

جلد چهارم



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



دانشگاه علوم پزشکی تهران  
رژیم‌شناسی محیط زیست

راهنمای شناسایی و ارزشیابی

# عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار

ارزاهات، دست‌انگاره‌های تخصصی مرکز سلامت 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

پاییزه ۱۳۹۱

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

- کد الزامات: ۱-۰۹۰۸-۲۰۲-۲۰۵

- تعداد صفحات: ۴۲۶

### مرکز سلامت محیط و کار:

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

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

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

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

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

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

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

### کمیته فنی تدوین راهنما

نام و نام خانوادگی	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	سیکلوہگزانول
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	هگزاهیدرو کرزول
۱۴۳	هگزاهیدرو متیل 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- اتان دی ال
۱۱۹۴	اتیلن گلیکول
۱۱۹۸	۱،۲- پروپان دی ال
۱۲۰۲	پروپیلن گلیکول
۱۲۰۶	تری اتیلن گلیکول
۱۲۱۰	ب - ۴ - حشره کش ها
۱۲۱۰	۲، ۴-D، ۲-اتیل هگزیل استر
۱۲۱۷	آرتازین
۱۲۲۴	آلاکلور
۱۲۳۱	سیانازین
۱۲۳۸	سیمازین
۱۲۴۵	متولاکلور
۱۲۵۲	ب - ۵ - آفت کش ها
۱۲۵۲	ب - ۵ - ۱ - آفت کش های ارگانونیتروژنه
۱۲۵۲	اُکسامیل
۱۲۵۹	آلدیکرب
۱۲۶۶	بنومیل
۱۲۷۳	پروپوکسور
۱۲۸۰	پروفام
۱۲۸۷	تیوبن کرب
۱۲۹۴	دیورون
۱۳۰۱	فورمتانات
۱۳۰۸	کاپتان

۱۳۱۵	کارباریل
۱۳۲۲	کاربندازیم
۱۳۲۹	کریوفوران
۱۳۳۶	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	اسپکتراسید
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	دیگروتوفوز
۱۴۷۰	سیتیون

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

۱۶۰۷	ج - گازهای معدنی
۱۶۰۷	آرسنیک تری هیدرید
۱۶۱۲	آرسین
۱۶۱۷	آمونیاک
۱۶۲۲	برمین
۱۶۲۷	کربن دی اکسید
۱۶۳۰	دی اکسید گوگرد
۱۶۳۵	دی اکسید نیتروژن
۱۶۳۹	کربنیک اسید
۱۶۴۲	کربنیک اکسید
۱۶۴۴	کلرین
۱۶۴۹	کربن مونو اکسید
۱۶۵۱	مونو اکسید 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



ب- آرسول های آلی  
ب-۱- هیدروکربن های آروماتیک چند هسته ای

اسنفتن	acenaphthene
<p>فرمول شیمیایی: <math>C_{12}H_{10}</math></p> <p>وزن مولکولی: ۱۵۴/۲۱</p> <p>اسامی مترادف:-</p> <p>ویژگی ها: نقطه ذوب <math>96/2^{\circ}C</math>؛ نقطه جوش <math>279^{\circ}C</math></p>	<p>CAS: 83-32-9</p> <p>RTECS: AB1000000</p>
<p>حدمجاز: -</p>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>اسنفتن سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۲- تولوئن، آفت کش</p> <p>۳- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۴- استانداردهای مرجع اسنفتن، مناسب برای ترکیبات حاوی اسنفتن نمونه برداری شده</p> <p>۵- محلول های استاندارد، <math>0/25 \text{ mg/ml}</math>. خلوص استانداردهای مرجع اسنفتن را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر PAH را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. مگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۶- هلیوم، پیش تصفیه شده</p>	

۷- هیدروژن، خشک

۸- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelman Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد. نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل پوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخشش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳- فویل آلومینیومی

۴- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۵- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۶- لوله کشت،  $100 \times 13$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۷- پنس

۸- فیلترها،  $0/45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۹- پیت ۵ میلی لیتری

۱۰- سرنگ یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۱۱- حمام اولتراسونیک

۱۲- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۱۳- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۴- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۲- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت اسفنتن است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل اسفنتن شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. اسنفتن ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت اسنفتن را در نمونه ها دارد شناسایی کنید..
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار اسنفتن آنالیز کنید. جرم کلی اسنفتن بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار اسنفتن را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۴- اسنفتن را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر بک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
  - مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسایید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲/۰، ۵/۰، و ۰/۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از اسفنتن در هر نمونه)
- ۲- راندمان جداسازی و بازیافت
  - راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
  - (۱) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروبیپت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
  - (۲) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروبیپت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۳- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۴۵۰- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): اسفتن

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C

- برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰ °C در ۴ °C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۴۵۱- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۴۵۲- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی اسفتن ۸/۳۷ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۱- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) اسنفتن موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۲- غلظت (C) اسنفتن را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

ortho-biphenylenemethane	اورتو-بی فنیلن متان
CAS: 86-73-7 RTECS: LL5670000	فرمول شیمیایی: C <sub>13</sub> H <sub>10</sub> وزن مولکولی: ۱۶۶/۲۲ اسامی مترادف: فلونورین ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۱۶؛ نقطه جوش °C ۲۹۵-۲۹۳
<b>احتیاطات ویژه:</b> اورتو-بی فنیلن متان سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۹- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۱۰- تولوئن، آفت کش ۱۱- آب مقطر دیونیزه شده ۱۲- استانداردهای مرجع اورتو-بی فنیلن متان ، مناسب برای ترکیبات حاوی اورتو-بی فنیلن متان نمونه برداری شده ۱۳- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع اورتو-بی فنیلن متان را توسط GC/FID ، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر PAH را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. مگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۱۴- هلیوم، پیش تصفیه شده ۱۵- هیدروژن، خشک ۱۶- هوای تصفیه شده	



**وسایل و تجهیزات لازم:**

۱۵- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2\ \mu\text{m}$ ، و قطر  $37\ \text{mm}$  (Gelman Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37\ \text{mm}$  و قطر داخلی  $32\ \text{mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد. نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلیبی لوله:  $100\ \text{mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50\ \text{mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2\ \text{L}/\text{min}$  باید  $2-1/6$  تا  $15$  تا  $20$  سانتی متر آب باشد.

۱۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2\ \text{L}/\text{min}$  در  $8$  ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۷- فویل آلومینیومی

۱۸- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۹- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۲۰- لوله کشت،  $100 \times 13\ \text{mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۱- پنس

۲۲- فیلترها،  $0.45\ \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۳- پیپت  $5$  میلی لیتری

۲۴- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100\ \mu\text{L}$

۲۵- حمام اولتراسونیک

۲۶- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۲۷- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۸- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت اورتو-بی فنیلن متان است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل اورتو-بی فنیلن متان شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.

- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. اورتو-بی فنیلن متان ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت اورتو-بی فنیلن متان را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار اورتو-بی فنیلن متان آنالیز کنید. جرم کلی اورتو-بی فنیلن متان بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار اورتو-بی فنیلن متان را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۹- اورتو-بی فنیلن متان را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
  - ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
  - نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.

۱۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم از اورتو-بی فیلین متان در هر نمونه)
- ۵- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۳) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۴) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۶- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

- ۴۵۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): اورتو-بی فنیلن متان
  - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
  - دمای تزریق: ۲۰۰°C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰°C
  - برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min
  - گاز حامل: هلیوم
  - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
- ۴۵۴- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
- ۴۵۵- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
  - نکته ۱: زمان ماند تقریبی اورتو-بی فنیلن متان ۱۰/۵ دقیقه است.
  - نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
  - نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

### مداخله گرها:

- هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

- ۳- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) اورتو-بی فنیلن متان موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.
- ۴- غلظت (C) اورتو-بی فنیلن متان را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

Idryl	ایدریل
206-44-0: CAS LL4025000: RTECS	فرمول شیمیایی: $C_{16}H_{10}$ وزن مولکولی: ۲۰۲/۲۶ اسامی مترادف: بنزو[ <i>jk</i> ]فلوئورین؛ فلوئورانترین ویژگی ها: نقطه ذوب $110^{\circ}C$ ؛ نقطه جوش $384^{\circ}C$
<b>احتیاطات ویژه:</b> ایدریل سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکاررفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۷- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلو هگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۱۸- تولوئن، آفت کش ۱۹- آب مقطر دیونیزه شده ۲۰- استانداردهای مرجع ایدریل، مناسب برای ترکیبات حاوی ایدریل نمونه برداری شده ۲۱- محلول های استاندارد، $0.25 \text{ mg/ml}$ . خلوص استانداردهای مرجع ایدریل را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از ایدریل را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۲۲- هلیوم، پیش تصفیه شده ۲۳- هیدروژن، خشک ۲۴- هوای تصفیه شده	

## وسایل و تجهیزات لازم:

۲۹- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2\ \mu\text{m}$ ، و قطر  $37\ \text{mm}$  (CA, Pleasantown, Memnrana, Gelman Zefluor)، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37\ \text{mm}$  و قطر داخلی  $32\ \text{mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد. نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100\ \text{mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50\ \text{mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2\ \text{L/min}$  باید  $2-1/6\ \text{kPa}$  (۱۵ تا  $20$  سانتی متر آب) باشد.

۳۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2\ \text{L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۱- فویل آلومینیومی

۳۲- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۳- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۳۴- لوله کشت،  $100 \times 13\ \text{mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۵- پنس

۳۶- فیلترها،  $0/45\ \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)۳۷- پیپت  $5$  میلی لیتری۳۸- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100\ \mu\text{L}$



۳۹- حمام اولتراسونیک

۴۰- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۴۱- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۴۲- روشیابی در آزمایشگاه: لامپ التهایبی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۱۲- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت ایدریل است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل ایدریل شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهایبی استفاده کنید.

۱۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۱۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو

- آن به حالت تعادل در آید.
- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهاگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. ایدریل ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت ایدریل را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار ایدریل آنالیز کنید. جرم کلی ایدریل بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار ایدریل را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۴- ایدریل را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
  - ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.

- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۱۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۷- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
  - مقداری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از ایدریل در هر نمونه)
- ۸- راندمان جداسازی و بازیافت
  - راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
  - (۵) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
  - (۶) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از

اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

- ۴۵۶- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): ایدریل
  - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
  - دمای تزریق: ۲۰۰°C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰°C
  - برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰°C در ۴°C/min
  - گاز حامل: هلیوم
  - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
- ۴۵۷- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
- ۴۵۸- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
  - نکته ۱: زمان ماند تقریبی ایدریل ۲۱/۴ دقیقه است.
  - نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
  - نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود

می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

#### محاسبات:

۵- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ایدریل موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۶- غلظت (C) ایدریل را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

anthracene	آنتراسین
CAS: 120-12-7 RTECS: CA9350000	فرمول شیمیایی: C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> وزن مولکولی: ۱۷۸/۲۳ اسامی مترادف:- ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۲۱۸؛ نقطه جوش °C ۳۴۰
حد مجاز: OSHA: 0.2 mg/m <sup>3</sup>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> آنتراسین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۲۵- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلو هگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۲۶- تولوئن، آفت کش ۲۷- آب مقطر دیونیزه شده ۲۸- استانداردهای مرجع آنتراسین، مناسب برای ترکیبات حاوی آنتراسین نمونه برداری شده ۲۹- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص هر کدام از استانداردهای مرجع آنتراسین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از آنتراسین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۳۰- هلیوم، پیش تصفیه شده ۳۱- هیدروژن، خشک ۳۲- هوای تصفیه شده	

## وسایل و تجهیزات لازم:

۴۳- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2\ \mu\text{m}$ ، و قطر  $37\ \text{mm}$  (CA, Pleasantown, Memnrana, Zefluor Gelman، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37\ \text{mm}$  و قطر داخلی  $32\ \text{mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل پوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100\ \text{mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50\ \text{mg}$ ) (43 ORBO Supelco یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2\ \text{L}/\text{min}$  باید  $2-1/6$  تا  $15$  سانتی متر آب) باشد.

۴۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2\ \text{L}/\text{min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۴۵- فویل آلومینیومی

۴۶- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۴۷- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۴۸- لوله کشت،  $1000 \times 13\ \text{mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۴۹- پنس

۵۰- فیلترها،  $0/45\ \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۵۱- پیپت ۵ میلی لیتری

۵۲- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100 \mu\text{L}$

۵۳- حمام اولتراسونیک

۵۴- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۵۵- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۵۶- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۱۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت آنتراسین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم ببندید.

۲۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل آنتراسین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای

محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۱۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۱۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.



- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل در آید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلو هگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. آنتراسین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت آنتراسین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار آنتراسین آنالیز کنید. جرم کلی آنتراسین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار آنتراسین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۹- آنتراسین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۲۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۰- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از آنتراسین در هر نمونه)
- ۱۱- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۷) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۸) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۱۲- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۴۵۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آنتراسین
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
- دمای تزریق: ۲۰۰ °C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰ °C در ۴ °C/min
- گاز حامل: هلیوم
- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۴۶۰- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۴۶۱- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی آنتراسین ۱۵/۳ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۷- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) آنتراسین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۸- غلظت (C) آنتراسین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

benz[a]anthracene	بنز[ا]آنتراسین
CAS: 56-55-3 RTECS: CV9275000	فرمول شیمیایی: C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> وزن مولکولی: ۲۲۸/۲۹ اسامی مترادف: ۱،۲-بنزآنتراسین؛ تترافین؛ بنزو[b]فنانترین ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۶۷-۱۶۲؛ نقطه جوش °C ۴۳۵
<b>حدمجاز: -</b>	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>بنز[ا]آنتراسین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکاررفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۳۳- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۳۴- تولوئن، آفت کش</p> <p>۳۵- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۳۶- استانداردهای مرجع بنز[ا]آنتراسین، مناسب برای ترکیبات حاوی بنز[ا]آنتراسین نمونه برداری شده</p> <p>۳۷- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع بنز[ا]آنتراسین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از بنز[ا]آنتراسین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۳۸- هلیوم، پیش تصفیه شده</p> <p>۳۹- هیدروژن، خشک</p>	

۴۰- هوای تصفیه شده

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۵۷- نمونه بردار:

- فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  ( CA, Pleasantown, Memnrana, Zefluor Gelman، یا مشابه آنها)، دارای یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل پوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلوبوی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) ( 43 ORBO Supelco یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6$  تا  $15$  (۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۵۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۵۹- فویل آلومینیومی

۶۰- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۶۱- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۶۲- لوله کشت،  $13 \times 100 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۶۳- پنس

۶۴- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۶۵- بیت ۵ میلی لیتری

۶۶- سرنگ یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۶۷- حمام اولتراسونیک

۶۸- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۶۹- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۷۰- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهایبی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### 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- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر

روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در

محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت بنز[a] آنتراسین است، بگیرید.

نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۲۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای

جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و

آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن

ضروری است.

۲۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم پیچید.

۲۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل بنز[a] آنتراسین شود. از لامپ فلورسنت زرد

دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهایبی استفاده کنید.

۲۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۲۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل در آید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلو هگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. بنز[a] آنتراسین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنز[a] آنتراسین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنز[a] آنتراسین آنالیز کنید. جرم کلی بنز[a] آنتراسین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار بنز[a] آنتراسین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۲۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۲۴- بنز[a] آنتراسین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.



- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۲۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۳- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژورنه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از بنز[a])  
آنتراسین در هر نمونه)
- ۱۴- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۹) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۱۰) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۳ و ۴ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از  $\pm 5\%$  بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۱۵- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۴۶۲- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنز[a]آنتراسین
  - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
  - دمای تزریق:  $200^{\circ}\text{C}$
  - دمای آشکارساز:  $250^{\circ}\text{C}$
  - برنامه ریزی دمایی:  $130-290^{\circ}\text{C}$  در  $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$
  - گاز حامل: هلیوم
  - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
  - ۴۶۳- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
  - ۴۶۴- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
- نکته ۱: زمان ماند تقریبی بنز[a]آنتراسین ۲۹/۴ دقیقه است.
- نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

- ۹- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنز[a] آنتراسین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.
- ۱۰- غلظت (C) بنز[a] آنتراسین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

benz[e]acephenanthrylene	بنز[e]اسفنانتیریلن
<p>CAS: 205-99-2</p> <p>RTECS: CU1400000</p> <p>اسامی مترادف: ۳،۴-بنزوفلوئورانترین؛ ۲،۳-بنزوفلوئورانترین؛ بنزو[b]فلورانترین؛ B<sub>[b]F</sub></p> <p>ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۶۸</p>	<p>فرمول شیمیایی: C<sub>20</sub>H<sub>12</sub></p> <p>وزن مولکولی: ۲۵۲/۳۲</p>
<b>حدمجاز: مظنون به سرطانزایی: ACGIH</b>	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>بنز[e]اسفنانتیریلن سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۴۱- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۴۲- تولوئن، آفت کش</p> <p>۴۳- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۴۴- استانداردهای مرجع بنز[e]اسفنانتیریلن، مناسب برای ترکیبات حاوی بنز[e]اسفنانتیریلن نمونه برداری شده</p> <p>۴۵- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع بنز[e]اسفنانتیریلن را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر بنز[e]اسفنانتیریلن را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۴۶- هلیوم، پیش تصفیه شده</p> <p>۴۷- هیدروژن، خشک</p>	

۴۸- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۷۱- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelman Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۷۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۷۳- فویل آلومینیومی

۷۴- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۷۵- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۷۶- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۷۷- پنس

۷۸- فیلترها،  $0/45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۷۹- پیمپ ۵ میلی لیتری

۸۰- سرنگ یا میکروپیمپ،  $1-100 \mu\text{L}$

۸۱- حمام اولتراسونیک

۸۲- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۸۳- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۸۴- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۲۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت بنز[e]اسفنانتریلن است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۲۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۲۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۳۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل بنز[e]اسفنانتریلن شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۲۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۲۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل در آید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. بنز[e]اسفنانتریلن ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنز[e]اسفنانتریلن را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنز[e]اسفنانتریلن آنالیز کنید. جرم کلی بنز[e]اسفنانتریلن بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار بنز[e]اسفنانتریلن را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۲۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۲۹- بنز[e]اسفنانتریلن را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۳۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۶- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از بنز[e]اسفنانتریلن در هر نمونه)
- ۱۷- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
  - (۱۱) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
  - (۱۲) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را



- انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
  - ۱۸- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

- ۴۶۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
    - آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنز[e]اسفناترلین
    - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
    - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
    - دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
    - برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰ °C در ۴ °C/min
    - گاز حامل: هلیوم
    - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
  - ۴۶۶- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
  - ۴۶۷- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
- نکته ۱: زمان ماند تقریبی بنز[e]اسفناترلین ۳۵/۱ دقیقه است.
- نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۱۱- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنز[e]اسفنانتریلین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۱۲- غلظت (C) بنز[e]اسفنانتریلین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

1,2-benzanthracene	۱،۲-بنزآنتراسین
CAS: 56-55-3 RTECS: CV9275000	فرمول شیمیایی: C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> وزن مولکولی: ۲۲۸/۲۹ اسامی مترادف: بنز[ا]آنتراسین؛ تترافین؛ بنزو[ب]فنانترین ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۶۷-۱۶۲؛ نقطه جوش °C ۴۳۵
<b>حدمجاز: -</b>	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>۱،۲-بنزآنتراسین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۴۹- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۵۰- تولوئن، آفت کش</p> <p>۵۱- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۵۲- استانداردهای مرجع ۱،۲-بنزآنتراسین، مناسب برای ترکیبات حاوی ۱،۲-بنزآنتراسین نمونه برداری شده</p> <p>۵۳- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع ۱،۲-بنزآنتراسین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از ۱،۲-بنزآنتراسین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p>	

۵۴- هلیوم، پیش تصفیه شده

۵۵- هیدروژن، خشک

۵۶- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۸۵- نمونه بردار:

- فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (CA, Pleasantown, Memnrana, Gelman Zefluor، یا مشابه آنها)، دارای یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل پوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا  $20$  سانتی متر آب) باشد.

۸۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۸۷- فویل آلومینیومی

۸۸- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۸۹- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۹۰- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۹۱- پنس

۹۲- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۹۳- پیپت ۵ میلی لیتری

۹۴- سرننگ یا میکروپیپت،  $1-100 \mu\text{L}$

۹۵- حمام اولتراسونیک

۹۶- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۹۷- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۹۸- روشیابی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۳۲- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت ۱،۲-بنزآنتراسین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۳۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۳۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۳۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل ۱،۲-بنزآنتراسین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

- ۳۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.
- ۳۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.
- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلو هگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. ۱،۲-بنزآنتراسین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت ۱،۲-بنزآنتراسین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار ۱،۲-بنزآنتراسین آنالیز کنید. جرم کلی ۱،۲-بنزآنتراسین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار ۱،۲-بنزآنتراسین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۳۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۳۴- ۱،۲-بنزآنتراسین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک

- لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
- ۵ میلی لیتر تولونن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
  - نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۳۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۹- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولونن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از ۰.۲- بنزآنتراسین در هر نمونه)
- ۲۰- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۱۳) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۱۴) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه

کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۲۱- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

#### اندازه گیری:

۴۶۸- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۱،۲-بنزآنتراسین

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰°C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰°C

- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۴۶۹- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۴۷۰- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی ۱،۲-بنزآنتراسین ۲۹/۴ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها



مناسب تر باشد.

### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

### محاسبات:

۱۳- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۱،۲-بنزآنتراسین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۱۴- غلظت (C) ۱،۲-بنزآنتراسین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

benzo[ghi]perylene	بنزو[ghi] پیریلن
CAS: 191-24-2 RTECS: DI6200500	فرمول شیمیایی: C <sub>22</sub> H <sub>12</sub> وزن مولکولی: ۲۷۶/۳۴ اسامی مترادف: ۱،۱۲-بنزوپیریلین ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۲۷۳
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>بنزو[ghi] پیریلن سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکاررفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۵۷- حلال جهت استخراج از فیلتتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۵۸- تولوئن، آفت کش</p> <p>۵۹- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۶۰- استانداردهای مرجع بنزو[ghi] پیریلن ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[ghi] پیریلن نمونه برداری شده</p> <p>۶۱- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنزو[ghi] پیریلن را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر بنزو[ghi] پیریلن را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۶۲- هلیوم، پیش تصفیه شده</p> <p>۶۳- هیدروژن، خشک</p> <p>۶۴- هوای تصفیه شده</p>	

## وسایل و تجهیزات لازم:

۹۹- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelma Zefluor، Pleasantown، Memnrana، CA، یا مشابه آنها)، دارای یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخشش جلیبی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخشش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۰۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۰۱- فویل آلومینیومی

۱۰۲- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۰۳- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۱۰۴- لوله کشت،  $100 \times 13$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۰۵- پنس

۱۰۶- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۰۷- پیپت  $5$  میلی لیتری

۱۰۸- سرنگ یا میکروبیوت،  $1-100 \mu\text{L}$

۱۰۹- حمام اولتراسونیک

۱۱۰- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۱۱۱- بالن ژوزه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۱۲- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۳۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت بنزو[ghi]پیریلن است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۳۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۳۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۴۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل بنزو[ghi]پیریلن شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۳۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۳۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو

آن به حالت تعادل درآید.

- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
- جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
- نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. بنزو[ghi] پیریلن ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنزو[ghi] پیریلن را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
- محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنزو[ghi] پیریلن آنالیز کنید. جرم کلی بنزو[ghi] پیریلن بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
- حلالی را که بیشترین مقدار بنزو[ghi] پیریلن را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.

۳۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.

- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
- درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
- نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.

۳۹- بنزو[ghi] پیریلن را از حلال جدا کنید.

- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
- محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.

- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.  
 ۴۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۲- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲/۰، ۵/۰، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از هر بنزو[ghi] پیریلن در هر نمونه)
- ۲۳- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۱۵) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۱۶) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از

اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۲۴- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

- ۴۷۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنزو[ghi]پیریلن
  - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
  - دمای تزریق: ۲۰۰°C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰°C
  - برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min
  - گاز حامل: هلیوم
  - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
- ۴۷۲- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
- ۴۷۳- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
  - نکته ۱: زمان ماند تقریبی بنزو[ghi]پیریلن ۴۵/۶ دقیقه است.
  - نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
  - نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۱۵- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[ghi]پیریلن موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۱۶- غلظت (C) بنزو[ghi]پیریلن را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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



benzo[e]pyrene	بنزو[e] پیرن
CAS: 192-97-2 RTECS: DJ4200000	فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$ وزن مولکولی: ۲۵۲/۳۲ اسامی مترادف: ۱،۲-بنزوپیرن؛ ۵،۴-بنزوپیرن؛ B[e]P ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۷۹-۱۷۸
حدمجاز: -	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>بنزو[e] پیرن سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۶۵- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۶۶- تولوئن، آفت کش</p> <p>۶۷- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۶۸- استانداردهای مرجع بنزو[e] پیرن ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[e] پیرن نمونه برداری شده</p> <p>۶۹- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنزو[e] پیرن را توسط GC/FID ، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر بنزو[e] پیرن را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خشک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۷۰- هلیوم، پیش تصفیه شده</p> <p>۷۱- هیدروژن، خشک</p>	

۷۲- هوای تصفیه شده

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۱۱۳- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  ( CA, Pleasantown, Memnrana, Zefluor Gelman، یا مشابه آنها)، دارای یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل پوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) ( 43 ORBO Supelco یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۱۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۱۵- فویل آلومینیومی

۱۱۶- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۷- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۱۱۸- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۹- پنس

۱۲۰- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۲۱- پیت ۵ میلی لیتری

۱۲۲- سرنگک یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۱۲۳- حمام اولتراسونیک

۱۲۴- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۱۲۵- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۲۶- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### 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- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت بنزو[e] پیرن است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۴۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۴۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۴۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل بنزو[e] پیرن شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای

محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۴۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۴۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلترهای نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. بنزو[e] پیرن ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنزو[e] پیرن را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنزو[e] پیرن آنالیز کنید. جرم کلی بنزو[e] پیرن بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار بنزو[e] پیرن را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۴۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۴۴- بنزو[e] پیرن را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولون به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
  - نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۴۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۵- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم از هر بنزو[e]پرن در هر نمونه)
- ۲۶- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
  - (۱۷) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
  - (۱۸) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۲۷- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

#### اندازه گیری:

۴۷۴- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنزو[e] پیرن
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
- دمای تزریق: ۲۰۰ °C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
- برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰ °C در ۴ °C/min
- گاز حامل: هلیوم
- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
- ۴۷۵- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
- ۴۷۶- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی بنزو[e] پیرن ۳۶/۴ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گره‌های زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلو هگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

#### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۱۷- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[e] پیرن موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۱۸- غلظت (C) بنزو[e] پیرن را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

benzo[a]pyrene	بنزو[a]پیرن
CAS: 50-32-8 RTECS: DJ3675000	فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$ وزن مولکولی: ۲۵۲/۳۲ اسامی مترادف: ۳،۴-بنزوپیرن؛ ۶،۷-بنزوپیرن؛ BP، B[a]P ویژگی ها: نقطه ذوب $179^{\circ}C$ ؛ نقطه جوش $495^{\circ}C$
ACGIH: مظنون به سرطانزایی	OSHA: $0.2 \text{ mg/m}^3$ NIOSH: $0.1 \text{ mg/m}^3$
<b>احتیاطات ویژه:</b> بنزو[a]پیرن سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۷۳- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۷۴- تولوئن، آفت کش ۷۵- آب مقطر دیونیزه شده ۷۶- استانداردهای مرجع بنزو[a]پیرن، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[a]پیرن نمونه برداری شده ۷۷- محلول های استاندارد، $0.25 \text{ mg/ml}$ . خلوص استانداردهای مرجع بنزو[a]پیرن را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر بنزو[a]پیرن را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۷۸- هلیوم، پیش تصفیه شده	



۷۹- هیدروژن، خشک

۸۰- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۲۷- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Zefluor Gelman, Memnrana, Pleasantown, CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخشش جلسویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخشش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (43 ORBO Supelco یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۲۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۲۹- فویل آلومینیومی

۱۳۰- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۱- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۱۳۲- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۳- پنس

۱۳۴- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۳۵- پیت ۵ میلی لیتری

۱۳۶- سرنگ یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۱۳۷- حمام اولتراسونیک

۱۳۸- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۱۳۹- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۴۰- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۴۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت بنزو[a]پیرن است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۴۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تضعیف و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۴۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۵۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل بنزو[a]پیرن شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای

محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۴۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۴۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
- جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلو هگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
- نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. بنزو[a] پیرن ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنزو[a] پیرن را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
- محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنزو[a] پیرن آنالیز کنید. جرم کلی بنزو[a] پیرن بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
- حلالی را که بیشترین مقدار بنزو[a] پیرن را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.

۴۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.

- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
- درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
- نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.

۴۹- بنزو[a] پیرن را از حلال جدا کنید.

- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
- محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به

لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۵۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۸- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
  - مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲، ۵، ۱۰، ۲۰، ۵۰ و ۱۰۰ میلیگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از هر بنزو[a]پیرن در هر نمونه)
- ۲۹- راندمان جداسازی و بازیافت
  - راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
  - (۱۹) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
  - (۲۰) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۳۰- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

#### اندازه گیری:

- ۴۷۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنزو[a]پیرن
  - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
  - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
  - برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰ °C در ۴ °C/min
  - گاز حامل: هلیوم
  - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
- ۴۷۸- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
- ۴۷۹- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
  - نکته ۱: زمان ماند تقریبی بنزو[a]پیرن ۳۶/۲ دقیقه است.
  - نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
  - نکته ۳: اگر نمونه مداخله گریزی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۱۹- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[a] پیرن موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۲۰- غلظت (C) بنزو[a] پیرن را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

Benzo[b]fluoranthene	بنزو [b] فلورانتین
CAS: 205-99-2	فرمول شیمیایی: C <sub>20</sub> H <sub>12</sub>
RTECS: CU1400000	وزن مولکولی: ۲۵۲/۳۲
<p>اسامی مترادف: ۳،۴-بنزوفلوئوراننتین ؛ ۲،۳-بنزوفلوئوراننتین ؛ بنز[e]اسفانتریلین ؛ B<sub>[b]</sub>F</p> <p>ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۶۸</p>	
<p>حدمجاز: مظنون به سرطانزایی: ACGIH:</p>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>بنزو [b] فلورانتین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۸۱- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلو هگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۸۲- تولوئن، آفت کش</p> <p>۸۳- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۸۴- استانداردهای مرجع بنزو [b] فلورانتین ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو [b] فلورانتین نمونه برداری شده</p> <p>۸۵- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنزو [b] فلورانتین را توسط GC/FID ، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر بنزو [b] فلورانتین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۸۶- هلیوم، پیش تصفیه شده</p> <p>۸۷- هیدروژن، خشک</p>	

۸۸- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۴۱- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  ( CA, Pleasantown, Memnrana, Zefluor Gelman، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) ( 43 ORBO Supelco یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۴۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۴۳- فویل آلومینیومی

۱۴۴- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۵- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۱۴۶- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۷- پنس

۱۴۸- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE، (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)



۱۴۹- پیت ۵ میلی لیتری

۱۵۰- سرنگ یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۱۵۱- حمام اولتراسونیک

۱۵۲- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۱۵۳- بالن ژوزه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۵۴- روشیابی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۵۲- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت بنزو[b] فلورانتین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۵۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۵۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۵۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل بنزو[b] فلورانتین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۵۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۵۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلترهای نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلو هگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. بنزو[b] فلورانتین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنزو[b] فلورانتین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنزو[b] فلورانتین آنالیز کنید. جرم کلی بنزو[b] فلورانتین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار بنزو[b] فلورانتین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۵۳- نمونه راز فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۵۴- بنزو[b] فلورانتین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۵۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۳۱- روزانه با حداقل شش استاندارد کابردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲/۰، ۵/۰، و ۵/۰ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از بنزو[b] فلورانتین در هر نمونه)
- ۳۲- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۲۱) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۲۲) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۳۳- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۴۸۰- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنزو [b] فلورانتین

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C

- برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰ °C در ۴ °C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۴۸۱- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۴۸۲- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی بنزو [b] فلورانتین ۳۵/۱ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۲۱- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[b] فلورانتین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۲۲- غلظت (C) بنزو[b] فلورانتین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

benzo[jk]fluorene	بنزو[ <i>jk</i> ]فلوئورین
CAS: 206-44-0 RTECS: LL4025000	فرمول شیمیایی: C <sub>16</sub> H <sub>10</sub> وزن مولکولی: ۲۰۲/۲۶ اسامی مترادف: فلوئورانتین؛ ایدریل ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۱۰؛ نقطه جوش °C ۳۸۴
حدمجاز: -	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>بنزو[<i>jk</i>]فلوئورین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۸۹- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۹۰- تولوئن، آفت کش</p> <p>۹۱- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۹۲- استانداردهای مرجع بنزو[<i>jk</i>]فلوئورین ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[<i>jk</i>]فلوئورین نمونه برداری شده</p> <p>۹۳- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنزو[<i>jk</i>]فلوئورین را توسط GC/FID ، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از بنزو[<i>jk</i>]فلوئورین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر در جای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۹۴- هلیوم، پیش تصفیه شده</p> <p>۹۵- هیدروژن، خشک</p>	

۹۶- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۵- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (CA, Pleasantown, Memnrana, Zefluor Gelman، یا مشابه آنها)، دارای یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.  
نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخشش جلسویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخشش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (43 ORBO Supelco یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۵۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۵۷- فویل آلومینیومی

۱۵۸- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۵۹- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۱۶۰- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۶۱- پنس

۱۶۲- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۶۳- پیت ۵ میلی لیتری

۱۶۴- سرنگ یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۱۶۵- حمام اولتراسونیک

۱۶۶- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۱۶۷- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۶۸- روشیابی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۵۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت بنزو[ $k$ ]فلوئورین است، بگیرید.

نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۵۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۵۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۶۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل بنزو[ $k$ ]فلوئورین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۵۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۵۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.



- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل در آید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلو هگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. بنزو[ $k$ ]فلوئورین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنزو[ $k$ ]فلوئورین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنزو[ $k$ ]فلوئورین آنالیز کنید. جرم کلی بنزو[ $k$ ]فلوئورین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار بنزو[ $k$ ]فلوئورین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۵۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
- نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۵۹- بنزو[ $k$ ]فلوئورین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۶۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۳۴- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از بنزو[*k*]فلوئورین در هر نمونه)
- ۳۵- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۲۳) فیلترها، با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۲۴) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۳۶- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۴۸۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنزو[*k*]فلوئورین

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰°C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰°C

- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۴۸۴- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۴۸۵- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی بنزو[*k*]فلوئورین ۲۱/۴ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۲۳- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[jk]فلوئورین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۲۴- غلظت (C) بنزو[jk]فلوئورین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

benzo[a]phenanthrene	بنزو[ <i>a</i> ]فنانتترین
218-01-9 :CAS GC0700000 :RTECS	فرمول شیمیایی: C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> وزن مولکولی: ۲۲۸/۲۹ اسامی مترادف: ۱،۲-بنزوفنانتترین؛ کریسین ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۲۵۶-۲۵۵؛ نقطه جوش °C ۴۴۸
ACGIH: مظنون به سرطانزایی NIOSH: کمترین حد ممکن (سرطانزا)	OSHA: 0.2 mg/m <sup>3</sup> حدمجاز:
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>بنزو[<i>a</i>]فنانتترین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۹۷- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۹۸- تولوئن، آفت کش</p> <p>۹۹- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۱۰۰- استانداردهای مرجع بنزو[<i>a</i>]فنانتترین ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[<i>a</i>]فنانتترین نمونه برداری شده</p> <p>۱۰۱- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنزو[<i>a</i>]فنانتترین را توسط GC/FID ، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر بنزو[<i>a</i>]فنانتترین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۱۰۲- هلیوم، پیش تصفیه شده</p>	

۱۰۳- هیدروژن، خشک

۱۰۴- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۶۹- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2\ \mu\text{m}$ ، و قطر  $37\ \text{mm}$  (Gelman Zeflur، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37\ \text{mm}$  و قطر داخلی  $32\ \text{mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100\ \text{mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50\ \text{mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2\ \text{L/min}$  باید  $2-1/6\ \text{kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۷۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2\ \text{L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۷۱- فویل آلومینیومی

۱۷۲- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۳- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۱۷۴- لوله کشت،  $100 \times 13\ \text{mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۵- پنس

۱۷۶- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۷۷- پیت ۵ میلی لیتری

۱۷۸- سرنگ یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۱۷۹- حمام اولتراسونیک

۱۸۰- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۱۸۱- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۸۲- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### 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- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت بنزو[a]فنانتین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۶۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۶۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۶۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل بنزو[a]فنانتین شود. از لامپ فلورسنت زرد

دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۶۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۶۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلترهای نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
- جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
- نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. بنزو[a]فنانتترین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنزو[a]فنانتترین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
- محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنزو[a]فنانتترین آنالیز کنید. جرم کلی بنزو[a]فنانتترین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
- حلالی را که بیشترین مقدار بنزو[a]فنانتترین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.

۶۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.

- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
- درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
- نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.

۶۴- بنزو[a]فنانتترین را از حلال جدا کنید.

- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکینید.
- محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به



لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
  - نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۶۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۳۷- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲/۰، ۵/۰، و ۰/۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم از هر بنزو[a]فتانتین در هر نمونه)
- ۳۸- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
  - (۲۵) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
  - (۲۶) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل مراحل ۵ و ۴ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۳۹- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۴۸۶- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنزو[a]فنانتین

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰°C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰°C

- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۴۸۷- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۴۸۸- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی بنزو[a]فنانتین ۲۹/۶ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گریهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلو هگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود

می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

#### محاسبات:

۲۵- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[a]فنانتین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۲۶- غلظت (C) بنزو[a]فنانتین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

6,7-benzopyrene	۶،۷-بنزوپیرن
CAS: 50-32-8 RTECS: DJ3675000	فرمول شیمیایی: C <sub>20</sub> H <sub>12</sub> وزن مولکولی: ۲۵۲/۳۲ اسامی مترادف: ۳،۴-بنزوپیرن؛ بنزو[a]پیرن؛ پیرن؛ B[a]P؛ BP ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۷۹؛ نقطه جوش °C ۴۹۵
ACGIH: مظنون به سرطانزایی	OSHA: 0.2 mg/m <sup>3</sup> NIOSH: 0.1 mg/m <sup>3</sup>
<p align="center"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>۶،۷-بنزوپیرن سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p align="center"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۰۵- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۱۰۶- تولوئن، آفت کش</p> <p>۱۰۷- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۱۰۸- استانداردهای مرجع ۶،۷-بنزوپیرن، مناسب برای ترکیبات حاوی ۶،۷-بنزوپیرن نمونه برداری شده</p> <p>۱۰۹- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع ۶،۷-بنزوپیرن را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر ۶،۷-بنزوپیرن را وارد بالن ژوزه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۱۱۰- هلیوم، پیش تصفیه شده</p>	

۱۱۱- هیدروژن، خشک

۱۱۲- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۳- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelma Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلیبی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۸۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۸۵- فویل آلومینیومی

۱۸۶- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۷- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۱۸۸- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۹- پنس

۱۹۰- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۹۱- پیپت ۵ میلی لیتری

۱۹۲- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100 \mu\text{L}$

۱۹۳- حمام اولتراسونیک

۱۹۴- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۱۹۵- بالن ژوزه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۹۶- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۶۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر

روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در

محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت ۶،۷-بنزوپیرن است، بگیرید.

نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۶۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای

جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و

آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن

ضروری است.

۶۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۷۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل ۶،۷-بنزوپیرن شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای

محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۶۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

- ۶۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.
- فیلترهای نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلو هگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
- نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. ۶،۷-بنزوپیرن ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت ۶،۷-بنزوپیرن را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
- محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار ۶،۷-بنزوپیرن آنالیز کنید. جرم کلی ۶،۷-بنزوپیرن بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار ۶،۷-بنزوپیرن را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۶۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
- نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۶۹- ۶،۷-بنزوپیرن را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به

لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
  - نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۷۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۰- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
  - مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲/۰، ۵/۰، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از هر ۶،۷-بنزوپیرن در هر نمونه)
- ۴۱- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۲۷) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۲۸) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک



بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۴۲- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

#### اندازه گیری:

۴۸۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۶،۷-بنزوپیرن

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C

- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰ °C در ۴ °C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۴۹۰- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۴۹۱- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی ۶،۷-بنزوپیرن ۳۶/۲ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۲۷- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۶،۷-بنزوپیرن موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۲۸- غلظت (C) ۶،۷-بنزوپیرن را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

4,5-benzopyrene	۵،۴-بنزوپیرن
CAS: 192-97-2 RTECS: DJ4200000	فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$ وزن مولکولی: ۲۵۲/۳۲ اسامی مترادف: ۱،۲-بنزوپیرن؛ بنزو[e]پیرن؛ B[e]P ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۷۹-۱۷۸
<b>حدمجاز: -</b>	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>۵،۴-بنزوپیرن سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۱۳- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۱۱۴- تولوئن، آفت کش</p> <p>۱۱۵- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۱۱۶- استانداردهای مرجع ۵،۴-بنزوپیرن ، مناسب برای ترکیبات حاوی ۵،۴-بنزوپیرن نمونه برداری شده</p> <p>۱۱۷- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع ۵،۴-بنزوپیرن را توسط GC/FID ، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر ۵،۴-بنزوپیرن را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۱۱۸- هلیوم، پیش تصفیه شده</p>	

۱۱۹- هیدروژن، خشک

۱۲۰- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۷- نمونه بردار:

- فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelman Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلیبی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۹۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۹۹- فویل آلومینیومی

۲۰۰- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۰۱- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۲۰۲- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۰۳- پنس

۲۰۴- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۰۵- پیت ۵ میلی لیتری

۲۰۶- سرنگ یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۲۰۷- حمام اولتراسونیک

۲۰۸- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۲۰۹- بالن ژورنه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۱۰- روشیابی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۷۲- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت ۵،۴-بنزوپیرن است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۷۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۷۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۷۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل ۵،۴-بنزوپیرن شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای

محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۷۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

- ۷۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.
- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. ۵،۴-بنزوپیرن ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت ۵،۴-بنزوپیرن را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار ۵،۴-بنزوپیرن آنالیز کنید. جرم کلی ۵،۴-بنزوپیرن بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار ۵،۴-بنزوپیرن را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۷۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۷۴- ۵،۴-بنزوپیرن را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به

لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
  - نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۷۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۳- روزانه با حداقل شش استاندارد کابردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از هر ۵،۴-بنزوپیرن در هر نمونه)
- ۴۴- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۲۹) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۳۰) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۴۵- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۴۹۲- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۵،۴-بنزوپیرن

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C

- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰ °C در ۴ °C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۴۹۳- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۴۹۴- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی ۵،۴-بنزوپیرن ۳۶/۴ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گره‌های زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلو هگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.



**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۲۹- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۵،۴-بنزوپیرن موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۳۰- غلظت (C) ۵،۴-بنزوپیرن را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

3,4-benzopyrene	۳،۴-بنزوپیرن
CAS: 50-32-8 RTECS: DJ3675000	فرمول شیمیایی: C <sub>20</sub> H <sub>12</sub> وزن مولکولی: ۲۵۲/۳۲ اسامی مترادف: بنزو[a]پیرن؛ ۶،۷-بنزوپیرن؛ BP؛ B[a]P ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۷۹؛ نقطه جوش °C ۴۹۵
ACGIH: مطنون به سرطانزایی	حدمجاز: OSHA: 0.2 mg/m <sup>3</sup> NIOSH: 0.1 mg/m <sup>3</sup>
<b>احتیاطات ویژه:</b> ۳،۴-بنزوپیرن سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۲۱- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۱۲۲- تولوئن، آفت کش ۱۲۳- آب مقطر دیونیزه شده ۱۲۴- استانداردهای مرجع ۳،۴-بنزوپیرن، مناسب برای ترکیبات حاوی ۳،۴-بنزوپیرن نمونه برداری شده ۱۲۵- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع ۳،۴-بنزوپیرن را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر ۳،۴-بنزوپیرن را وارد بالن ژوزه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۱۲۶- هلیوم، پیش تصفیه شده	

۱۲۷- هیدروژن، خشک

۱۲۸- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۲۱۱- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (CA, Pleasantown, Memnrana, Gelman Zefluor)، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلیبی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۱۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۱۳- فویل آلومینیومی

۲۱۴- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۱۵- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۲۱۶- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۱۷- پنس

۲۱۸- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۱۹- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۲۰- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100 \mu\text{L}$

۲۲۱- حمام اولتراسونیک

۲۲۲- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۲۲۳- بالن ژوزه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۲۴- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۷۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت ۳،۴-بنزوپیرن است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۷۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۷۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۸۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل ۳،۴-بنزوپیرن شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای

محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۷۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۷۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. ۳،۴-بنزوپیرن ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت ۳،۴-بنزوپیرن را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار ۳،۴-بنزوپیرن آنالیز کنید. جرم کلی ۳،۴-بنزوپیرن بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار ۳،۴-بنزوپیرن را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۷۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.

- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
- درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
- نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.

۷۹- ۳،۴-بنزوپیرن را از حلال جدا کنید.

- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
- محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به

لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولون به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
  - نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۸۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۶- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از هر ۳،۴-بتزوپیرن در هر نمونه)
- ۴۷- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۳۱) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۳۲) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۴۸- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

#### اندازه گیری:

۴۹۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۳،۴-بنزوپیرن

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C

- برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰ °C در ۴ °C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۴۹۶- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۴۹۷- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی ۳،۴-بنزوپیرن ۳۶/۲ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۳۱- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۳،۴-بنزوپیرن موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۳۲- غلظت (C) ۳،۴-بنزوپیرن را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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



1,12-benzoperylene	۱،۱۲-بنزوپیرلین
CAS: 191-24-2 RTECS: DI6200500	فرمول شیمیایی: $C_{22}H_{12}$ وزن مولکولی: ۲۷۶/۳۴ اسامی مترادف: بنزو[ghi]پیرلین ویژگی ها: نقطه ذوب $273^{\circ}C$
<b>احتیاطات ویژه:</b> ۱،۱۲-بنزوپیرلین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۲۹- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۱۳۰- تولوئن، آفت کش ۱۳۱- آب مقطر دیونیزه شده ۱۳۲- استانداردهای مرجع ۱،۱۲-بنزوپیرلین، مناسب برای ترکیبات حاوی ۱،۱۲-بنزوپیرلین نمونه برداری شده ۱۳۳- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع ۱،۱۲-بنزوپیرلین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر ۱،۱۲-بنزوپیرلین را وارد بالن زوزه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر در جای خشک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۱۳۴- هلیوم، پیش تصفیه شده ۱۳۵- هیدروژن، خشک ۱۳۶- هوای تصفیه شده	

### وسایل و تجهیزات لازم:

۲۲۵- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (CA, Pleasantown, Memnrana, Gelman Zefluor، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخشش جلیبی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخشش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۲۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۲۷- فویل آلومینیومی

۲۲۸- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۲۹- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۲۳۰- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۳۱- پنس

۲۳۲- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۳۳- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۳۴- سرنگ یا میکروبیوت،  $1-100 \mu L$

۲۳۵- حمام اولتراسونیک

۲۳۶- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۲۳۷- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۳۸- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهایبی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### 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- نمونه های فردی را در دبی  $2 L/min$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت ۱،۱۲-بنزوپیرلین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۸۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۸۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۸۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل ۱،۱۲-بنزوپیرلین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهایبی استفاده کنید.

۸۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۸۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو

- آن به حالت تعادل درآید.
- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. ۱،۱۲-بنزوپیرلین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت ۱،۱۲-بنزوپیرلین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار ۱،۱۲-بنزوپیرلین آنالیز کنید. جرم کلی ۱،۱۲-بنزوپیرلین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار ۱،۱۲-بنزوپیرلین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۸۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۸۴- ۱،۱۲-بنزوپیرلین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
  - ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.

- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.

۸۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۹- روزانه با حداقل شش استاندارد کابردی کالیبراسیون را انجام دهید.

- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).

- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.

- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از هر ۱،۱۲-بنزوپیرلین در هر نمونه)

۵۰- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.

(۳۳) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت، در هر یک از ۵ غلظت

محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب

در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده

سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده

از اندازه گیری ترسیم کنید.

(۳۴) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک

لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان

جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از

سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه

کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از

اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۵۱- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

- ۴۹۸- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۱،۱۲-بنزوپیرلین
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min
- گاز حامل: هلیوم
- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
- ۴۹۹- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
- ۵۰۰- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
- نکته ۱: زمان ماند تقریبی ۱،۱۲-بنزوپیرلین ۴۵/۶ دقیقه است.
- نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود

می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

#### محاسبات:

۳۳- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۱،۱۲-بنزوپیرلین موجود

در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر

(B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۳۴- غلظت (C) ۱،۱۲-بنزوپیرلین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت

ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

1,2-benzopyrene	۱،۲-بنزوپیرن
CAS: 192-97-2 RTECS: DJ4200000	فرمول شیمیایی: C <sub>20</sub> H <sub>12</sub> وزن مولکولی: ۲۵۲/۳۲ اسامی مترادف: بنزو[e]پیرن؛ پیرن؛ ۵،۴-بنزوپیرن؛ B[e]P ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۷۸-۱۷۹
<b>حدمجاز: -</b>	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>۱،۲-بنزوپیرن سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۳۷- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهاگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۱۳۸- تولوئن، آفت کش</p> <p>۱۳۹- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۱۴۰- استانداردهای مرجع ۱،۲-بنزوپیرن، مناسب برای ترکیبات حاوی ۱،۲-بنزوپیرن نمونه برداری شده</p> <p>۱۴۱- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع ۱،۲-بنزوپیرن را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر ۱،۲-بنزوپیرن را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خشک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۱۴۲- هلیوم، پیش تصفیه شده</p> <p>۱۴۳- هیدروژن، خشک</p>	



۱۴۴- هوای تصفیه شده

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۲۳۹- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (CA, Pleasantown, Memnrana, Gelman Zefluor)، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلیبی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43) یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۴۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۴۱- فویل آلومینیومی

۲۴۲- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۴۳- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۲۴۴- لوله کشت،  $13 \times 100 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۴۵- پنس

۲۴۶- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۴۷- پمپت ۵ میلی لیتری

۲۴۸- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100 \mu\text{L}$

۲۴۹- حمام اولتراسونیک

۲۵۰- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۲۵۱- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۵۲- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۸۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت ۱،۲-بنزوپیرن است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۸۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۸۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۹۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل ۱،۲-بنزوپیرن شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۸۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۸۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل در آید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. ۱،۲-بنزوپیرن ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت ۱،۲-بنزوپیرن را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار ۱،۲-بنزوپیرن آنالیز کنید. جرم کلی ۱،۲-بنزوپیرن بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار ۱،۲-بنزوپیرن را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۸۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۸۹- ۱،۲-بنزوپیرن را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۹۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۲- روزانه با حداقل شش استاندارد کابردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از هر ۱،۲-بنزوپیرن در هر نمونه)
- ۵۳- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۳۵) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۳۶) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۵۴- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۵۰۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۱،۲-بنزوپیرن
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰°C در ۴°C/min
- گاز حامل: هلیوم
- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۵۰۲- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۵۰۳- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی ۱،۲-بنزوپیرن ۳۶/۴ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گزای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلو هگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۳۵- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۱،۲-بنزوپیرن موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۳۶- غلظت (C) ۱،۲-بنزوپیرن را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

3,4-benzofluoranthene	۳،۴-بنزوفلوئوراننتین
CAS: 205-99-2 RTECS: CU1400000 B <sub>[b]</sub> F	فرمول شیمیایی: C <sub>20</sub> H <sub>12</sub> وزن مولکولی: ۲۵۲/۳۲ اسامی مترادف: بنزو[b]فلوراننتین؛ ۲،۳-بنزوفلوئوراننتین؛ بنزو[e]اسفنانتریلن؛ B <sub>[b]</sub> F ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۶۸
<b>حدمجاز: مظنون به سرطانزایی ACGIH:</b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> ۳،۴-بنزوفلوئوراننتین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکاررفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۴۵- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۱۴۶- تولوئن، آفت کش ۱۴۷- آب مقطر دیونیزه شده ۱۴۸- استانداردهای مرجع ۳،۴-بنزوفلوئوراننتین، مناسب برای ترکیبات حاوی ۳،۴-بنزوفلوئوراننتین نمونه برداری شده ۱۴۹- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع ۳،۴-بنزوفلوئوراننتین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر ۳،۴-بنزوفلوئوراننتین را وارد بالن زورژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۱۵۰- هلیوم، پیش تصفیه شده ۱۵۱- هیدروژن، خشک ۱۵۲- هوای تصفیه شده	

## وسایل و تجهیزات لازم:

۲۵۳- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelman Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۵۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۵۵- فویل آلومینیومی

۲۵۶- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۵۷- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۲۵۸- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۵۹- پنس

۲۶۰- فیلترها،  $0/45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۶۱- پیست ۵ میلی لیتری



۲۶۲- سرنگ یا میکروبییت،  $1-100 \mu L$

۲۶۳- حمام اولتراسونیک

۲۶۴- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۲۶۵- بالن ژوزه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۶۶- روشیابی در آزمایشگاه: لامپ التهایبی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۹۲- نمونه های فردی را در دبی  $2 L/min$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت ۳،۴-بنزوفلوئورانتین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۹۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۹۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم پیچید.

۹۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل ۳،۴-بنزوفلوئورانتین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهایبی استفاده کنید.

۹۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۹۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو

- آن به حالت تعادل درآید.
- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. ۳،۴-بنزوفلوئورانتین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت ۳،۴-بنزوفلوئورانتین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار ۳،۴-بنزوفلوئورانتین آنالیز کنید. جرم کلی ۳،۴-بنزوفلوئورانتین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار ۳،۴-بنزوفلوئورانتین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۹۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۹۴- ۳،۴-بنزوفلوئورانتین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
  - ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.

- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۹۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۵- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از ۳،۴- بنزوفلوئورانتین در هر نمونه)
- ۵۶- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۳۷) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۳۸) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از

اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۵۷- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۵۰۴- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۳،۴-بنزوفلوئورانتین

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰°C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰°C

- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۵۰۵- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۵۰۶- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی ۳،۴-بنزوفلوئورانتین ۳۵/۱ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده

و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گره‌های زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها

لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و

نیترومتان کاربرد زیادی داشته است.

### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود

می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۳۷- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۳،۴-بنزوفلوئورانتین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۳۸- غلظت (C) ۳،۴-بنزوفلوئورانتین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

benzo[def]phenanthrene	بنزو[def]فنانتین
CAS: 129-00-0 RTECS: UR2450000	فرمول شیمیایی: C <sub>16</sub> H <sub>10</sub> وزن مولکولی: ۲۰۲/۲۶ اسامی مترادف: پیرین ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۵۶؛ نقطه جوش °C ۳۹۳
<b>احتیاطات ویژه:</b> بنزو[def]فنانتین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکاررفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۵۳- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۱۵۴- تولوئن، آفت کش ۱۵۵- آب مقطر دیونیزه شده ۱۵۶- استانداردهای مرجع بنزو[def]فنانتین، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[def]فنانتین نمونه برداری شده ۱۵۷- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع بنزو[def]فنانتین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از بنزو[def]فنانتین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۱۵۸- هلیوم، پیش تصفیه شده ۱۵۹- هیدروژن، خشک ۱۶۰- هوای تصفیه شده	

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۲۶۷- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (CA، Pleasantown، Memnrana، Gelman Zefluor، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخشش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخشش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۶۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۶۹- فویل آلومینیومی

۲۷۰- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۷۱- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۲۷۲- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۷۳- پنس

۲۷۴- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۷۵- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۷۶- سرنگ یا میکروپیپت،  $\mu\text{L}$  ۱-۱۰۰

۲۷۷- حمام اولتراسونیک

۲۷۸- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۲۷۹- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۸۰- روشی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۹۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت بنزو[def]فنانترین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۹۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۹۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۰۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل بنزو[def]فنانترین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۹۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۹۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.



- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل در آید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلو هگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. بنزو[def]فنانترین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنزو[def]فنانترین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنزو[def]فنانترین آنالیز کنید. جرم کلی بنزو[def]فنانترین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار بنزو[def]فنانترین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۹۸- نمونه راز فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۹۹- بنزو[def]فنانترین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۱۰۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۸- روزانه با حداقل شش استاندارد کابردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲/۰، ۵/۰، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از هر بنزو[def]فنانترین در هر نمونه)
- ۵۹- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۳۹) فیلترها، با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۴۰) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

- انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
  - ۶۰- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

- ۵۰۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنزو[def]فنانتترین
  - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
  - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
  - برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰ °C در ۴ °C/min
  - گاز حامل: هلیوم
  - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
- ۵۰۸- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
- ۵۰۹- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
  - نکته ۱: زمان ماند تقریبی بنزو[def]فنانتترین ۲۲/۶ دقیقه است.
  - نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
  - نکته ۳: اگر نمونه مداخله گریزی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۳۹- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[def]فنانترین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۴۰- غلظت (C) بنزو[def]فنانترین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

1,2-benzophenanthrene	۱،۲-بنزوفنانترین
CAS: 218-01-9 RTECS: GC0700000	فرمول شیمیایی: C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> وزن مولکولی: ۲۲۸/۲۹ اسامی مترادف: کریسین؛ بنزو[a]فنانترین ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۲۵۶-۲۵۵؛ نقطه جوش °C ۴۴۸
ACGIH: مظنون به سرطانزایی	OSHA: 0.2 mg/m <sup>3</sup> NIOSH: کمترین حد ممکن (سرطانزا)
<b>احتیاطات ویژه:</b> ۱،۲-بنزوفنانترین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۶۱- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلو هگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۱۶۲- تولوئن، آفت کش ۱۶۳- آب مقطر دیونیزه شده ۱۶۴- استانداردهای مرجع ۱،۲-بنزوفنانترین، مناسب برای ترکیبات حاوی ۱،۲-بنزوفنانترین نمونه برداری شده ۱۶۵- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع ۱،۲-بنزوفنانترین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر ۱،۲-بنزوفنانترین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۱۶۶- هلیوم، پیش تصفیه شده	

۱۶۷- هیدروژن، خشک

۱۶۸- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۲۸۱- نمونه بردار:

- فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelman Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۸۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۸۳- فویل آلومینیومی

۲۸۴- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۸۵- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۲۸۶- لوله کشت،  $13 \times 100 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۸۷- پنس

۲۸۸- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۸۹- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۹۰- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100 \mu\text{L}$

۲۹۱- حمام اولتراسونیک

۲۹۲- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۲۹۳- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۹۴- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### 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- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید.

بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در

محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت ۱،۲-بنزوفنانترین است، بگیرید.

نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۰۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای

جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و

آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن

ضروری است.

۱۰۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۰۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل ۱،۲-بنزوفنانترین شود. از لامپ فلورسنت زرد

دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۱۰۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

- ۱۰۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.
- فیلترهای نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهاگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. ۱،۲-بنزوفنانترین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت ۱،۲-بنزوفنانترین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار ۱،۲-بنزوفنانترین آنالیز کنید. جرم کلی ۱،۲-بنزوفنانترین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار ۱،۲-بنزوفنانترین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۰۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۰۴- ۱،۲-بنزوفنانترین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به



لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
  - نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۱۰۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45\mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۱- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژورژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم از هر ۱،۲-بنزوفانتترین در هر نمونه)
- ۶۲- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
  - (۴۱) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
  - (۴۲) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۶۳- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

#### اندازه گیری:

۵۱۰- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۱،۲-بنزوفنانترین
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min
- گاز حامل: هلیوم
- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۵۱۱- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۵۱۲- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی ۱،۲-بنزوفنانترین ۲۹/۶ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و بک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است.

**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۴۱- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۱،۲-بنزوفنانترین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۴۲- غلظت (C) ۱،۲-بنزوفنانترین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

benzo[b]phenanthrene	بنزو[ <b>b</b> ]فنانتترین
CAS: 56-55-3 RTECS: CV9275000	فرمول شیمیایی: C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> وزن مولکولی: ۲۲۸/۲۹ اسامی مترادف: ۱،۲-بنزآنتراسین؛ تترافین؛ بنز[ <b>a</b> ]آنتراسین ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۶۷-۱۶۲؛ نقطه جوش °C ۴۳۵
حد مجاز: -	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>بنزو[<b>b</b>]فنانتترین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۶۹- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهاگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۱۷۰- تولوئن، آفت کش</p> <p>۱۷۱- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۱۷۲- استانداردهای مرجع بنزو[<b>b</b>]فنانتترین، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[<b>b</b>]فنانتترین نمونه برداری شده</p> <p>۱۷۳- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع بنزو[<b>b</b>]فنانتترین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از بنزو[<b>b</b>]فنانتترین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p>	

۱۷۴- هلیوم، پیش تصفیه شده

۱۷۵- هیدروژن، خشک

۱۷۶- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۲۹۵- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (CA, Pleasantown, Memnrana, Gelman Zefluor)، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل پوشانید.  
نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۹۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۹۷- فویل آلومینیومی

۲۹۸- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۹۹- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۳۰۰- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۰۱- پنس

۳۰۲- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۰۳- پیست ۵ میلی لیتری

۳۰۴- سرنگ یا میکروپیست،  $1-100 \mu\text{L}$

۳۰۵- حمام اولتراسونیک

۳۰۶- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۳۰۷- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۳۰۸- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

#### نمونه برداری:

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

۱۰۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت بنزو[b]فناثرین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۰۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۰۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۱۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

#### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل بنزو[b]فناثرین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

- ۱۰۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.
- ۱۰۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.
- فیلترهای نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهاگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
- نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. بنزو[b]فنانترین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنزو[b]فنانترین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
- محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنزو[b]فنانترین آنالیز کنید. جرم کلی بنزو[b]فنانترین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار بنزو[b]فنانترین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۰۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
- نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۰۹- بنزو[b]فنانترین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک

لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.

- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.

۱۱۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۴- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم از بنزو[*b*]فنانترین در هر نمونه)
- ۶۵- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۴۳) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۴۴) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه



کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۶۶- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۵۱۳- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنزو[b]فنانتترین

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰°C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰°C

- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۵۱۴- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۵۱۵- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی بنزو[b]فنانتترین ۲۹/۴ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها

مناسب تر باشد.

#### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

#### محاسبات:

۴۳- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[b]فنانتین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۴۴- غلظت (C) بنزو[b]فنانتین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

pyrene	پیرین
CAS: 129-00-0 RTECS: UR2450000	فرمول شیمیایی: $C_{16}H_{10}$ وزن مولکولی: ۲۰۲/۲۶ اسامی مترادف: بنزو[def]آنترین ویژگی ها: نقطه ذوب $156^{\circ}C$ ؛ نقطه جوش $393^{\circ}C$
حد مجاز: -	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>پیرین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۷۷- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلو هگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۱۷۸- تولوئن، آفت کش</p> <p>۱۷۹- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۱۸۰- استانداردهای مرجع پیرین، مناسب برای ترکیبات حاوی پیرین نمونه برداری شده</p> <p>۱۸۱- محلول های استاندارد، <math>0.25 \text{ mg/ml}</math>. خلوص استانداردهای مرجع پیرین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از پیرین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۱۸۲- هلیوم، پیش تصفیه شده</p> <p>۱۸۳- هیدروژن، خشک</p> <p>۱۸۴- هوای تصفیه شده</p>	

## وسایل و تجهیزات لازم:

۳۰۹- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelman Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا  $20$  سانتی متر آب) باشد.

۳۱۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۱۱- فویل آلومینیومی

۳۱۲- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۱۳- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۳۱۴- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۱۵- پنس

۳۱۶- فیلترها،  $0/45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)۳۱۷- پیست  $5$  میلی لیتری

۳۱۸- سرنگ یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۳۱۹- حمام اولتراسونیک

۳۲۰- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۳۲۱- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۳۲۲- روشیابی در آزمایشگاه: لامپ التهایبی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۱۱۲- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت پیرین است، بگیرید.

نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۱۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۱۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بیچید.

۱۱۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل پیرین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهایبی استفاده کنید.

۱۱۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۱۱۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو

- آن به حالت تعادل درآید.
- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. پیرین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت پیرین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار پیرین آنالیز کنید. جرم کلی پیرین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار پیرین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۱۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۱۴- پیرین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
  - ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.

- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۱۱۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۷- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
  - مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از هر پیرین در هر نمونه)
- ۶۸- راندمان جداسازی و بازیافت
  - راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
  - (۴۵) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
  - (۴۶) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از

اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۶۹- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

- ۵۱۶- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): پیرین
  - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
  - دمای تزریق: ۲۰۰°C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰°C
  - برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰°C در ۴°C/min
  - گاز حامل: هلیوم
  - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
- ۵۱۷- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
- ۵۱۸- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
  - نکته ۱: زمان ماند تقریبی پیرین ۲۲/۶ دقیقه است.
  - نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
  - نکته ۳: اگر نمونه مداخله گره‌های زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.



**مداخله گرها:**

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۴۵- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) پیرین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۴۶- غلظت (C) پیرین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

tetraphene	تترافین
CAS: 56-55-3 RTECS: CV9275000	فرمول شیمیایی: $C_{18}H_{12}$ وزن مولکولی: ۲۲۸/۲۹ اسامی مترادف: ۱،۲-بنزآنتراسین؛ بنز[ <i>a</i> ]آنتراسین؛ بنزو[ <i>b</i> ]آنتراکین ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۱۶۷-۱۶۲؛ نقطه جوش °C ۴۳۵
<b>حدمجاز: -</b>	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>تترافین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۸۵- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.</p> <p>۱۸۶- تولوئن، آفت کش</p> <p>۱۸۷- آب مقطر دیونیزه شده</p> <p>۱۸۸- استانداردهای مرجع تترافین، مناسب برای ترکیبات حاوی تترافین نمونه برداری شده</p> <p>۱۸۹- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع تترافین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از تترافین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.</p> <p>۱۹۰- هلیوم، پیش تصفیه شده</p> <p>۱۹۱- هیدروژن، خشک</p> <p>۱۹۲- هوای تصفیه شده</p>	

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۳۲۳- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37\text{mm}$  (Gelman Zefluor، Memnra، Pleasantown، CA)، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37\text{mm}$  و قطر داخلی  $32$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخشش جلویی لوله:  $100\text{mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50\text{mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2\text{L/min}$  باید  $2-1/6\text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۲۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2\text{L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۲۵- فویل آلومینیومی

۳۲۶- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۲۷- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۳۲۸- لوله کشت،  $100 \times 13\text{mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۲۹- پنس

۳۳۰- فیلترها،  $0.45\text{ }\mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۳۱- پیپت ۵ میلی لیتری

۳۳۲- سرنگ یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۳۳۳- حمام اولتراسونیک

۳۳۴- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۳۳۵- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۳۳۶- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۱۱۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت تترافین است، بگیرید.

نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۱۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۱۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۲۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل تترافین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۱۱۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۱۱۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو

- آن به حالت تعادل درآید.
- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. تترافین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت تترافین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار تترافین آنالیز کنید. جرم کلی تترافین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار تترافین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۱۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۱۹- تترافین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
  - ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.

- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.  
 ۱۲۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷۰- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.  
 - مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).  
 - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.  
 - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از تترافین در هر نمونه)

### ۷۱- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.  
 (۴۷) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

(۴۸) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۳ و ۴ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از

اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۷۲- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

- ۵۱۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): تترافین
  - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله آماده سازی)
  - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
  - برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰ °C در ۴ °C/min
  - گاز حامل: هلیوم
  - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
- ۵۲۰- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
- ۵۲۱- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
  - نکته ۱: زمان ماند تقریبی تترافین ۲۹/۴ دقیقه است.
  - نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
  - نکته ۳: اگر نمونه مداخله گره های زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روش های تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

### مداخله گر ها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود

می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

#### محاسبات:

۴۷- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) تترافین موجود در فیلتر

(W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و

بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۴۸- غلظت (C) تترافین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار

در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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



fluoranthene	فلوئورانتین
CAS: 206-44-0 RTECS: LL4025000	فرمول شیمیایی: $C_{16}H_{10}$ وزن مولکولی: ۲۰۲/۲۶ اسامی مترادف: بنزو[ <i>jk</i> ]فلوئورین؛ ایدریل ویژگی ها: نقطه ذوب $110^{\circ}C$ ؛ نقطه جوش $384^{\circ}C$
<b>حدمجاز: -</b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> فلوئورانتین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۹۳- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۱۹۴- تولوئن، آفت کش ۱۹۵- آب مقطر دیونیزه شده ۱۹۶- استانداردهای مرجع فلوئورانتین ، مناسب برای ترکیبات حاوی فلوئورانتین نمونه برداری شده ۱۹۷- محلول های استاندارد، $0.25 \text{ mg/ml}$ . خلوص استانداردهای مرجع فلوئورانتین را توسط GC/FID ، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از فلوئورانتین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۱۹۸- هلیوم، پیش تصفیه شده ۱۹۹- هیدروژن، خشک	

۲۰۰- هوای تصفیه شده

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۳۳۷- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelman Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخشش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخشش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۳۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۳۹- فویل آلومینیومی

۳۴۰- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۴۱- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۳۴۲- لوله کشت،  $13 \times 100 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۴۳- پنس

۳۴۴- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۴۵- پیت ۵ میلی لیتری

۳۴۶- سرنگ یا میکروپیت،  $1-100 \mu\text{L}$

۳۴۷- حمام اولتراسونیک

۳۴۸- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۳۴۹- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۳۵۰- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### 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- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت فلئورانتین است، بگیرید.

نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۲۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۲۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بیچید.

۱۲۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل فلئورانتین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۱۲۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۱۲۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلترهای نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. فلئورانتین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت فلئورانتین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار فلئورانتین آنالیز کنید. جرم کلی فلئورانتین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار فلئورانتین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۲۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۲۴- فلئورانتین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
  - نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۱۲۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۷۳- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسائید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲/۰، ۵/۰، و ۰/۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از فلئورانتین در هر نمونه)
- ۷۴- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۴۹) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۵۰) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۷۵- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

۵۲۲- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): فلئورانتین

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰°C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰°C

- برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰°C در ۴°C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۵۲۳- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۵۲۴- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی فلئورانتین ۲۱/۴ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

#### محاسبات:

۴۹- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) فلئورانتین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۵۰- غلظت (C) فلئورانتین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

fluorene	فلوئورین
CAS: 86-73-7 RTECS: LL5670000	فرمول شیمیایی: $C_{13}H_{10}$ وزن مولکولی: ۱۶۶/۲۲ اسامی مترادف: اورتوبی فنیلن متان ویژگی ها: نقطه ذوب $116^{\circ}C$ ؛ نقطه جوش $293-295^{\circ}C$
حد مجاز: -	
<b>احتیاطات ویژه:</b> فلوئورین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۲۰۱- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۲۰۲- تولوئن، آفت کش ۲۰۳- آب مقطر دیونیزه شده ۲۰۴- استانداردهای مرجع فلوئورین، مناسب برای ترکیبات حاوی فلوئورین نمونه برداری شده ۲۰۵- محلول های استاندارد، $0.25 \text{ mg/ml}$ . خلوص استانداردهای مرجع فلوئورین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر PAH را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. مگر در جای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۲۰۶- هلیوم، پیش تصفیه شده ۲۰۷- هیدروژن، خشک ۲۰۸- هوای تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b>	



۳۵۱- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelman Zefluor، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۵۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۵۳- فویل آلومینیومی

۳۵۴- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۵۵- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۳۵۶- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۵۷- پنس

۳۵۸- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۵۹- پیپت  $5$  میلی لیتری

۳۶۰- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100 \mu\text{L}$

۳۶۱- حمام اولتراسونیک

۳۶۲- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۳۶۳- بالن ژورژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۳۶۴- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۱۲۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت فلئوئورین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۲۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۲۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۳۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل فلئوئورین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۱۲۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۱۲۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو

آن به حالت تعادل درآید.

- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. فلئورین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت فلئورین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار فلئورین آنالیز کنید. جرم کلی فلئورین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار فلئورین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۲۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۲۹- فلئورین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
  - ۵ میلی لیتر تولونن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
  - نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.

۱۳۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷۶- روزانه با حداقل شش استاندارد کابردی کالیبراسیون را انجام دهید.

- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از فلورورین در هر نمونه)

۷۷- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۵۱) فیلترها، با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- (۵۲) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۷۸- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

- ۵۲۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): فلئورین
  - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)
  - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
  - برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰ °C در ۴ °C/min
  - گاز حامل: هلیوم
  - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
- ۵۲۶- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
- ۵۲۷- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
  - نکته ۱: زمان ماند تقریبی فلئورین ۱۰/۵ دقیقه است.
  - نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
  - نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

### مداخله گرها:

- هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۵۱- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) فلئورین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۵۲- غلظت (C) فلئورین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

phenanthrene	فن آنترین
CAS: 85-01-8 RTECS: SF7175000	فرمول شیمیایی: $C_{14}H_{10}$ وزن مولکولی: ۱۷۸/۲۳ اسامی مترادف:- ویژگی ها: نقطه ذوب $100^{\circ}C$ ؛ نقطه جوش $340^{\circ}C$
<b>حدمجاز: OSHA: 0.2 mg/m<sup>3</sup></b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> فن آنترین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زیاله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۲۰۹- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۲۱۰- تولوئن، آفت کش ۲۱۱- آب مقطر دیونیزه شده ۲۱۲- استانداردهای مرجع فن آنترین ، مناسب برای ترکیبات حاوی فن آنترین نمونه برداری شده ۲۱۳- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع فن آنترین را توسط GC/FID ، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از فن آنترین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۲۱۴- هلیوم، پیش تصفیه شده	

۲۱۵- هیدروژن، خشک

۲۱۶- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۳۶۵- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2\ \mu\text{m}$ ، و قطر  $37\ \text{mm}$  (Gelman Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، دارای یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37\ \text{mm}$  و قطر داخلی  $32\ \text{mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100\ \text{mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50\ \text{mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2\ \text{L/min}$  باید  $2-1/6\ \text{kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۶۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2\ \text{L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۶۷- فویل آلومینیومی

۳۶۸- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۶۹- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۳۷۰- لوله کشت،  $100\ \text{mm} \times 13$ ، با درپوش پیچ دار PTFE



۳۷۱- پنس

۳۷۲- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۷۳- پیپت ۵ میلی لیتری

۳۷۴- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100 \mu\text{L}$

۳۷۵- حمام اولتراسونیک

۳۷۶- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۳۷۷- بالن ژوزه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۳۷۸- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۱۳۲- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت فن آنترین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۳۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۳۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۳۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل فن آنترین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

- ۱۳۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.
- ۱۳۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.
- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
- نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. فن آنترین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت فن آنترین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
- محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار فن آنترین آنالیز کنید. جرم کلی فن آنترین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار فن آنترین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۳۳- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
- نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۳۴- فن آنترین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک

لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.

۱۳۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۷۹- روزانه با حداقل شش استاندارد کابردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲/۰، ۵/۰، و ۰۰۵/۰ میکروگرم بر میلی لیتر).
  - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
  - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از فن آترین در هر نمونه)
- ۸۰- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
  - (۵۳) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ا تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
  - (۵۴) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه

کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۸۱- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

#### اندازه گیری:

۵۲۸- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): فن آنترین

- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله ۲ آماده سازی)

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C

- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰ °C در ۴ °C/min

- گاز حامل: هلیوم

- ستون: مئوین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۵۲۹- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۵۳۰- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی فن آنترین ۱۵ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها

مناسب تر باشد.

### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن،  $\text{NO}_2$ ، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

### محاسبات:

۵۳- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) فن آنترین موجود در

فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر

(B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۵۴- غلظت (C) فن آنترین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و

بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

chrysene	کریسین
218-01-9: CAS	فرمول شیمیایی: C <sub>18</sub> H <sub>12</sub>
GC0700000: RTECS	وزن مولکولی: ۲۲۸/۲۹
	اسامی مترادف: ۱،۲-بنزوفنانترین؛ بنزو[ <i>a</i> ]فنانترین
	ویژگی ها: نقطه ذوب °C ۲۵۶-۲۵۵؛ نقطه جوش °C ۴۴۸
ACGIH: مظنون به سرطانزایی	OSHA: 0.2 mg/m <sup>3</sup>
NIOSH: کمترین حد ممکن (سرطانزا)	
<b>احتیاطات ویژه:</b>	
کریسین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b>	
۲۱۷- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.	
۲۱۸- تولوئن، آفت کش	
۲۱۹- آب مقطر دیونیزه شده	
۲۲۰- استانداردهای مرجع کریسین، مناسب برای ترکیبات حاوی کریسین نمونه برداری شده	
۲۲۱- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml. خلوص استانداردهای مرجع کریسین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از هر کریسین را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خشک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.	
۲۲۲- هلیوم، پیش تصفیه شده	
۲۲۳- هیدروژن، خشک	

۲۲۴- هوای تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۳۷۹- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelma Zefluor، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا  $20$  سانتی متر آب) باشد.

۳۸۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۸۱- فویل آلومینیومی

۳۸۲- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۸۳- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۳۸۴- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۸۵- پنس

۳۸۶- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۸۷- پمپ ۵ میلی لیتری

۳۸۸- سرننگ یا میکروپمپ،  $1-100 \mu\text{L}$

۳۸۹- حمام اولتراسونیک

۳۹۰- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۳۹۱- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۳۹۲- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۱۳۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت کریسین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۳۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۳۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۴۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل کریسین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۱۳۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۱۳۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.



- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو آن به حالت تعادل درآید.
  - فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل ، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلو هگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. کریسین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت کریسین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار کریسین آنالیز کنید. جرم کلی کریسین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار کریسین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۳۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۳۹- کریسین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.

- ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.
- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۱۴۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu m$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۸۲- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولوئن در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از هر کریسین در هر نمونه)
- ۸۳- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۵۵) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۵۶) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را

انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

۸۴- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

#### اندازه گیری:

۵۳۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): کریسین
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله آماده سازی)
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min
- گاز حامل: هلیوم
- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm

۵۳۲- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.

۵۳۳- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته ۱: زمان ماند تقریبی کریسین ۲۹/۶ دقیقه است.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

#### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۵۵- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) کریسین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۵۶- غلظت (C) کریسین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

naphthalene	نفتالین
CAS: 91-20-3 RTECS: QJ0525000	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_8$ وزن مولکولی: ۱۲۸/۱۷ اسامی مترادف: نفتن ویژگی ها: نقطه ذوب $80/2^{\circ}C$ ؛ نقطه جوش $218^{\circ}C$
<b>حدمجاز: -</b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> نفتالین سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۲۲۵- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۲۲۶- تولوئن، آفت کش ۲۲۷- آب مقطر دیونیزه شده ۲۲۸- استانداردهای مرجع نفتالین، مناسب برای ترکیبات حاوی نفتالین نمونه برداری شده ۲۲۹- محلول های استاندارد، $0/25 \text{ mg/ml}$ . خلوص استاندارد مرجع نفتالین را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از نفتالین را وارد بالن ژوزه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۲۳۰- هلیوم، پیش تصفیه شده ۲۳۱- هیدروژن، خشک ۲۳۲- هوای تصفیه شده	

### وسایل و تجهیزات لازم:

۳۹۳- نمونه بردار:

- فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelman Zefluor, Memnrana, Pleasantown, CA, یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل بپوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6 \text{ kPa}$  (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۹۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۹۵- فویل آلومینیومی

۳۹۶- ویال شیشه ای ۲۰ میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۹۷- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۳۹۸- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۹۹- پنس

۴۰۰- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$  PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۴۰۱- پیپت ۵ میلی لیتری

۴۰۲- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100 \mu\text{L}$

۴۰۳- حمام اولتراسونیک

۴۰۴- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۴۰۵- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۴۰۶- روشیابی در آزمایشگاه: لامپ التهابی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### 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.

۱۴۲- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت نفتالین است، بگیرید. نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۴۳- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید. نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۴۴- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۴۵- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل نفتالین شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهابی استفاده کنید.

۱۴۱- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۱۴۲- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو

- آن به حالت تعادل درآید.
- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. نفتالین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت نفتالین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار نفتالین آنالیز کنید. جرم کلی نفتالین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار نفتالین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۴۳- نمونه راز فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۴۴- نفتالین را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
  - ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.



- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.
- ۱۴۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۸۵- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.
- مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۰/۲، ۰/۰۵، و ۰/۰۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).
- استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.
- منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از نفتالین در هر نمونه)
- ۸۶- راندمان جداسازی و بازیافت
- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.
- (۵۷) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.
- (۵۸) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از

اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۸۷- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

### اندازه گیری:

- ۵۳۴- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
    - آنالیت(ماده مورد تجزیه): نفتالین
    - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر(مرحله ۲ آماده سازی)
    - دمای تزریق: ۲۰۰°C
    - دمای آشکارساز: ۲۵۰°C
    - برنامه ریزی دمایی: ۱۳۰-۲۹۰°C در ۴°C/min
    - گاز حامل: هلیوم
    - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
  - ۵۳۵- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
  - ۵۳۶- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- نکته ۲: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۵۷- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) نفتالین موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۵۸- غلظت (C) نفتالین را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

naphthene	نفتن
CAS: 91-20-3 RTECS: QJ0525000	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_8$ وزن مولکولی: ۱۲۸/۱۷ اسامی مترادف: نفتالین ویژگی ها: نقطه ذوب $80/2^{\circ}C$ ؛ نقطه جوش $218^{\circ}C$
<b>حدمجاز: -</b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> نفتن سرطان زا است. توزین آن باید در داخل محفظه های دستکش دار انجام گیرد. نمونه های استفاده شده و استاندارد های بکارنرفته جزو زباله های سمی هستند. شمارنده و تجهیزاتی که دارای تابش فرابنفش هستند باید مرتباً به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۲۳۳- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلو هگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۲۳۴- تولوئن، آفت کش ۲۳۵- آب مقطر دیونیزه شده ۲۳۶- استانداردهای مرجع نفتن، مناسب برای ترکیبات حاوی نفتن نمونه برداری شده ۲۳۷- محلول های استاندارد، $0/25 \text{ mg/ml}$ . خلوص استاندارد مرجع نفتن را توسط GC/FID، و HPLC فلورسانس یا نقطه ذوب بررسی کنید. در صورت لزوم محلول ها را از طریق تبلور مجدد تصفیه کنید. ۲۵ میلی گرم از نفتن را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده، و توسط تولوئن به حجم برسانید. اگر درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است. ۲۳۸- هلیوم، پیش تصفیه شده ۲۳۹- هیدروژن، خشک ۲۴۰- هوای تصفیه شده	

## وسایل و تجهیزات لازم:

۴۰۷- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز  $2 \mu\text{m}$ ، و قطر  $37 \text{ mm}$  (Gelman Zefluor، CA، Pleasantown، Memnrana، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن (قطر خارجی  $37 \text{ mm}$  و قطر داخلی  $32 \text{ mm}$ )، از یک لایه محافظ سلولزی جدا می شود و داخل کاست نگهدارنده فیلتر قرار می گیرد.

نکته: اگر نمونه برداری در برابر تابش آفتاب صورت می گیرد، برای جلوگیری از تخریب نمونه از کاست تیره استفاده کرده یا آن را با فویل پوشانید.

نکته: فیلترها را هنگامی که از بسته فیلتر بیرون می آورید وزن کنید، و قبل از توزین نهایی بگذارید تا ۲۴ ساعت با هوای آزمایشگاه به حالت تعادل در بیاید.

- لوله جاذب، که توسط لوله های PVC با حداقل طول به فیلتر وصل می شود. بعد از نمونه برداری درپوش های پلاستیکی مورد نیاز است. رزین XAD-2 شسته شده (بخش جلویی لوله:  $100 \text{ mg}$ ، بخش عقبی لوله =  $50 \text{ mg}$ ) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی  $2 \text{ L/min}$  باید  $2-1/6$  تا  $15$  تا  $20$  سانتی متر آب) باشد.

۴۰۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی  $2 \text{ L/min}$  در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۴۰۹- فویل آلومینیومی

۴۱۰- ویال شیشه ای  $20$  میلی لیتری براق، با درپوش پیچ دار PTFE

۴۱۱- خنک کننده، که در داخل کیف قرار داده شده

۴۱۲- لوله کشت،  $100 \times 13 \text{ mm}$ ، با درپوش پیچ دار PTFE

۴۱۳- پنس

۴۱۴- فیلترها،  $0.45 \mu\text{m}$ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)۴۱۵- پیپت  $5$  میلی لیتری

۴۱۶- سرنگ یا میکروپیپت،  $1-100 \mu\text{L}$

۴۱۷- حمام اولتراسونیک

۴۱۸- گاز کروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۴۱۹- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۴۲۰- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهایبی یا فلورسنت محافظ در برابر UV

### نمونه برداری:

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

۱۴۷- نمونه های فردی را در دبی  $2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ لیتر بگیرید. بر روی فیلترهای ۲ میکرومتری PTFE هشت نمونه محیطی همزمان در دبی ۲ تا ۴ لیتر در محوطه ای که به نظر می رسد حاوی بالاترین غلظت نفتن است، بگیرید.

نکته: نمونه های محیطی برای انتخاب حلال مورد نیاز هستند.

۱۴۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری، فیلتر را توسط پنس با دقت به ویال انتقال دهید. برای جلوگیری از بهم خوردن مواد رسوب کرده لبه ی فیلتر را بگیرید. درپوش ویال را بسته و آن را در فویل آلومینیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید و تخریب آنالیت توسط نور و از دست رفتن آن ضروری است.

۱۴۹- درپوش لوله های جاذب را بسته و آن را در فویل آلومینیوم بپیچید.

۱۵۰- نمونه ها را در محفظه های عایق دارای خنک کننده به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل نفتن شود. از لامپ فلورسنت زرد دارای محافظ جاذب UV یا از لامپ های التهایبی استفاده کنید.

۱۴۶- به محض دریافت نمونه در آزمایشگاه آن را خنک کنید.

۱۴۷- حلال بهینه را جهت استخراج تعیین کنید.

- فیلتر های نمونه های محیطی را به مدت ۲۴ ساعت در آزمایشگاه رها کرده تا با جو

- آن به حالت تعادل درآید.
- فیلترهای محیطی را وزن کنید. اختلاف وزن (اولیه و نهایی) را برای هر فیلتر محاسبه کنید.
  - جفت اول فیلترها را توسط استونیتریل، جفت دوم را توسط بنزن، جفت سوم را توسط سیکلوهاگزان، و جفت چهارم را توسط متیلن کلراید استخراج کنید.
  - نکته: حلال های دیگر را اگر مناسب بود استفاده کنید. نفتن ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت نفتن را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.
  - محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار نفتن آنالیز کنید. جرم کلی نفتن بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
  - حلالی را که بیشترین مقدار نفتن را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.
- ۱۴۸- نمونه را از فیلترها استخراج کنید.
- ۵ میلی لیتر از حلال را به هر یک از ویال های حاوی فیلتر اضافه کنید.
  - درپوش ویال را ببندید و آن را به مدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - نکته: زمانی که مقادیر زیادی مواد ذره ای جذبی (مانند خاکستر معلق یا دوده دیزل ها) موجود باشند ممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.
- ۱۴۹- نفتن را از حلال جدا کنید.
- بر روی لوله جاذب در جلوی بخش اول (بزرگتر) آن علامت بگذارید. لوله را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید.
  - محتوی بخش جلویی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه بخش جلویی را به یک لوله کشت منتقل کنید. بخش عقبی لوله جاذب را به همراه لایه پشم شیشه میانی به لوله کشت دیگری منتقل کنید.
  - ۵ میلی لیتر تولوئن به هر یک از لوله های کشت افزوده و درپوش آن را ببندید.

- نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید. گهگاهی آن را تکان دهید.  
 ۱۵۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی  $0.45 \mu\text{m}$  انجام دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۸۸- روزانه با حداقل شش استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید.  
 - مقادیری از محلول کالیبراسیون را توسط تولون در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به حجم برسانید (به عنوان مثال ۵، ۱، ۲/۰، ۵/۰، و ۰/۰۵ میکروگرم بر میلی لیتر).  
 - استانداردهای کاربردی و نمونه ها را جداگانه اندازه گیری کنید.  
 - منحنی های کالیبراسیون را ترسیم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم از نفتن در هر نمونه)

### ۸۹- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب و بازیافت از فیلتر را حداقل برای هر تعداد لوله جاذب و فیلتر که در رنج مورد نظر استفاده شده اند، تعیین کنید.  
 (۵۹) فیلترها. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت، در هر یک از ۵ غلظت محلول استاندارد چهار فیلتر را spike کنید. بگذارید فیلترها در تمام طول شب در یک محیط تاریک خشک شوند. فیلترها را آنالیز کنید (مراحل ۳ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار بدست آمده از اندازه گیری ترسیم کنید.

