمونه بردار و ورودی پمپ وصل کرده، تا از پمپ محافظت کنید.

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

۳۴۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۷ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

۳۴۱- محلول داخل بابلر را به یک ویال شیشه ای منتقل کنید، بدنه و داخل بابلر را با ۱ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار بشویید. درپوش ویال ها را بسته و برای انتقال آماده کنید.

آماده سازی:

- ۲۳۵- محلول بابلر رابه یک بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید.
- ۲۳۶- ویال را با ۱ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار بشوید. محتوی آن را به بالن ژوژه منتقل کنید.
- ۲۳۷- محلول هیدروکسید سدیم ۱/۸ مولار (معادل ۱ میلی لیتر) را به محلول اضافه کنید، تا محلول خنثی شده یا کمی قلیایی شود.
- ۲۳۸- فوراً ۱۰ میلی لیتر محلول "پارا-دی متیل آمینوبنزن آلدهید" ۰/۱۶۸ مولار را به ویال اضافه کرده و تکان دهید تا اختلاط انجام شود. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه دها کنید.
- ۲۳۹- حجم محلول را با استیک اسید سرد شده به ۵۰ میلی لیتر برسانید.
- ۲۴۰- ۲ میلی لیتر محلول را با استیک اسید به حجم ۲۵ میلی لیتر برسانید.
- ۲۴۱- نمونه های شاهد را نیز مانند نمونه های اصلی آماده کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۲۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۴۰۰ میکروگرم هیدرازین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری به ۱۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۰/۱ مولار اضافه کرده و به حجم برسانید. یک بالن ژوژه را برای نمونه شاهد آماده کنید، به طوری که محلول آن فاقد هیدرازین باشد.
 - استانداردهای کاربردی را آماده کنید (مراحل ۴- ۱- آماده سازی)
 - میزان جذب هر محلول را تعیین کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
 - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکروگرم هیدرازین).

اندازه گیری:

- ۲۰۷- دستگاه اسپکتروفوتومتر را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس محلول بدست آمده از مرحله کالیبراسیون را به کووت انتقال دهید.
- تکنیک آنالیز: اسپکتروفوتومتری مرئی
 - آنالیت (ماده مورد تجزیه): مشتق پارا - دی متیل آمینوبنزن آلدازین

- طول موج: ۴۸۰ نانومتر

۲۰۸- جذب محلول را در طول موج ۴۸۰ نانومتر تعیین کنید.

مداخله گر ها:

متیل هیدرازین یک مداخله گر است. سایر هیدرازین ها می توانند ایجاد تداخل کنند.

محاسبات:

۱۵۱- مقدار هیدرازین (بر حسب μg) موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (W) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۱۵۲- محاسبه غلظت (C) هیدرازین بر حسب mg/m^3 در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{mg}/\text{m}^3$$

مراجع

1. www.cds.gov/niosh/docs/2003-154/method-ihtml
Niosh manual of analytical methods
2. www.worksafebc.com
Guide lines part 5-controlling 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