(۶۰) لوله های جاذب. محتوی بخش جلویی یک لوله جاذب استفاده نشده را به یک لوله کشت انتقال دهید. ۲۴ لوله کشت را به جهت اندازه گیری راندمان جداسازی در ۵ غلظت محلول استاندارد بعلاوه شاهد ها آماده کنید. با استفاده از سرنگ میکرولیتری یا میکروپیت محلول استاندارد را مستقیماً به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل ۴ و ۵ آماده سازی و ۱ تا ۳ اندازه گیری آنالیز را انجام دهید. منحنی را برای راندمان جداسازی در برابر مقدار بدست آمده از



اندازه گیری ترسیم کنید.

- راندمان جداسازی و بازیافت را برای ۲ غلظت در هر ست نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.
- ۹۰- حداقل ۳ نمونه شاهد را برای هر نمونه مورد آنالیز قرار دهید.

#### اندازه گیری:

- ۵۳۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
    - آنالیت (ماده مورد تجزیه): نفتن
    - استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر (مرحله آماده سازی)
    - دمای تزریق: ۲۰۰°C
    - دمای آشکارساز: ۲۵۰°C
    - برنامه ریزی دمایی: ۲۹۰-۱۳۰°C در ۴°C/min
    - گاز حامل: هلیوم
    - ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی ۰/۳۲ mm
  - ۵۳۸- بخشی از نمونه را به دستگاه تزریق کنید. برنامه ریزی دمایی را شروع کنید.
  - ۵۳۹- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- نکته ۲: اگر نمونه مداخله گرهای زیادی داشته باشد، ممکن است تصفیه مضاعف نمونه ها لازم باشد. روشهای تصفیه زیادی منتشر شده اند. جداسازی مایع-مایع بین سیکلوهاگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

#### مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گاز کروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO<sub>2</sub>، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

**محاسبات:**

۵۹- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) نفتن موجود در فیلتر (W) و در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتر (B) و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۶۰- غلظت (C) نفتن را بر حسب  $\text{mg}/\text{m}^3$  در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

## ب-۲- ایزوسیانات ها

toluene-2,4-diisocyanate	"تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات"
CAS: 584-84-9	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3(\text{NCO})_2$
RTECS: CZ6300000	وزن مولکولی: ۱۷۴/۱۶
	اسامی مترادف: 2,4-TDI
	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $251^\circ\text{C}$ ؛ نقطه ذوب $21/5^\circ\text{C}$ - $19/5^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار $0/1\text{ mmHg}$ ( $1/3\text{ Pa}$ ) در $20^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته $1/224\text{ g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$
	حدمجاز: OSHA: $140\text{ }\mu\text{g/m}^3\text{ C}$
	NIOSH: lowest feasible (carcinogen)
	ACGIH: $36\text{ }\mu\text{g/m}^3$ , $140\text{ }\mu\text{g/m}^3$ (carcinogen)
	احتیاطات ویژه:
	"تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات" تحریک کننده سیستم تنفسی است. مشتقات و استانداردها را در زیر هود آماده کنید. دی متیل سولفاکسید به آسانی توسط پوست جذب می شود. زمانی که با حلال ها و نمونه ها کار می کنید از دستکش لاتکس نئوپرن استفاده کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۹۸۹- آب مقطر دیونیزه
	۹۹۰- استونیتریل؛ خلوص HPLC
	۹۹۱- دی متیل سولفاکسید؛ خلوص HPLC
	۹۹۲- سدیم استات تری هیدرات
	۹۹۳- استیک اسید منجمد؛ خلوص کروماتوگرافی
	۹۹۴- تولوئن؛ خلوص HPLC
	۹۹۵- N-پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی
	۹۹۶- پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی
	۹۹۷- محلول بافر: $20/4$ گرم سدیم تری هیدرات را در $2$ لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به $\text{PH} = 5/5$ اضافه کنید.

۹۹۸- فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر

۹۹۹- مدیای نمونه برداری؛  $450 \mu\text{g/mL}$

a- برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از  $60^\circ\text{F}$ : تریتامین خالص  $\pm 0.99\%$ ، در دی

متیل سولفاکسید

b- برای دمای محیط کمتر از  $60^\circ\text{F}$  ترکیب دی متیل سولفاکسید/استونیتریل (۲۰/۸۰

حجمی) حاوی تریتامین خالص  $\pm 0.99\%$

نکته: قبل از استفاده از تریتامین آن را در استونیتریل کریستالیزه کنید (بیش از ۶ ماه

در دمای محیط و محل تاریک پایدار است).

۱۰۰۰- مشتق ایزوسیانات: "تولون-۲،۴-دی ایزوسیانات- تریتامین"

۱۰۰۱- هلیوم، خالص

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۳۹۰- نمونه بردار: ایمپنجر میدجت حاوی ۲ میلی لیتر مدیای نمونه برداری

۱۳۹۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $2\text{ L/min}$  - ۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۹۲- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز فلورسانس، ثبت

کننده نمودار، وستون؛ (دکتور الکتروشمیایی برای تایید پیک های فلورسنت)

۱۳۹۳- ویال های ۲۰ میلی لیتری شفاف و ۴۰ میلی لیتری کدر با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۹۴- سیلندر مدرج ۲۵ میلی لیتری

۱۳۹۵- سرنگ های ۲۵ میکرولیتری

۱۳۹۶- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۹۷- پیپت ۲۰ میلی لیتری

۱۳۹۸- قیف شیشه ای

۱۳۹۹- بالن فیلتراسیون

۱۴۰۰- نوار درز گیری

### نمونه برداری:

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

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۸۴۹- ۲۰ میلی لیتر مدیای نمونه برداری را به یک ایمپنجر انتقال دهید و نمونه بردار را توسط

لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه های شاهد را از

طریق اضافه کردن ۲۰ میلی لیتر مدیای نمونه برداری به ایمپنجر آماده کنید.

۸۵۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲ L/min - ۱ برای عبور حجم هوای ۱۵ تا

۳۶۰ لیتر انجام دهید.

۸۵۱- محلول نمونه را به یک ویال ۴۰ میلی لیتری کدر انتقال دهید. دهانه نمونه بردار را با نوار

درزگیر ببوشانید.

۸۵۲- یک نمونه بالک (۱ تا ۲ لیتر) به همراه MSDS اجزای آن تهیه کنید.

### آماده سازی:

۵۳۳- بخشی از هر نمونه را به ویال اتوسمپلر HPLC منتقل کنید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۹۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۰/۳ تا ۱۴ میکروگرم تولوئن-۲،۴-

دی ایزوسیانات را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- استانداردهای کاربردی حاوی  $10 \mu\text{g/mL}$  - ۰/۰۵ "تولوئن-۲،۴- دی ایزوسیانات-

تریپتامین" را در مدیای نمونه برداری آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه

گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (پاسخ دستگاه در برابر میکروگرم بر لیتر "تولوئن-

۲،۴- دی ایزوسیانات- تریپتامین").

- 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 "تولوئن-۲،۴- دی ایزوسیانات"

باز یافت شده ترسیم کنید.

۴۹۹- 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:

۵۴۰- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۲۵ میکرولیتر از نمونه را به وسیله سرنگ و یا با استفاده از ویال اتوسمپلر به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): تولوئن -۲،۴- دی ایزوسیانات- تریپتامین  
 - فاز متحرک: استونیتریل (۴۰ تا ۵۰٪) / محلول بافر ۰/۶ درصد سدیم استات (۵۰ تا ۶۰٪)

- ستون: فولاد ضدزنگ

۵۴۱- برای تعیین فلورسانس طبیعی اجزای نمونه بالک، بخشی از نمونه بالک را به دی متیل سولفاکسید (۱۰۰٪) اضافه کرده و به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر نمونه بالک در دی متیل سولفاکسید نامحلول بود می توانید یک محلول استوک از نمونه بالک در حلال دیگری مانند دی کلرومتان آماده کنید و آن را به دی متیل سولفاکسید اضافه کنید.

۵۴۲- پاسخ فلورسانس را برای همه پیک های که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید.

نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با مدیای نمونه برداری رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

**مداخله گرها:** هر ماده ای که توسط مشتقات تریپتامین شسته شود می تواند ایجاد تداخل

کند، مانند برخی از دی آمین ها آروماتیک

### محاسبات:

۳۴۲- غلظت "تولوئن -۲،۴- دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه و شاهد را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۳۴۳- با استفاده از فرمول زیر غلظت "تولوئن -۲،۴- دی ایزوسیانات" را در حجم هوای

نمونه برداری شده بدست آورید:

$$C = \frac{(C_S V_S - C_b V_b) \left( \frac{MW_{2,4-TDI}}{MW_{2,4-TDIT}} \right)}{V}, \text{ mg/m}^3$$

$C$ : غلظت "تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات" بر حسب  $\text{mg/m}^3$

$C_S$ : غلظت "تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات-تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر حسب  $\mu\text{g/mL}$

$C_b$ : غلظت "تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات-تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر حسب  $\mu\text{g/mL}$

$V_S$ : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب  $\text{mL}$

$V_b$ : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب  $\text{mL}$

$MW_{2,4-TDI}$ : وزن مولکولی تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات

$MW_{2,4-TDIT}$ : وزن مولکولی تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات-تریپتامین، که برابر است با

۴۹۴/۶

$V$ : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

diphenylmethane-4,4-diisocyanate	"دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات"
CAS: 101-68-8 RTECS: NQ9350000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_2(\text{C}_6\text{H}_4\text{NCO})_2$ وزن مولکولی: ۲۵۰/۲۶ اسامی مترادف: MDI؛ ۴۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات؛ متیلن بیس فنیل ایزوسیانات ویژگی ها: جامد؛ نقطه ذوب $37/2^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار $0/00014\text{ mmHg}$ (Pa) $0/19$ در $25^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته $1/23\text{ g/mL}$ در $25^\circ\text{C}$
OSHA: $200\text{ }\mu\text{g/m}^3\text{ C}$ NIOSH: $50\text{ }\mu\text{g/m}^3$ , $200\text{ }\mu\text{g/m}^3\text{ C}$ (10min) ACGIH: $51\text{ }\mu\text{g/m}^3$	حدمجاز: احتیاطات ویژه:
	<p>"دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات" تحریک کننده سیستم تنفسی است. مشتقات و استانداردها را در زیر هود آماده کنید. دی متیل سولفاکسید به آسانی توسط پوست جذب می شود. زمانی که با حلال ها و نمونه ها کار می کنید از دستکش لاتکس نئوپرن استفاده کنید.</p>
	<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۰۰۲- آب مقطر دیونیزه            ۱۰۰۳- استونیتریل؛ خلوص HPLC            ۱۰۰۴- دی متیل سولفاکسید؛ خلوص HPLC            ۱۰۰۵- سدیم استات تری هیدرات            ۱۰۰۶- استیک اسید منجمد؛ خلوص کروماتوگرافی            ۱۰۰۷- تولوئن؛ خلوص HPLC            ۱۰۰۸-N-پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی            ۱۰۰۹- پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی            ۱۰۱۰- محلول بافر: <math>20/4</math> گرم سدیم تری هیدرات را در ۲ لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به <math>\text{PH} = 5/5</math> اضافه کنید.</p>



۱۰۱۱- فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر

۱۰۱۲- مدیای نمونه برداری؛  $450 \mu\text{g/mL}$

c- برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از  $60^\circ\text{F}$ : تریپتامین خالص  $99\%+$ ، در دی متیل سولفاکسید

d- برای دمای محیط کمتر از  $60^\circ\text{F}$  ترکیب دی متیل سولفاکسید/استونیتریل ( $20/80$  حجمی) حاوی تریپتامین خالص  $99\%+$

نکته: قبل از استفاده از تریپتامین آن را در استونیتریل کریستالیزه کنید (بیش از ۶ ماه در دمای محیط و محل تاریک پایدار است).

۱۰۱۳- مشتق ایزوسیانات: "دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات- تریپتامین"

۱۰۱۴- هلیوم، خالص

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۴۰۱- نمونه بردار: ایمپینجر میدجت حاوی ۲ میلی لیتر مدیای نمونه برداری

۱۴۰۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1-2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۰۳- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز فلورسانس، ثبت کننده نمودار، وستون؛ (دکتور الکتروشیمیایی برای تایید پیک های فلورسنت)

۱۴۰۴- ویال های ۲۰ میلی لیتری شفاف و ۴۰ میلی لیتری کدر با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۰۵- سیلندر مدرج ۲۵ میلی لیتری

۱۴۰۶- سرنگ های ۲۵ میکرولیتری

۱۴۰۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۴۰۸- پیپت ۲۰ میلی لیتری

۱۴۰۹- قیف شیشه ای

۱۴۱۰- بالن فیلتراسیون

۱۴۱۱- نوار درز گیری

### نمونه برداری:

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

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۸۵۴- ۲۰ میلی لیتر مدیای نمونه برداری را به یک ایمپینجر انتقال دهید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه های شاهد را از طریق اضافه کردن ۲۰ میلی لیتر مدیای نمونه برداری به ایمپینجر آماده کنید.

۸۵۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲-۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۳۶۰ لیتر انجام دهید.

۸۵۶- محلول نمونه را به یک ویال ۴۰ میلی لیتری کدر انتقال دهید. دهانه نمونه بردار را با نوار درزگیر پوشانید.

۸۵۷- یک نمونه بالک (۱ تا ۲ لیتر) به همراه MSDS اجزای آن تهیه کنید.

#### آماده سازی:

۵۳۴- بخشی از هر نمونه را به ویال اتوسمپلر HPLC منتقل کنید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۰۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۱ تا ۱۰ میکروگرم دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- استانداردهای کاربردی حاوی  $10 - 0.105 \mu\text{g/mL}$  "دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات- تریپتامین" را در مدیای نمونه برداری آماده کنید.

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

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (پاسخ دستگاه در برابر میکروگرم بر لیتر "دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات- تریپتامین").

- 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 فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات" بازیافت شده ترسیم کنید.

۵۰۱- 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:

۵۴۳- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۲۵ میکرولیتر از نمونه را به وسیله سرنگ و یا با استفاده از ویال اتوسمپلر به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات- تریپتامین
- فاز متحرک: استونیتریل (۴۰ تا ۵۰٪) / محلول بافر ۰/۶ درصد سدیم استات (۵۰ تا ۶۰٪)
- ستون: فولاد ضدزنگ

۵۴۴- برای تعیین فلورسانس طبیعی اجزای نمونه بالک، بخشی از نمونه بالک را به دی متیل سولفاکسید (۱۰۰٪) اضافه کرده و به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر نمونه بالک در دی متیل سولفاکسید نامحلول بود می توانید یک محلول استوک از نمونه بالک در حلال دیگری مانند دی کلرومتان آماده کنید و آن را به دی متیل سولفاکسید اضافه کنید.

۵۴۵- پاسخ فلورسانس را برای همه پیک های که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید.

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

**مداخله گرها:** هر ماده ای که توسط مشتقات تریپتامین شسته شود می تواند ایجاد تداخل کند، مانند برخی از دی آمین ها آروماتیک

### محاسبات:

۳۴۴- غلظت "دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه و شاهد را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۳۴۵- با استفاده از فرمول زیر غلظت "دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات" را در حجم هوای

نمونه برداری شده بدست آورید:

$$C = \frac{(C_S V_S - C_b V_b) (MW_{DMDI} / MW_{DMDIT})}{V}, \text{ mg/m}^3$$

$C$ : غلظت "دی فنیل متان-۴،۴-دی ایزوسیانات" بر حسب  $\text{mg/m}^3$

$C_S$ : غلظت "دی فنیل متان-۴،۴-دی ایزوسیانات-تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر

حسب  $\mu\text{g/mL}$

$C_b$ : غلظت "دی فنیل متان-۴،۴-دی ایزوسیانات-تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر

حسب  $\mu\text{g/mL}$

$V_S$ : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب  $\text{mL}$

$V_b$ : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب  $\text{mL}$

$MW_{DMDI}$ : وزن مولکولی دی فنیل متان-۴،۴-دی ایزوسیانات

$MW_{DMDIT}$ : وزن مولکولی دی فنیل متان-۴،۴-دی ایزوسیانات - تریپتامین، که برابر

است با ۵۷۰/۷

$V$ : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

methylene bisphenyl isocyanate	"متیلن بیس فنیل ایزوسیانات"
101-68-8 :CAS NQ9350000 : RTECS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_2(\text{C}_6\text{H}_4\text{NCO})_2$ وزن مولکولی: ۲۵۰/۲۶ اسامی مترادف: MDI؛ دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات؛ ۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات ویژگی ها: جامد؛ نقطه ذوب $37/2^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار $0/00014\text{ mmHg}$ ( $0/19\text{ Pa}$ ) در $25^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته $1/23\text{ g/mL}$ در $25^\circ\text{C}$
OSHA: $200\text{ }\mu\text{g/m}^3\text{ C}$ NIOSH: $50\text{ }\mu\text{g/m}^3$ , $200\text{ }\mu\text{g/m}^3\text{ C}$ (10min) ACGIH: $51\text{ }\mu\text{g/m}^3$	حدمجاز: 
	<b>احتیاطات ویژه:</b> "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات" تحریک کننده سیستم تنفسی است. مشتقات و استانداردها را در زیر هود آماده کنید. دی متیل سولفاکسید به آسانی توسط پوست جذب می شود. زمانی که با حلال ها و نمونه ها کار می کنید از دستکش لاتکس نئوپرن استفاده کنید.
	<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۰۱۵- آب مقطر دیونیزه ۱۰۱۶- استونیتریل؛ خلوص HPLC ۱۰۱۷- دی متیل سولفاکسید؛ خلوص HPLC ۱۰۱۸- سدیم استات تری هیدرات ۱۰۱۹- استیک اسید منجمد؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۲۰- تولوئن؛ خلوص HPLC ۱۰۲۱- N-پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۲۲- پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۲۳- محلول بافر: $20/4$ گرم سدیم تری هیدرات را در ۲ لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به $\text{PH} = 5/5$ اضافه کنید.

۱۰۲۴- فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر

۱۰۲۵- مدیای نمونه برداری؛  $450 \mu\text{g/mL}$

e- برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از  $60^\circ\text{F}$ : تریتامین خالص  $\pm 99\%$ ، در دی متیل سولفاکسید

f- برای دمای محیط کمتر از  $60^\circ\text{F}$  ترکیب دی متیل سولفاکسید/استونیتریل (۲۰/۸۰ حجمی) حاوی تریتامین خالص  $\pm 99\%$

نکته: قبل از استفاده از تریتامین آن را در استونیتریل کریستالیزه کنید (بیش از ۶ ماه در دمای محیط و محل تاریک پایدار است).

۱۰۲۶- مشتق ایزوسیانات: "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات- تریتامین"

۱۰۲۷- هلیوم، خالص

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۴۱۲- نمونه بردار: ایمپنجر میدجت حاوی ۲ میلی لیتر مدیای نمونه برداری

۱۴۱۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $2-1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۱۴- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز فلورسانس، ثبت کننده نمودار، وستون؛ (دکتور الکتروشیمیایی برای تایید پیک های فلورسنت)

۱۴۱۵- ویال های ۲۰ میلی لیتری شفاف و ۴۰ میلی لیتری کدر با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۱۶- سیلندر مدرج ۲۵ میلی لیتری

۱۴۱۷- سرنگ های ۲۵ میکرولیتری

۱۴۱۸- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۴۱۹- پیپت ۲۰ میلی لیتری

۱۴۲۰- قیف شیشه ای

۱۴۲۱- بالن فیلتراسیون

۱۴۲۲- نوار درز گیری

### نمونه برداری:

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

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۸۵۹- ۲۰ میلی لیتر مدیای نمونه برداری را به یک ایمپینجر انتقال دهید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه های شاهد را از

طریق اضافه کردن ۲۰ میلی لیتر مدیای نمونه برداری به ایمپینجر آماده کنید.

۸۶۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲-۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۳۶۰ لیتر انجام دهید.

۸۶۱- محلول نمونه را به یک ویال ۴۰ میلی لیتری کدر انتقال دهید. دهانه نمونه بردار را با نوار درزگیر بپوشانید.

۸۶۲- یک نمونه بالک (۱ تا ۲ لیتر) به همراه MSDS اجزای آن تهیه کنید.

#### آماده سازی:

۵۳۵- بخشی از هر نمونه را به ویال اتوسمپلر HPLC منتقل کنید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۰۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۱ تا ۱۰ میکروگرم متیلن بیس فیل ایزوسیانات را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- استانداردهای کاربردی حاوی  $10 - 0.05 \mu\text{g/mL}$  "متیلن بیس فیل ایزوسیانات-تریپتامین" را در مدیای نمونه برداری آماده کنید.

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

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (پاسخ دستگاه در برابر میکروگرم بر لیتر "متیلن بیس فیل ایزوسیانات-تریپتامین").

- 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 "متیلن بیس فیل ایزوسیانات" بازیافت شده ترسیم کنید.

۵۰۳- 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:

۵۴۶- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۲۵ میکرولیتر از نمونه را به وسیله سرنگ و یا با استفاده از ویال اتوسمپلر به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): متیلن بیس فنیل ایزوسیانات- تریپتامین  
- فاز متحرک: استونتریل (۴۰ تا ۵۰٪) / محلول بافر ۰/۶ درصد سدیم استات (۵۰ تا ۶۰٪)

- ستون: فولاد ضدزنگ

۵۴۷- برای تعیین فلورسانس طبیعی اجزای نمونه بالک، بخشی از نمونه بالک را به دی متیل سولفاکسید (۱۰۰٪) اضافه کرده و به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر نمونه بالک در دی متیل سولفاکسید نامحلول بود می توانید یک محلول استوک از نمونه بالک در حلال دیگری مانند دی کلرومتان آماده کنید و آن را به دی متیل سولفاکسید اضافه کنید.

۵۴۸- پاسخ فلورسانس را برای همه پیک های که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید.

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

**مداخله گرها:** هر ماده ای که توسط مشتقات تریپتامین شسته شود می تواند ایجاد تداخل

کند، مانند برخی از دی آمین ها آروماتیک

### محاسبات:

۳۴۶- غلظت "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه و شاهد را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۳۴۷- با استفاده از فرمول زیر غلظت "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات" را در حجم هوای



نمونه برداری شده بدست آورید:

$$C = \frac{(C_S V_S - C_b V_b) (MW_{MBIT} / MW_{MBIT})}{V}, \text{ mg/m}^3$$

$C$ : غلظت "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات" بر حسب  $\text{mg/m}^3$

$C_S$ : غلظت "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر حسب

$\mu\text{g/mL}$

$C_b$ : غلظت "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر حسب

$\mu\text{g/mL}$

$V_S$ : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب  $\text{mL}$

$V_b$ : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب  $\text{mL}$

$MW_{MBIT}$ : وزن مولکولی متیلن بیس فنیل ایزوسیانات

$MW_{MBIT}$ : : وزن مولکولی متیلن بیس فنیل ایزوسیانات - تریپتامین، که برابر است با

۵۷۰/۷

$V$ : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

4,4-methylenediphenyl isocyanate	"۴۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات"
CAS: 101-68-8 RTECS: NQ9350000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_2(\text{C}_6\text{H}_4\text{NCO})_2$ وزن مولکولی: ۲۵۰/۲۶ اسامی مترادف: MDI؛ دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات؛ متیلن بیس فنیل ایزوسیانات ویژگی ها: جامد؛ نقطه ذوب $37/2\text{ C}$ ؛ فشار بخار $0/00014\text{ mmHg}$ ( $0/19\text{ Pa}$ ) در $25\text{ C}$ ؛ دانسیته $1/23\text{ g/mL}$ در $25\text{ C}$
OSHA: $200\text{ }\mu\text{g/m}^3\text{ C}$ NIOSH: $50\text{ }\mu\text{g/m}^3$ , $200\text{ }\mu\text{g/m}^3\text{ C}$ (10min) ACGIH: $51\text{ }\mu\text{g/m}^3$	<b>حدمجاز:</b>
<b>احتیاطات ویژه:</b> "۴۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات" تحریک کننده سیستم تنفسی است. مشتقات و استانداردها را در زیر هود آماده کنید. دی متیل سولفاکسید به آسانی توسط پوست جذب می شود. زمانی که با حلال ها و نمونه ها کار می کنید از دستکش لاتکس نئوپرن استفاده کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۰۲۸- آب مقطر دیونیزه ۱۰۲۹- استونیتریل؛ خلوص HPLC ۱۰۳۰- دی متیل سولفاکسید؛ خلوص HPLC ۱۰۳۱- سدیم استات تری هیدرات ۱۰۳۲- استیک اسید منجمد؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۳۳- تولوئن؛ خلوص HPLC ۱۰۳۴- N-پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۳۵- پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۳۶- محلول بافر: $20/4$ گرم سدیم تری هیدرات را در $2$ لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به $\text{PH} = 5/5$ اضافه کنید. ۱۰۳۷- فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر	

۱۰۳۸- مدیای نمونه برداری؛  $450 \mu\text{g/mL}$

g- برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از  $60^\circ\text{F}$ : تریپتامین خالص ۹۹٪+، در دی متیل سولفاکسید

h- برای دمای محیط کمتر از  $60^\circ\text{F}$  ترکیب دی متیل سولفاکسید/استونیتریل (۲۰/۸۰) حجمی) حاوی تریپتامین خالص ۹۹٪+

نکته: قبل از استفاده از تریپتامین آن را در استونیتریل کریستالیزه کنید (بیش از ۶ ماه در دمای محیط و محل تاریک پایدار است).

۱۰۳۹- مشتق ایزوسیانات: "۴۰۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات- تریپتامین"

۱۰۴۰- هلیوم، خالص

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۴۲۳- نمونه بردار: ایمپینجر میدجت حاوی ۲ میلی لیتر مدیای نمونه برداری

۱۴۲۴- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $2-1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۲۵- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز فلورسانس، ثبت کننده نمودار، وستون؛ (دکتور الکتروشیمیایی برای تایید پیک های فلورسنت)

۱۴۲۶- ویال های ۲۰ میلی لیتری شفاف و ۴۰ میلی لیتری کدر با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۲۷- سیلندر مدرج ۲۵ میلی لیتری

۱۴۲۸- سرنگ های ۲۵ میکرولیتری

۱۴۲۹- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۴۳۰- پیپت ۲۰ میلی لیتری

۱۴۳۱- قیف شیشه ای

۱۴۳۲- بالن فیلتراسیون

۱۴۳۳- نوار درز گیری

### نمونه برداری:

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

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۸۶۴- ۲۰ میلی لیتر مدیای نمونه برداری را به یک ایمپینجر انتقال دهید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه های شاهد را از طریق اضافه کردن ۲۰ میلی لیتر مدیای نمونه برداری به ایمپینجر آماده کنید.

۸۶۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲-۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۳۶۰ لیتر انجام دهید.

۸۶۶- محلول نمونه را به یک ویال ۴۰ میلی لیتری کدر انتقال دهید. دهانه نمونه بردار را با نوار درزگیر بپوشانید.

۸۶۷- یک نمونه بالک (۱ تا ۲ لیتر) به همراه MSDS اجزای آن تهیه کنید.

#### آماده سازی:

۵۳۶- بخشی از هر نمونه را به ویال اتوسمپلر HPLC منتقل کنید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۰۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۱ تا ۱۰ میکروگرم ۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- استانداردهای کاربردی حاوی  $10 \mu\text{g/mL}$  -  $0.05$  "۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" را در مدیای نمونه برداری آماده کنید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (پاسخ دستگاه در برابر میکروگرم بر لیتر "۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات- تریپتامین").
  - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱و۲ اندازه گیری).
  - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم "۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات" بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۵۰۵- 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:**

۵۴۹- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۲۵ میکرولیتر از نمونه را به وسیله سرنگ و یا با استفاده از ویال اتوسمپلر به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۴ و ۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات- تریپتامین
- فاز متحرک: استونیتریل (۴۰ تا ۵۰٪) / محلول بافر ۰/۶ درصد سدیم استات (۵۰ تا ۶۰٪)

- ستون: فولاد ضدزنگ

۵۵۰- برای تعیین فلورسانس طبیعی اجزای نمونه بالک، بخشی از نمونه بالک را به دی متیل سولفاکسید (۱۰۰٪) اضافه کرده و به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر نمونه بالک در دی متیل سولفاکسید نامحلول بود می توانید یک محلول استوک از نمونه بالک در حلال دیگری مانند دی کلرومتان آماده کنید و آن را به دی متیل سولفاکسید اضافه کنید.

۵۵۱- پاسخ فلورسانس را برای همه پیک های که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید.

نکته ۱: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با مدای نمونه برداری رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

**مداخله گرها:** هر ماده ای که توسط مشتقات تریپتامین شسته شود می تواند ایجاد تداخل

کند، مانند برخی از دی آمین ها آروماتیک

**محاسبات:**

۳۴۸- غلظت "۴ و ۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه و شاهد را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۳۴۹- با استفاده از فرمول زیر غلظت "۴ و ۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات" را در حجم هوای نمونه برداری شده بدست آورید:

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b) (MW_{MDI} / MW_{MDIT})}{V}, \text{ mg/m}^3$$

$C$ : غلظت "۴۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات" بر حسب  $\text{mg/m}^3$

$C_s$ : غلظت "۴۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر حسب

$\mu\text{g/mL}$

$C_b$ : غلظت "۴۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر حسب

$\mu\text{g/mL}$

$V_s$ : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب  $\text{mL}$

$V_b$ : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب  $\text{mL}$

$MW_{MDI}$ : وزن مولکولی ۴۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات

$MW_{MDIT}$ : وزن مولکولی ۴۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات - تریپتامین، که برابر است با

۵۷۰/۷

$V$ : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

hexamethylene diisocyanate	"هگزامتیل دی ایزوسیانات"
822-06-0 :CAS MO1740000 : RTECS	فرمول شیمیایی: $\text{OCN}(\text{CH}_2)_6\text{NCO}$ وزن مولکولی: ۱۶۸/۲ اسامی مترادف: HDI ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $255^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار $0.7/0.5 \text{ mmHg}$ (۷ Pa) در $25^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته $1.04 \text{ g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$
OSHA:- NIOSH: $35 \mu\text{g}/\text{m}^3$ , $140 \mu\text{g}/\text{m}^3 \text{ C}$ (10min) ACGIH: $34 \mu\text{g}/\text{m}^3$	حدمجاز:
	احتیاطات ویژه: "هگزامتیل دی ایزوسیانات" تحریک کننده سیستم تنفسی است. مشتقات و استانداردها را در زیر هود آماده کنید. دی متیل سولفاکسید به آسانی توسط پوست جذب می شود. زمانی که با حلال ها و نمونه ها کار می کنید از دستکش لاتکس نئوپرن استفاده کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۱۰۴۱- آب مقطر دیونیزه ۱۰۴۲- استونیتریل؛ خلوص HPLC ۱۰۴۳- دی متیل سولفاکسید؛ خلوص HPLC ۱۰۴۴- سدیم استات تری هیدرات ۱۰۴۵- استیک اسید منجمد؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۴۶- تولوئن؛ خلوص HPLC ۱۰۴۷- N-پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۴۸- پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۴۹- محلول بافر: $20/4$ گرم سدیم تری هیدرات را در ۲ لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به $\text{PH} = 5/5$ اضافه کنید. ۱۰۵۰- فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر

۱۰۵۱- مدیای نمونه برداری؛  $450 \mu\text{g/mL}$

i- برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از  $60^\circ\text{F}$ : تریتامین خالص  $+/-99\%$ ، در دی متیل سولفاکسید

j- برای دمای محیط کمتر از  $60^\circ\text{F}$  ترکیب دی متیل سولفاکسید/استونیتریل ( $20/80$  حجمی) حاوی تریتامین خالص  $+/-99\%$

نکته: قبل از استفاده از تریتامین آن را در استونیتریل کریستالیزه کنید (بیش از ۶ ماه در دمای محیط و محل تاریک پایدار است).

۱۰۵۲- مشتق ایزوسیانات: "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریتامین"

۱۰۵۳- هلیوم، خالص

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۴۳۴- نمونه بردار: ایمپنجر میدجت حاوی ۲ میلی لیتر مدیای نمونه برداری

۱۴۳۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $2-1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۳۶- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز فلورسانس، ثبت کننده نمودار، وستون؛ (دکتور الکتروشیمیایی برای تایید پیک های فلورسنت)

۱۴۳۷- ویال های ۲۰ میلی لیتری شفاف و ۴۰ میلی لیتری کدر با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۳۸- سیلندر مدرج ۲۵ میلی لیتری

۱۴۳۹- سرنگ های ۲۵ میکرولیتری

۱۴۴۰- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۴۴۱- پیپت ۲۰ میلی لیتری

۱۴۴۲- قیف شیشه ای

۱۴۴۳- بالن فیلتراسیون

۱۴۴۴- نوار درز گیری

### نمونه برداری:

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



- ۸۶۹- ۲۰ میلی لیتر مدیای نمونه برداری را به یک ایمینجر انتقال دهید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه های شاهد را از طریق اضافه کردن ۲۰ میلی لیتر مدیای نمونه برداری به ایمینجر آماده کنید.
- ۸۷۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲-۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۳۶۰ لیتر انجام دهید.
- ۸۷۱- محلول نمونه را به یک ویال ۴۰ میلی لیتری کدر انتقال دهید. دهانه نمونه بردار را با نوار درزگیر بپوشانید.
- ۸۷۲- یک نمونه بالک (۱ تا ۲ لیتر) به همراه MSDS اجزای آن تهیه کنید.

#### آماده سازی:

۵۳۷- بخشی از هر نمونه را به ویال اتوسمپلر HPLC منتقل کنید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۰۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۰/۶ تا ۲۰ میکروگرم هگزامتیل دی ایزوسیانات را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- استانداردهای کاربردی حاوی  $10 - 0.05 \mu\text{g/mL}$  "هگزامتیل دی ایزوسیانات-تریپتامین" را در مدیای نمونه برداری آماده کنید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (پاسخ دستگاه در برابر میکروگرم بر لیتر "هگزامتیل دی ایزوسیانات-تریپتامین").
  - 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 "هگزامتیل دی ایزوسیانات" بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۵۰۷- 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:**

۵۵۲- دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۲۵ میکرولیتر از نمونه را به وسیله سرنگ و یا با استفاده از ویال اتوسمپلر به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین
- فاز متحرک: استونیتریل (۴۰ تا ۵۰٪) / محلول بافر ۰/۶ درصد سدیم استات (۵۰ تا ۶۰٪)

- ستون: فولاد ضدزنگ

۵۵۳- برای تعیین فلورسانس طبیعی اجزای نمونه بالک، بخشی از نمونه بالک را به دی متیل سولفاکسید (۱۰۰٪) اضافه کرده و به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر نمونه بالک در دی متیل سولفاکسید نامحلول بود می توانید یک محلول استوک از نمونه بالک در حلال دیگری مانند دی کلرومتان آماده کنید و آن را به دی متیل سولفاکسید اضافه کنید.

۵۵۴- پاسخ فلورسانس را برای همه پیک های که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید.

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

**مداخله گرها:** هر ماده ای که توسط مشتقات تریپتامین شسته شود می تواند ایجاد تداخل کند، مانند برخی از دی آمین ها آروماتیک

**محاسبات:**

۳۵۰- غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه و شاهد را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۳۵۱- با استفاده از فرمول زیر غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات" را در حجم هوای نمونه برداری شده بدست آورید:

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b) (MW_{HDI} / MW_{HDIT})}{V}, \text{ mg/m}^3$$

$C$ : غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات" بر حسب  $\text{mg/m}^3$

$C_s$ : غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر حسب

$\mu\text{g/mL}$

$C_b$ : غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر حسب

$\mu\text{g/mL}$

$V_s$ : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب  $\text{mL}$

$V_b$ : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب  $\text{mL}$

$MW_{HDI}$ : وزن مولکولی هگزامتیل دی ایزوسیانات

$MW_{HDIT}$ : وزن مولکولی هگزامتیل دی ایزوسیانات - تریپتامین، که برابر است با

۴۸۸/۶۴

$V$ : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

## ب-۳- گلیکول ها

1,2-ethanediol	۱،۲ اتان دی ال
CAS: 107-21-1 RTECS: KW2975000	فرمول شیمیایی: $C_2H_6O_2$ وزن مولکولی: ۶۲/۰۷ اسامی مترادف: اتیلن گلیکول ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $197/2^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $0/05 \text{ mmHg}$ (در $0/007 \text{ kPa}$ ) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1/113 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$ ؛ گستره انفجار $3/2$ تا $15/3$ ٪ حجمی در هوا؛ $n_D = 1.4310$ ؛ $FP = -13^{\circ}C$
OSHA:-	NIOSH: - ACGIH: 50 ppm C
حد مجاز:	
احتیاطات ویژه:	
استنشاق میست ۱،۲- اتان دی ال موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیداً خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱۰۵۴- ۱،۲- اتان دی ال؛ خلوص آزمایشگاهی	
۱۰۵۵- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی	
۱۰۵۶- محلول استوک کالبراسیون، $10 \text{ mg/mL}$ ؛ مقداری از ۱،۲- اتان دی ال را وزن کرده و در متانول حل کنید.	
۱۰۵۷- هیدروژن، خالص	
۱۰۵۸- هلیوم، خالص	
۱۰۵۹- هوا، تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۴۴۵- نمونه بردار: لوله XAD-7 OVS، با قطر خارجی $13 \text{ mm}$ ؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: $200 \text{ mg}$ ، قسمت عقبی: $100 \text{ mg}$ ) که توسط یک لایه فوم پلی اورتان از هم جدا شده. یک لایه فایبرگلاس مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم	

پلی اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc., #226-57).

۱۴۴۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $2 \text{ L/min} - 0.5$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۴۷- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۴۴۸- حمام التراسونیک

۱۴۴۹- ویال های اتوسمپلر با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۵۰- ویال ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار

۱۴۵۱- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و سایر اندازه های مناسب در صورت نیاز؛ با درجه بندی

۰/۱ میکرولیتری

۱۴۵۲- بالن ژوژه در اندازه های مختلف

۱۴۵۳- پیپت در اندازه های مختلف

#### نمونه برداری:

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

۸۷۴- قبل از نمونه برداری درپوش دو طرف نمونه بردار را سریعاً برداشته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۸۷۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $2 \text{ L/min} - 0.5$  برای عبور حجم هوای ۵ تا ۶۰ لیتر انجام دهید.

۸۷۶- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت در بسته های یخ خشک برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

۵۳۸- محتوی بخش جلویی نمونه بردار و لایه فایبرگلاس را در ویال ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار قرار دهید. بخش عقبی لوله را در ویال جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۵۳۹- ۲ mL متانول به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۵۴۰- برای تسهیل عمل واجذب ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۵۰۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید. سه جفت استاندارد باید گستره حد آشکارسازی ( $LOD=7 \mu\text{g/sample}$ ) تا حد کمی سازی ( $LOQ=22 \mu\text{g/sample}$ ) را پوشش دهد.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۱،۲- اتان دی ال را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 میکرو گرم ۱،۲- اتان دی ال).

۵۰۹- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد لوله OVS مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.

- سه لوله نمونه بردار برای هر ۶ غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را مستقیماً به فیلتر لوله OVS تزریق کنید. به مدت ۶۰ دقیقه هوا را با دبی  $1 \text{ L/min}$  از نمونه بردار عبور دهید.

- درپوش لوله ها 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 ۱،۲- اتان دی ال بازیافت شده ترسیم کنید.

۵۱۰- 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:**

۵۵۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و

سپس ۱ میکرولیتر 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): ۱،۲- اتان دی ال
- جداساز: ۲ mL متانول
- دمای تزریق: ۲۵۰ °C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۴۰ °C (۸ °C/min) تا ۲۳۰ °C
- گاز حامل: هلیوم (۲/۴ - ۲/۶ mL/min)
- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (Rtx-35)

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

۵۵۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گر ها:** مداخله گر خاصی شناسایی نشده است.

#### محاسبات:

۳۵۲- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۱،۲- اتان دی ال 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.

۳۵۳- محاسبه غلظت (C) ۱،۲- اتان دی ال در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

ethylene glycol	اتیلن گلیکول
<p>CAS: 107-21-1 RTECS: KW2975000</p>	<p>فرمول شیمیایی: <math>C_2H_6O_2</math> وزن مولکولی: ۶۲/۰۷ اسامی مترادف: ۱،۲- اتان دی ال ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش <math>197/2^{\circ}C</math>؛ فشار بخار <math>0/05 \text{ mmHg}</math> (<math>0/007 \text{ kPa}</math>) در <math>20^{\circ}C</math>؛ دانسیته <math>1/113 \text{ g/mL}</math> در <math>20^{\circ}C</math>؛ گستره انفجار <math>3/2</math> تا <math>15/3</math>٪ حجمی در هوا؛ <math>n_D = 1.4310</math>؛ <math>FP = -13^{\circ}C</math></p>
<p>حدمجاز: OSHA:- NIOSH: - ACGIH: 50 ppm C</p>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b> استنشاق میست اتیلن گلیکول موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیداً خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۰۶۰- اتیلن گلیکول؛ خلوص آزمایشگاهی ۱۰۶۱- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۶۲- محلول استوک کالیبراسیون، <math>10 \text{ mg/mL}</math>؛ مقداری از اتیلن گلیکول را وزن کرده و در متانول حل کنید. ۱۰۶۳- هیدروژن، خالص ۱۰۶۴- هلیوم، خالص ۱۰۶۵- هوا، تصفیه شده</p>	
<p><b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۴۵۴- نمونه بردار: لوله XAD-7 OVS، با قطر خارجی <math>13 \text{ mm}</math>؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: <math>200 \text{ mg}</math>، قسمت عقبی: <math>100 \text{ mg}</math>) که توسط یک لایه فوم پلی اورتان از هم جدا شده. یک لایه فایبرگلاس مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم پلی اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc., #226-57).</p>	



- ۱۴۵۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $2 \text{ L/min} - 0.5$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۴۵۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۴۵۷- حمام التراسونیک
- ۱۴۵۸- ویال های اتوسمپلر با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۴۵۹- ویال ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار
- ۱۴۶۰- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و سایر اندازه های مناسب در صورت نیاز؛ با درجه بندی
- ۰/۱ میکرولیتری
- ۱۴۶۱- بالن ژوژه در اندازه های مختلف
- ۱۴۶۲- پیپت در اندازه های مختلف

### نمونه برداری:

- ۸۷۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۸۷۸- قبل از نمونه برداری درپوش دو طرف نمونه بردار را سریعاً برداشته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۸۷۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $2 \text{ L/min} - 0.5$  برای عبور حجم هوای ۵ تا ۶۰ لیتر انجام دهید.
- ۸۸۰- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت در بسته های یخ خشک برای انتقال بسته بندی کنید.

### آماده سازی:

- ۵۴۱- محتوی بخش جلویی نمونه بردار و لایه فایبرگلاس را در ویال ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار قرار دهید. بخش عقبی لوله را در ویال جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.
- ۵۴۲-  $2 \text{ mL}$  متانول به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۵۴۳- برای تسهیل عمل واجذب ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۱۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید.

- سه جفت استاندارد باید گستره حد آشکارسازی ( $LOD=7 \mu\text{g/sample}$ ) تا حد کمی سازی ( $LOQ=22 \mu\text{g/sample}$ ) را پوشش دهد.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد اتیلن گلیکول را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 میکرو گرم اتیلن گلیکول).
- ۵۱۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد لوله OVS مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.
- سه لوله نمونه بردار برای هر ۶ غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را مستقیماً به فیلتر لوله OVS تزریق کنید. به مدت ۶۰ دقیقه هوا را با دبی  $1 \text{ L/min}$  از نمونه بردار عبور دهید.
  - درپوش لوله ها 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 بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۵۱۳- 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:

- ۵۵۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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): اتیلن گلیکول</p> <p>- جداساز: ۲ mL متانول</p> <p>- دمای تزریق: ۲۵۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۴۰ °C (۸ °C/min) تا ۲۳۰ °C</p> <p>- گاز حامل: هلیوم (۲/۴ - ۲/۶ mL/min)</p> <p>- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (Rtx-35)</p> <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۵۵۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> مداخله گر خاصی شناسایی نشده است.</p>
<p style="text-align: right;"><b>محاسبات:</b></p> <p>۳۵۴- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) اتیلن گلیکول موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۳۵۵- محاسبه غلظت (<math>C</math>) اتیلن گلیکول در حجم هوای نمونه برداری شده (<math>V</math>) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$

1,2-propanediol	۱،۲- پروپان دی ال
CAS: 57-55-6 RTECS: TY2000000	فرمول شیمیایی: $C_3H_8O_2$ وزن مولکولی: ۷۶/۱ اسامی مترادف: پروپیلن گلیکول <b>ویژگی ها:</b> مایع؛ نقطه جوش $188^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $0.007 \text{ mmHg}$ ( $0.009 \text{ kPa}$ ) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1.038 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$ ؛ گستره انفجار ۲/۶ تا ۱۲/۵٪ حجمی در هوا؛ $n_D = 1.432$ ؛ $FP = -60^{\circ}C$
<b>حدمجاز: -</b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> استنشاق میست ۱،۲- پروپان دی ال موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیداً خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۰۶۶- ۱،۲- پروپان دی ال؛ خلوص آزمایشگاهی ۱۰۶۷- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۶۸- محلول استوک کالیبراسیون، $10 \text{ mg/mL}$ ؛ مقداری از ۱،۲- پروپان دی ال را وزن کرده و در متانول حل کنید. ۱۰۶۹- هیدروژن، خالص ۱۰۷۰- هلیوم، خالص ۱۰۷۱- هوا، تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۴۶۳- نمونه بردار: لوله XAD-7 OVS، با قطر خارجی $13 \text{ mm}$ ؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: $200 \text{ mg}$ ، قسمت عقبی: $100 \text{ mg}$ ) که توسط یک لایه فوم پلی اورتان از هم جدا شده. یک لایه فایبرگلاس مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم	

پلی اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc., #226-57).

۱۴۶۴- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $2 \text{ L/min} - 0/5$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۶۵- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۴۶۶- حمام التراسونیک

۱۴۶۷- ویال های اتوسمپلر با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۶۸- ویال ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار

۱۴۶۹- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و سایر اندازه های مناسب در صورت نیاز؛ با درجه بندی

۰/۱ میکرولیتری

۱۴۷۰- بالن ژوژه در اندازه های مختلف

۱۴۷۱- پیپت در اندازه های مختلف

#### نمونه برداری:

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

۸۸۲- قبل از نمونه برداری درپوش دو طرف نمونه بردار را سریعاً برداشته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۸۸۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $2 \text{ L/min} - 0/5$  برای عبور حجم هوای ۵ تا ۶۰ لیتر انجام دهید.

۸۸۴- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت در بسته های یخ خشک برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

۵۴۴- محتوی بخش جلویی نمونه بردار و لایه فایبرگلاس را در ویال ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار قرار دهید. بخش عقبی لوله را در ویال جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۵۴۵-  $2 \text{ mL}$  متانول به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۵۴۶- برای تسهیل عمل واجذب ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۵۱۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید. سه جفت استاندارد باید گستره حد آشکار سازی ( $LOD=6 \mu\text{g/sample}$ ) تا حد کمی سازی ( $LOQ=13 \mu\text{g/sample}$ ) را پوشش دهد.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۱،۲- پروپان دی آل را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 میکرو گرم ۱،۲- پروپان دی آل).

۵۱۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد لوله OVS مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.

- سه لوله نمونه بردار برای هر ۶ غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را مستقیماً به فیلتر لوله OVS تزریق کنید. به مدت ۶۰ دقیقه هوا را با دبی  $1 \text{ L/min}$  از نمونه بردار عبور دهید.
- درپوش لوله ها 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 شاهد ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ۱،۲- پروپان دی آل بازیافت شده ترسیم کنید.

۵۱۶- 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:**

۵۵۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و

- سپس ۱ میکرولیتر 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): ۱،۲- پروپان دی آل
  - جداساز: ۲ mL متانول
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
  - دمای ستون: ۴۰ °C (۸ °C/min) تا ۲۳۰ °C
  - گاز حامل: هلیوم (۲/۴ - ۲/۶ mL/min)
  - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (Rtx-35)
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۵۶۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** مداخله گر خاصی شناسایی نشده است.

#### محاسبات:

۳۵۶- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۱،۲- پروپان دی آل 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.

۳۵۷- محاسبه غلظت (C) ۱،۲- پروپان دی آل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

propylene glycol	پروپیلن گلیکول
CAS: 57-55-6 RTECS: TY2000000	<b>فرمول شیمیایی:</b> $C_3H_8O_2$ <b>وزن مولکولی:</b> ۷۶/۱ <b>اسامی مترادف:</b> ۱،۲- پروپان دی ال <b>ویژگی ها:</b> مایع؛ نقطه جوش $188^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $0.007 \text{ mmHg}$ ( $0.009 \text{ kPa}$ ) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1.038 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$ ؛ گستره انفجار ۲/۶ تا ۱۲/۵٪ حجمی در هوا؛ $n_D = 1.432$ ، $FP = -60^{\circ}C$
<b>حدمجاز: -</b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> استنشاق میست پروپیلن گلیکول موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیداً خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۰۷۲- پروپیلن گلیکول؛ خلوص آزمایشگاهی ۱۰۷۳- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۷۴- محلول استوک کالیبراسیون، $10 \text{ mg/mL}$ ؛ مقداری از پروپیلن گلیکول را وزن کرده و در متانول حل کنید. ۱۰۷۵- هیدروژن، خالص ۱۰۷۶- هلیوم، خالص ۱۰۷۷- هوا، تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۴۷۲- نمونه بردار: لوله XAD-7 OVS، با قطر خارجی $13 \text{ mm}$ ؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: $200 \text{ mg}$ ، قسمت عقبی: $100 \text{ mg}$ ) که توسط یک لایه فوم پلی اورتان از هم جدا شده. یک لایه فایبرگلاس مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم پلی اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc., #226-57).	



- ۱۴۷۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $2 \text{ L/min} - 0.5$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۴۷۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۴۷۵- حمام التراسونیک
- ۱۴۷۶- ویال های اتوسمپلر با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۴۷۷- ویال ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار
- ۱۴۷۸- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و سایر اندازه های مناسب در صورت نیاز؛ با درجه بندی
- ۰/۱ میکرولیتری
- ۱۴۷۹- بالن ژوژه در اندازه های مختلف
- ۱۴۸۰- پیپت در اندازه های مختلف

### نمونه برداری:

- ۸۸۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۸۸۶- قبل از نمونه برداری درپوش دو طرف نمونه بردار را سریعاً برداشته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۸۸۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $2 \text{ L/min} - 0.5$  برای عبور حجم هوای ۵ تا ۶۰ لیتر انجام دهید.
- ۸۸۸- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت در بسته های یخ خشک برای انتقال بسته بندی کنید.

### آماده سازی:

- ۵۴۷- محتوی بخش جلویی نمونه بردار و لایه فایبرگلاس را در ویال ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار قرار دهید. بخش عقبی لوله را در ویال جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.
- ۵۴۸- ۲ mL متانول به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۵۴۹- برای تسهیل عمل واجذب ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۱۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید.

- سه جفت استاندارد باید گستره حد آشکارسازی ( $LOD=6 \mu\text{g/sample}$ ) تا حد کمی سازی ( $LOQ=13 \mu\text{g/sample}$ ) را پوشش دهد.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد پروپیلن گلیکول را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 میکرو گرم پروپیلن گلیکول).
- ۵۱۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد لوله OVS مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.
- سه لوله نمونه بردار برای هر ۶ غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را مستقیماً به فیلتر لوله OVS تزریق کنید. به مدت ۶۰ دقیقه هوا را با دبی ۱ L/min از نمونه بردار عبور دهید.
  - درپوش لوله ها 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 پروپیلن گلیکول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۵۱۹- 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:

- ۵۶۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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): پروپیلن گلیکول

- جداساز: ۲ mL متانول

- دمای تزریق: ۲۵۰ °C

- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C

- دمای ستون: ۴۰ °C (۸ °C/min) تا ۲۳۰ °C

- گاز حامل: هلیوم (۲/۶ - ۲/۴ mL/min)

- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (Rtx-35)

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

۵۶۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** مداخله گر خاصی شناسایی نشده است.

#### محاسبات:

۳۵۸- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) پروپیلن گلیکول 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.

۳۵۹- محاسبه غلظت (C) پروپیلن گلیکول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

Triethylene glycol	تری اتیلن گلیکول
<p>CAS: 112-27-6 RTECS: YE4550000</p> <p>اسامی مترادف: - ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۲۸۵؛ فشار بخار کمتر از ۰/۰۰۱ mmHg در °C ۲۰؛ دانسیته ۱/۱۲۵ g/mL در °C ۲۰؛ گستره انفجار ۰/۹ تا ۹/۲٪ حجمی در هوا؛ FP= -5 °C؛ n<sub>D</sub> = 1.455</p>	<p>فرمول شیمیایی: C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub> وزن مولکولی: ۱۵۰/۱۷ اسامی مترادف: - ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۲۸۵؛ فشار بخار کمتر از ۰/۰۰۱ mmHg در °C ۲۰؛ دانسیته ۱/۱۲۵ g/mL در °C ۲۰؛ گستره انفجار ۰/۹ تا ۹/۲٪ حجمی در هوا؛ FP= -5 °C؛ n<sub>D</sub> = 1.455</p>
<p>حدمجاز: -</p>	
<p>احتیاطات ویژه: استنشاق میست تری اتیلن گلیکول موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیداً خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم: ۱۰۷۸- تری اتیلن گلیکول؛ خلوص آزمایشگاهی ۱۰۷۹- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۸۰- محلول استوک کالیبراسیون، ۱۰ mg/mL؛ مقداری از تری اتیلن گلیکول را وزن کرده و در متانول حل کنید. ۱۰۸۱- هیدروژن، خالص ۱۰۸۲- هلیوم، خالص ۱۰۸۳- هوا، تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم: ۱۴۸۱- نمونه بردار: لوله XAD-7 OVS، با قطر خارجی ۱۳ mm؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: ۲۰۰ mg، قسمت عقبی: ۱۰۰ mg) که توسط یک لایه فوم پلی اورتان از هم جدا شده. یک لایه فایبرگلاس مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم پلی اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc., #226-57).</p>	

- ۱۴۸۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $2 \text{ L/min} - 0.5$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۴۸۳- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۴۸۴- حمام التراسونیک
- ۱۴۸۵- ویال های اتوسمپلر با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۴۸۶- ویال ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار
- ۱۴۸۷- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و سایر اندازه های مناسب در صورت نیاز؛ با درجه بندی
- ۰/۱ میکرولیتری
- ۱۴۸۸- بالن ژوژه در اندازه های مختلف
- ۱۴۸۹- پیپت در اندازه های مختلف

#### نمونه برداری:

- ۸۸۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۸۹۰- قبل از نمونه برداری درپوش دو طرف نمونه بردار را سریعاً برداشته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۸۹۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $2 \text{ L/min} - 0.5$  برای عبور حجم هوای ۵ تا ۶۰ لیتر انجام دهید.
- ۸۹۲- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت در بسته های یخ خشک برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

- ۵۵۰- محتوی بخش جلویی نمونه بردار و لایه فایبرگلاس را در ویال ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار قرار دهید. بخش عقبی لوله را در ویال جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.
- ۵۵۱- ۲ mL متانول به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۵۵۲- برای تسهیل عمل واجذب ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۲۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید.

- سه جفت استاندارد باید گستره حد آشکارسازی ( $LOD=14 \mu\text{g/sample}$ ) تا حد کمی سازی ( $LOQ=42 \mu\text{g/sample}$ ) را پوشش دهد.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد تری اتیلن گلیکول را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۲ و ۱ نمونه برداری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکرو گرم تری اتیلن گلیکول).
- ۵۲۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد لوله OVS مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.
- سه لوله نمونه بردار برای هر ۶ غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را مستقیماً به فیلتر لوله OVS تزریق کنید. به مدت ۶۰ دقیقه هوا را با دبی ۱ L/min از نمونه بردار عبور دهید.
  - درپوش لوله ها 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 تری اتیلن گلیکول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۵۲۲- 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:

- ۵۶۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر 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): تری اتیلن گلیکول
  - جداساز: ۲ mL متانول
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
  - دمای ستون: ۴۰ °C (۸ °C/min) تا ۲۳۰ °C
  - گاز حامل: هلیوم (۲/۴ - ۲/۶ mL/min)
  - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (Rtx-35)
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استاندارد های کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۵۶۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گر ها:** مداخله گر خاصی شناسایی نشده است.

#### محاسبات:

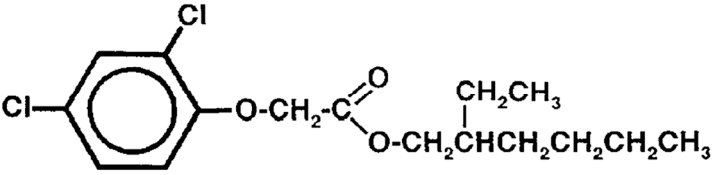
۳۶۰- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) تری اتیلن گلیکول موجود در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

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

۳۶۱- محاسبه غلظت (C) تری اتیلن گلیکول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

ب-۴- حشره کش ها

2,4-D, 2-Ethylhexyl ester	"۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر"
<p>CAS: 1928-43-4</p> <p>RTECS: -</p> <p>اسامی دیگر: 2,4-2,4-Dichlorophenoxyacetic acid, 2-ethylhexylester</p> <p>ساختار مولکولی:</p> 	<p>فرمول شیمیایی: C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>Cl<sub>2</sub>O<sub>3</sub></p> <p>وزن مولکولی: ۳۳۳/۲۵</p>
<p>OSHA: -      NIOSH: -      ACGIH: -      حدمجاز:</p>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>دiazومتان سرطازنا، بینهایت سمی و شدیداً محرک است. Diazومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از ۹۰ °C قرار ندهید. از سطوح زیر استفاده نکنید؛ از لوله های شیشه ای صیقل داده شده و یا تفلون استفاده کنید. محلول ها را در معرض نور شدید قرار ندهید. محلول های رقیق را در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری کنید و آن را در زیر هود آماده کنید. از تماس پوستی با "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر" و Diazالده بپرهیزید. از تماس پوستی با محلول ها بپرهیزید و آنها را در معرض شعله مستقیم قرار ندهید. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و کار با این ترکیبات را در زیر هود دارای تهویه مناسب انجام دهید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱- "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر"</p> <p>۲- متانول؛ با خلوص آنالیز علف کش ها</p> <p>۳- متیل تی- بوتیل اتر؛ با خلوص آنالیز علف کش ها</p>	



- ۴- حلال جداسازی؛ ۱۰ میلی لیتر از متانول را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده و با متیل تی- بوتیل اتر به حجم برسانید.
- ۵- دیازالد (ان-متیل-ان-نیتروزو-پی- تولوئن سولفونامید)
- ۶- سیلیسیک اسید؛ ۱۰۰ مش
- ۷- دیازومتان؛ معرف اشتقاقی
- ۸- محلول های استوک "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر"؛ محلول های استوک استاندارد "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر" را در حلال جداسازی آماده کنید.
- نکته: "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر" حداقل تا  $1 \text{ mg/mL}$  قابل انحلال است.
- ۹- محلول استوک کالیبراسیون؛ مقدار مناسبی از محلول استوک "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر" را با حلال جداسازی تا حجم معینی رقیق کنید.
- ۱۰- گاز های خالص؛ هلیوم، آرگون حاوی ۵٪ متان، یا نیتروژن

### وسایل و تجهیزات لازم:

- ۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵۰ mm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm که درامتداد انتهای خروجی آن به یک لوله با طول ۲۵ mm و قطر خارجی ۶ mm تعبیه شده است (شکل ۱). بخش بزرگتر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب ۲۰ XAD-2 یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلئورواتیلن (PTFE) در قسمت ورودی و یک لایه کوچک فوم پلی اورتان در انتهای آن، در محل خود نگه داشته شده است. بخش عقبی لوله حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب ۲۰ XAD-2 است که توسط یک لایه طویل فوم پلی اورتان در محل خود نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc. Cat. No. 226-58).
- ۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 \text{ L/min} - 0.2$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۳- دستگاه گاز کروماتوگراف با آشکارساز جذب الکترونی (GC/ECD)، ثبت کننده نمودار و ستون.
- ۴- ویال های شیشه ای ۲، ۴، و ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۵- سرنگ های ۱ و ۵ میلی لیتری؛ ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری در صورت نیاز

- ۶- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، و ۱۰۰ میلی لیتری برای آماده سازی استانداردهای کاربردی و محلول ها
- ۷- انبرک
- ۸- فیلترهای PTFE سرنگی با پورسایز  $0.45 \mu\text{m}$  (Gelman Sciences یا انواع مشابه)
- ۹- سرنگ های ۱، ۲/۵، یا ۵ میکرولیتری
- ۱۰- تکان دهنده (Shaker) دارای پایه

### نمونه برداری:

- ۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۲- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی قرار گیرد، به طوری که قسمت بزرگتر آن به سمت پایین باشد.
- ۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 - 0.2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۴- دو طرف نمونه بردار را با درپوش پلاستیکی بسته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

### آماده سازی:

- ۱- درپوش انتهای بزرگتر نمونه بردار را برداشته و حلقه PTFE را خارج کنید؛ با دقت فیلتر و رزین XAD-2 بخش جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه کوچک فوم پلی اورتان را به همراه رزین XAD-2 بخش عقبی به ویال ۴ میلی لیتری دیگری منتقل کنید.
- ۲- با استفاده از سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری، ۲ میلی لیتر از معرف اشتقاقی دیازومتان را به هر ویال اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید. توسط تکان دهنده با سرعت ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه، محتوی ویال ها را به مدت حداقل ۱ ساعت با هم ترکیب کنید.
- ۳- تقریباً ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به محلول اضافه کرده، تکان داده، و به مدت ۱ ساعت آن را رها کنید.
- ۵۵۳- بخشی از محلول را از فیلتر PTFE  $0.45 \mu\text{m}$  میکرومتری عبور داده و به ویال ۲ میلی لیتری

گاز کروماتوگرافی یا ویال GC با حجم محدود منتقل کنید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی روش آنالیز را برای "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر" پوشش دهد کالیبره کنید. ۳ جفت استاندارد باید گستره ی بین حد آشکارسازی (LOD) و حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.
- مقادیر مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در یک بالن ژوژه به معرف اشتقاقی دیازومتان اضافه کرده و به مدت ۱ ساعت رها کنید. یک شاهد کالیبراسیون از محلول معرف اشتقاقی دیازومتان unspike را آماده کنید.
- ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به هر ویال اضافه کرده و یک ساعت دیگر آن را رها کنید.
- محتوی ویال را از یک فیلتر سرنگی ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال GC منتقل کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)
- منحنی کالیبراسیون را ترسیم کنید (ارتفاع یا مساحت پیک در برابر میکروگرم "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر")
- ۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله های مورد استفاده تعیین کنید. محلول های کنترل کیفی "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر" که در حلال جداسازی آماده شده است، باید در غلظت هایی که گستره آنالیز را پوشش دهد آماده شده باشند. ۳ نمونه بردار برای هر ۶ غلظت مورد نظر بعلاوه ۳ شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب را در لوله های نمونه بردار اصلی و شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
- در پوش انتهایی قسمت بزرگتر لوله نمونه بردار را بردارید. حلقه PTFE را برای جلوگیری از بدم افتادن محلول در زیر آن بیرون بکشید. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را بر روی لایه فیلتر فیبر کوارتز اضافه کنید. به مدت ۱ ساعت هوا را با دبی ۰/۲-۱ L/min از لوله عبور دهید.

- نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی و شاهد ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- یک منحنی از راندمان جداسازی در برابر میکرو گرم "۲، ۴-D، ۲-اتیل هگزیل استر" 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:

- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس ۲ 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): "۲، ۴-D، ۲-اتیل هگزیل استر"
- جداساز: ۲ mL از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی - بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق: ۲ μL
- دمای تزریق: ۲۷۰ °C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۱ دقیقه در ۹۰ °C؛ ۳۵ °C/min تا ۱۶۰ °C؛ ۳ °C/min تا ۲۳۰ °C؛ ۹ دقیقه حفظ شود
- زمان ماند "۲، ۴-D، ۲-اتیل هگزیل استر" (برای ستون OB-5): ۲۴/۳۸ دقیقه
- گاز حامل: هلیوم، ۱ mL/min
- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (OB-5 یا انواع مشابه)
- نکته: اگر ارتفاع پیکم مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.
- ۵۶۵- ارتفاع یا مساحت پیکم را محاسبه کنید.

**مداخله گر ها:** به علت حساسیت بالای آشکارساز جذب الکترونی، مداخله گر های احتمالی زیادی می توانند وجود داشته باشند. مداخله گر های تایید شده شامل نرم کننده ها (مانند دی بوتیل

فتالات)، اسیدهای چرب متیله (مداخله ی منفی)، فنول ها، آنتی اکسیدان ها، و سایر افزودنی ها (مانند BHT)، همه ی ترکیبات آلی فرار یا نیمه فرار هالوژنه یا نیتراته، ترکیبات ارگانوفسفره، و سایر آفت کش ها هستند. مواد افزودنی افشانه های کشاورزی، از قبیل حلال ها، امولسیون کننده ها، مرطوب کننده ها، محصولات ته نشینی، و کودهای شیمیایی (مانند اسیدهای چرب و اوره) می توانند ایجاد تداخل جدی کنند. تثبیت ثانویه ستون مطلوب است. مقادیر زمینه موجود در لوله های جاذب مختلف ممکن است با یکدیگر تفاوت داشته باشد، و این مسئله موجب ایجاد تداخل در غلظت های پایین تر می شود.

#### محاسبات:

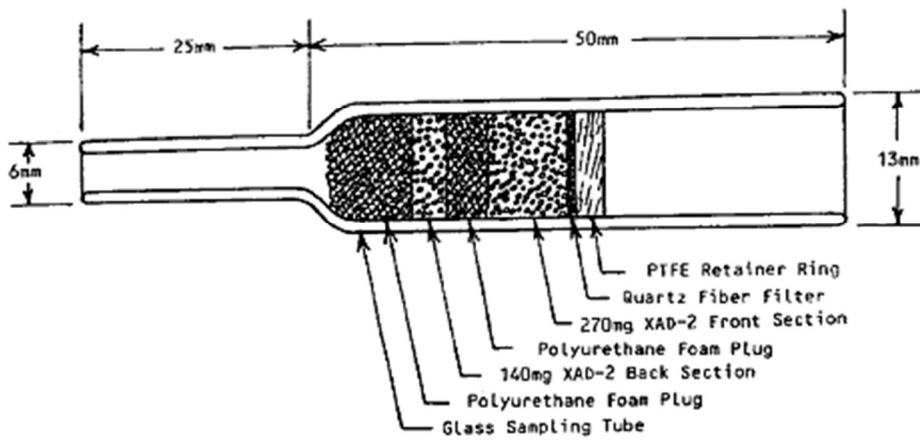
۳۶۲- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر" در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

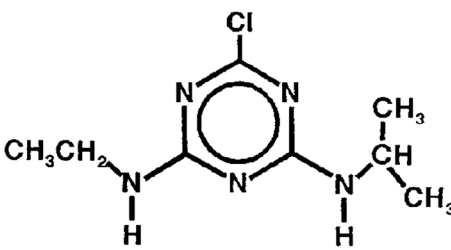
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر  $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۳۶۳- محاسبه غلظت (C) "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر" در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

شکل ۱- نمونه بردار OVS



Atrazine	آرتازین
1912-24-9 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_8H_{14}ClN_5$
XY5600000 : RTECS	وزن مولکولی: ۲۱۵/۶۸
6-Chloro-N2-ethyl-N-isopropyl-1,3,5-triazine-2,4 diamine	اسامی دیگر: 6-Chloro-N2-ethyl-N-isopropyl-1,3,5-triazine-2,4 diamine ساختار مولکولی:
	
<p><b>ویژگی ها:</b> کریستال بی رنگ؛ نقطه ذوب ۱۷۵-۱۷۳°C؛ فشار بخار <math>3 \times 10^{-7} \text{ mmHg}</math> (<math>4 \times 10^{-9} \text{ Pa}</math>) در <math>20^\circ \text{C}</math>؛ حلالیت در آب ۷۰ g/L در <math>25^\circ \text{C}</math></p>	
<b>OSHA: -      NIOSH: 5 mg/m<sup>3</sup>      ACGIH: 5 mg/m<sup>3</sup>      حدمجاز:</b>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>دiazومتان سرطانزا، بینهایت سمی و شدیداً محرک است. Diazومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از <math>90^\circ \text{C}</math> قرار ندهید. از سطوح زیر استفاده نکنید؛ از لوله های شیشه ای صیقل داده شده و یا تفلون استفاده کنید. محلول ها را در معرض نور شدید قرار ندهید. محلول های رقیق را در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری کنید و آن را در زیر هود آماده کنید. از تماس پوستی با آرتازین و دیازالد بپرهیزید. از تماس پوستی با محلول ها بپرهیزید و آنها را در معرض شعله مستقیم قرار ندهید. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و کار با این ترکیبات را در زیر هود دارای تهویه مناسب انجام دهید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۱- آرتازین</p> <p>۱۲- متانول؛ با خلوص آنالیز علف کش ها</p>	

- ۱۳- متیل تی- بوتیل اتر؛ با خلوص آنالیز علف کش ها
- ۱۴- حلال جداسازی؛ ۱۰ میلی لیتر از متانول را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده و با متیل تی- بوتیل اتر به حجم برسانید.
- ۱۵- دیازالد (ان-متیل-ان-نیتروزو-پی- تولوئن سولفونامید)
- ۱۶- سیلیسیک اسید؛ ۱۰۰ مش
- ۱۷- دیازومتان؛ معرف اشتقاقی
- ۱۸- محلول های استوک آرتازین؛ محلول های استوک استاندارد آرتازین را در حلال جداسازی آماده کنید.
- نکته: آرتازین حداقل تا ۱ mg/mL قابل انحلال است.
- ۱۹- محلول استوک کالیبراسیون؛ مقدار مناسبی از محلول استوک آرتازین را با حلال جداسازی تا حجم معینی رقیق کنید.
- ۲۰- گاز های خالص؛ هلیوم، آرگون حاوی ۰.۵٪ متان، یا نیتروژن

### وسایل و تجهیزات لازم:

- ۱۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵۰ mm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱mm که درامداد انتهای خروجی آن به یک لوله با طول ۲۵ mm و قطر خارجی ۶ mm تعبیه شده است (شکل ۱). بخش بزرگتر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلئورواتیلن (PTFE) در قسمت ورودی و یک لایه کوچک فوم پلی اورتان در انتهای آن، در محل خود نگه داشته شده است. بخش عقبی لوله حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 است که توسط یک لایه طویل فوم پلی اورتان در محل خود نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc. Cat. No. 226 58).
- ۱۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۱۳- دستگاه گاز کروماتوگراف با آشکارساز جذب الکترونی (GC/ECD)، ثبت کننده نمودار و ستون.



- ۱۴- ویال های شیشه ای ۲، ۴، و ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۵- سرنگ های ۱ و ۵ میلی لیتری؛ ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری در صورت نیاز
- ۱۶- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، و ۱۰۰ میلی لیتری برای آماده سازی استانداردهای کاربردی و محلول ها
- ۱۷- انبرک
- ۱۸- فیلترهای PTFE سرنگی با پورسایز  $0.45 \mu\text{m}$  (Gelman Sciences یا انواع مشابه)
- ۱۹- سرنگ های ۱، ۲/۵، یا ۵ میکرولیتری
- ۲۰- تکان دهنده (Shaker) دارای پایه

### 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- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی قرار گیرد، به طوری که قسمت بزرگتر آن به سمت پایین باشد.
- ۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 - 0.2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۸- دو طرف نمونه بردار را با درپوش پلاستیکی بسته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

### آماده سازی:

- ۴- درپوش انتهای بزرگتر نمونه بردار را برداشته و حلقه PTFE را خارج کنید؛ با دقت فیلتر و رزین XAD-2 بخش جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه کوچک فوم پلی اورتان را به همراه رزین XAD-2 بخش عقبی به ویال ۴ میلی لیتری دیگری منتقل کنید.
- ۵- با استفاده از سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری، ۲ میلی لیتر از معرف اشتقاقی دیازومتان را به هر ویال اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید. توسط تکان دهنده با

سرعت ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه، محتوی ویال ها را به مدت حداقل ۱ ساعت با هم ترکیب کنید.

۶- تقریباً ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به محلول اضافه کرده، تکان داده، و به مدت ۱ ساعت آن را رها کنید.

۵۵۴- بخشی از محلول را از فیلتر PTFE ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال ۲ میلی لیتری گاز کروماتوگرافی یا ویال GC با حجم محدود منتقل کنید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی روش آنالیز را برای آرتازین پوشش دهد کالیبره کنید. ۳ جفت استاندارد باید گستره ی بین حد آشکارسازی (LOD) و حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.

- مقادیر مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در یک بالن ژوژه به معرف اشتقاقی دیازومتان اضافه کرده و به مدت ۱ ساعت رها کنید. یک شاهد کالیبراسیون از محلول معرف اشتقاقی دیازومتان unspike را آماده کنید.

- ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به هر ویال اضافه کرده و یک ساعت دیگر آن را رها کنید.

- محتوی ویال را از یک فیلتر سرنگی ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال GC منتقل کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را ترسیم کنید (ارتفاع یا مساحت پیک در برابر میکروگرم آرتازین)

۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله های مورد استفاده تعیین کنید. محلول های کنترل کیفی آرتازین که در حلال جداسازی آماده شده است، باید در غلظت هایی که گستره آنالیز را پوشش دهد آماده شده باشند. ۳ نمونه بردار برای هر ۶ غلظت مورد نظر بعلاوه ۳ شاهد آماده کنید.

- بخش عقبی جاذب را در لوله های نمونه بردار اصلی و شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
- درپوش انتهایی قسمت بزرگتر لوله نمونه بردار را بردارید. حلقه PTFE را برای جلوگیری از بدام افتادن محلول در زیر آن بیرون بکشید. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را بر روی لایه فیلتر فیبر کوارتز اضافه کنید. به مدت ۱ ساعت هوا را با دبی  $1-0.2 \text{ L/min}$  از لوله عبور دهید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- یک منحنی از راندمان جداسازی در برابر میکروگرم آرتازین 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:

- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس ۲ 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): آرتازین
- جداساز:  $2 \text{ mL}$  از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی- بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق:  $2 \mu\text{L}$
- دمای تزریق:  $270^\circ\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $300^\circ\text{C}$
- دمای ستون: ۱ دقیقه در  $90^\circ\text{C}$ ؛  $35^\circ\text{C}$  تا  $160^\circ\text{C}$ ؛  $3^\circ\text{C}/\text{min}$  تا  $230^\circ\text{C}$ ؛ ۹ دقیقه حفظ شود
- زمان ماند آرتازین (برای ستون OB-5): ۱۹/۵ دقیقه
- گاز حامل: هلیوم،  $1 \text{ mL/min}$

- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (OB-5 یا انواع مشابه)

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

۵۶۶- ارتفاع یا مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** به علت حساسیت بالای آشکار ساز جذب الکترونی، مداخله گرهای احتمالی زیادی می تواند وجود داشته باشند. مداخله گرهای تایید شده شامل نرم کننده ها (مانند دی بوتیل فتالات)، اسیدهای چرب متیله (مداخله ی منفی)، فنول ها، آنتی اکسیدان ها، و سایر افزودنی ها (مانند BHT)، همه ی ترکیبات آلی فرار یا نیمه فرار هالوژنه یا نیتراته، ترکیبات ارگانوفسفره، و سایر آفت کش ها هستند. مواد افزودنی افشانه های کشاورزی، از قبیل حلال ها، امولسیون کننده ها، مرطوب کننده ها، محصولات ته نشینی، و کودهای شیمیایی (مانند اسیدهای چرب و اوره) می توانند ایجاد تداخل جدی کنند. تثبیت ثانویه ستون مطلوب است. مقادیر زمینه موجود در لوله های جاذب مختلف ممکن است با یکدیگر تفاوت داشته باشد، و این مسئله موجب ایجاد تداخل در غلظت های پایین تر می شود.

#### محاسبات:

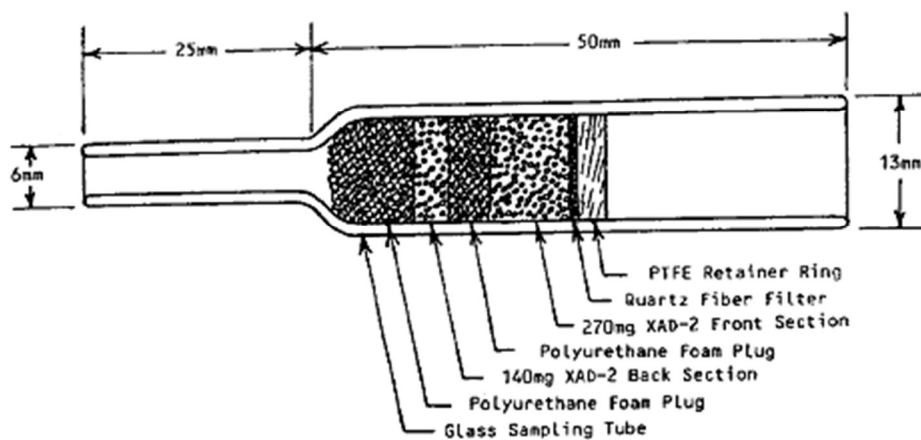
۳۶۴- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آرتازین در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

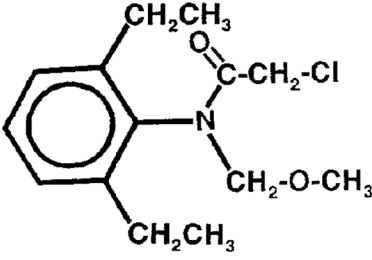
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر  $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۳۶۵- محاسبه غلظت ( $C$ ) آرتازین در حجم هوای نمونه برداری شده ( $V$ ) بر حسب لیتر:

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

شکل ۱- نمونه بردار OVS



Alachlor	آلاکلور
15972-60-8 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_{14}H_{20}ClNO_2$
AE1225000 : RTECS	وزن مولکولی: ۲۶۹/۷۷
2-Chloro-N-(2,6-diethylphenyl)-N-(methoxymethyl) acetamide	اسامی دیگر: 2-Chloro-N-(2,6-diethylphenyl)-N-(methoxymethyl) acetamide
	ساختار مولکولی:
	
<p><b>ویژگی ها:</b> کریستال بی رنگ؛ نقطه ذوب <math>41/5-39/5^{\circ}C</math>؛ فشار بخار <math>2/2 \times 10^{-5} mmHg</math>؛ دانسیته <math>1/133 g/mL</math>؛ حلالیت در آب <math>140 g/L</math> در <math>23^{\circ}C</math>؛ <math>0/029 Pa</math> در <math>20^{\circ}C</math>؛</p>	
<b>OSHA: -      NIOSH: -      ACGIH: -      حدمجاز:</b>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>دiazومتان سرطانزا، بینهایت سمی و شدیداً محرک است. Diazومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از <math>90^{\circ}C</math> قرار ندهید. از سطوح زبر استفاده نکنید؛ از لوله های شیشه ای صیقل داده شده و یا تفلون استفاده کنید. محلول ها را در معرض نور شدید قرار ندهید. محلول های رقیق را در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری کنید و آن را در زیر هود آماده کنید. از تماس پوستی با آلاکلور و Diazالده بپرهیزید. از تماس پوستی با محلول ها بپرهیزید و آنها را در معرض شعله مستقیم قرار ندهید. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و کار با این ترکیبات را در زیر هود دارای تهویه مناسب انجام دهید.</p>	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۲۱- آلاکلور	

- ۲۲- متانول؛ با خلوص آنالیز علف کش ها
- ۲۳- متیل تی- بوتیل اتر؛ با خلوص آنالیز علف کش ها
- ۲۴- حلال جداسازی؛ ۱۰ میلی لیتر از متانول را وارد بالن ژوزه ۱۰۰ میلی لیتری کرده و با متیل تی- بوتیل اتر به حجم برسانید.
- ۲۵- دیازالد (ان-متیل-ان-نیتروزو-پی- تولوئن سولفونامید)
- ۲۶- سیلیسیک اسید؛ ۱۰۰ مش
- ۲۷- دیازومتان؛ معرف اشتقاقی
- ۲۸- محلول های استوک آلاکلور؛ محلول های استوک استاندارد آلاکلور را در حلال جداسازی آماده کنید.
- نکته: آلاکلور حداقل تا ۱ mg/mL قابل انحلال است.
- ۲۹- محلول استوک کالیبراسیون؛ مقدار مناسبی از محلول استوک آلاکلور را با حلال جداسازی تا حجم معینی رقیق کنید.
- ۳۰- گاز های خالص؛ هلیوم، آرگون حاوی ۵٪ متان، یا نیترژن

### وسایل و تجهیزات لازم:

- ۲۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵۰ mm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱mm که در امتداد انتهای خروجی آن به یک لوله با طول ۲۵ mm و قطر خارجی ۶ mm تعبیه شده است (شکل ۱). بخش بزرگتر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 یا ۲۰ یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلئورواتیلن (PTFE) در قسمت ورودی و یک لایه کوچک فوم پلی اورتان در انتهای آن، در محل خود نگه داشته شده است. بخش عقبی لوله حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 است که توسط یک لایه طویل فوم پلی اورتان در محل خود نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc. Cat. No. 226-58).
- ۲۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۲۳- دستگاه گاز کروماتوگراف با آشکارساز جذب الکترونی (GC/ECD)، ثبت کننده

نمودار و ستون.

- ۲۴- ویال های شیشه ای ۲، ۴، و ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۲۵- سرنگ های ۱ و ۵ میلی لیتری؛ ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری در صورت نیاز
- ۲۶- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، و ۱۰۰ میلی لیتری برای آماده سازی استانداردهای کاربردی و محلول ها
- ۲۷- انبرک
- ۲۸- فیلترهای PTFE سرنگی با پورسایز  $0.45 \mu\text{m}$  (Gelman Sciences یا انواع مشابه)
- ۲۹- سرنگ های ۱، ۲/۵، یا ۵ میکرولیتری
- ۳۰- تکان دهنده (Shaker) دارای پایه

#### نمونه برداری:

- ۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۰- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی قرار گیرد، به طوری که قسمت بزرگتر آن به سمت پایین باشد.
- ۱۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 - 0.2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۱۲- دو طرف نمونه بردار را با درپوش پلاستیکی بسته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

- ۷- درپوش انتهایی بزرگتر نمونه بردار را برداشته و حلقه PTFE را خارج کنید؛ با دقت فیلتر و رزین XAD-2 بخش جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه کوچک فوم پلی اورتان را به همراه رزین XAD-2 بخش عقبی به ویال ۴ میلی لیتری دیگری منتقل کنید.
- ۸- با استفاده از سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری، ۲ میلی لیتر از معرف اشتقاقی



دiazومتان را به هر ویال اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید. توسط تکان دهنده با سرعت ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه، محتوی ویال ها را به مدت حداقل ۱ ساعت با هم ترکیب کنید.

۹- تقریباً ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به محلول اضافه کرده، تکان داده، و به مدت ۱ ساعت آن را رها کنید.

۵۵۵- بخشی از محلول را از فیلتر PTFE ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال ۲ میلی لیتری گاز کروماتوگرافی یا ویال GC با حجم محدود منتقل کنید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی روش آنالیز را برای آلاکلور پوشش دهد کالیبره کنید. ۳ جفت استاندارد باید گستره ی بین حد آشکارسازی (LOD) و حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.

- مقادیر مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در یک بالن ژوژه به معرف اشتقاقی Diazومتان اضافه کرده و به مدت ۱ ساعت رها کنید. یک شاهد کالیبراسیون از محلول معرف اشتقاقی Diazومتان unspike را آماده کنید.

- ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به هر ویال اضافه کرده و یک ساعت دیگر آن را رها کنید.

- محتوی ویال را از یک فیلتر سرنگی ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال GC منتقل کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را ترسیم کنید (ارتفاع یا مساحت پیک در برابر میکروگرم آلاکلور)

۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله های مورد استفاده تعیین کنید. محلول های کنترل کیفی آلاکلور که در حلال جداسازی آماده شده است، باید در غلظت هایی که گستره آنالیز را پوشش دهد آماده شده باشند. ۳ نمونه بردار برای هر ۶

غلظت مورد نظر بعلاوه ۳ شاهد آماده کنید.

- بخش عقبی جاذب را در لوله های نمونه بردار اصلی و شاهد جدا کرده و دور بیندازید.

- درپوش انتهای قسمت بزرگتر لوله نمونه بردار را بردارید. حلقه PTFE را برای جلوگیری از بدام افتادن محلول در زیر آن بیرون بکشید. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را بر روی لایه فیلتر فیبر کوارتز اضافه کنید. به مدت ۱ ساعت هوا را با دبی  $1-0.2$  L/min از لوله عبور دهید.

- نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- یک منحنی از راندمان جداسازی در برابر میکروگرم آلاکلور 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:

- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس ۲ 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): آلاکلور

- جداساز: ۲ mL از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی- بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)

- حجم تزریق: ۲ μL

- دمای تزریق: ۲۷۰ °C

- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C

- دمای ستون: ۱ دقیقه در ۹۰ °C؛ ۳۵ °C/min تا ۱۶۰ °C؛ ۳ °C/min تا ۲۳۰ °C؛ ۹ دقیقه حفظ شود

- زمان ماند آلاکلور (برای ستون OB-5): ۲۱/۴۴ دقیقه

- گاز حامل: هلیوم، ۱ mL/min

- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (OB-5 یا انواع مشابه)

نکته: اگر ارتفاع پیکم مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

۵۶۷- ارتفاع یا مساحت پیکم را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** به علت حساسیت بالای آشکار ساز جذب الکترونی، مداخله گرهای احتمالی زیادی می توانند وجود داشته باشند. مداخله گرهای تایید شده شامل نرم کننده ها (مانند دی بوتیل فتالات)، اسیدهای چرب متیله (مداخله ی منفی)، فنول ها، آنتی اکسیدان ها، و سایر افزودنی ها (مانند BHT)، همه ی ترکیبات آلی فرار یا نیمه فرار هالوژنه یا نیتراته، ترکیبات ارگانوفسفره، و سایر آفت کش ها هستند. مواد افزودنی افشانه های کشاورزی، از قبیل حلال ها، امولسیون کننده ها، مرطوب کننده ها، محصولات ته نشینی، و کودهای شیمیایی (مانند اسیدهای چرب و اوره) می توانند ایجاد تداخل جدی کنند. تثبیت ثانویه ستون مطلوب است. مقادیر زمینه موجود در لوله های جاذب مختلف ممکن است با یکدیگر تفاوت داشته باشد، و این مسئله موجب ایجاد تداخل در غلظت های پایین تر می شود.

#### محاسبات:

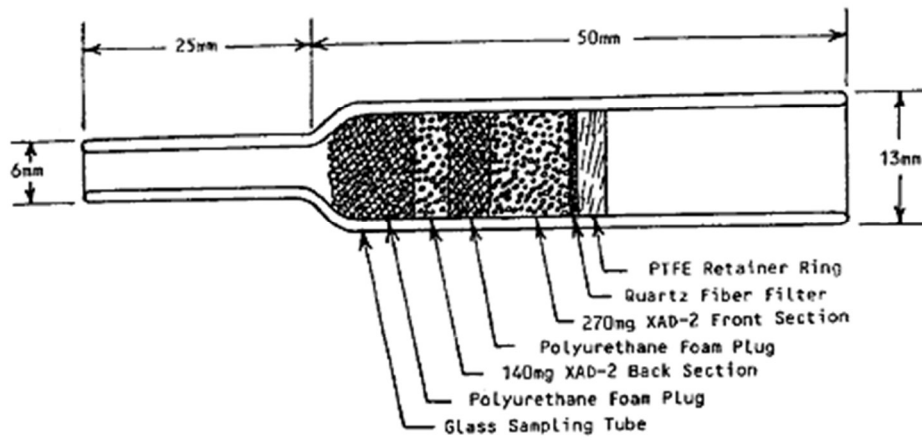
۳۶۶- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آلاکلور در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

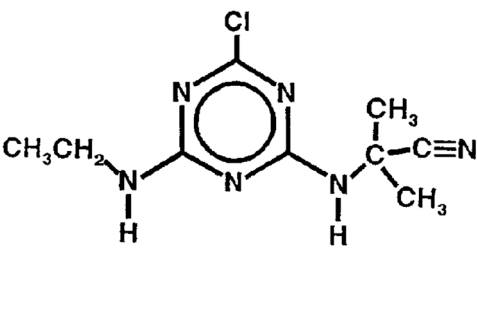
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر  $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

شکل ۱- نمونه بردار OVS



Cyanazine	سیانازین
21725-46-2 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_9H_{13}ClN_6$
UG1490000 : RTECS	وزن مولکولی: ۲۴۰/۶۹
<p>اسامی دیگر: 2-[[4-chloro-6-(ethylamino)-1,3,5-triazin-2-yl]amino]-methylpropionitrile            ساختار مولکولی:</p>	
	
<p>ویژگی ها: کریستال جامد سفید؛ نقطه ذوب C ۱۶۹-۱۶۷/۵؛ فشار بخار <math>10^{-9} \times 1/6</math> mmHg  <math>(2/1 \times 10^{-7} Pa)</math> در <math>20^\circ C</math>؛ حلالیت در آب g/L ۱۷۱ در <math>25^\circ C</math></p>	
<p>حدمجاز: - OSHA: - NIOSH: - ACGIH: -</p>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b>            دیازومتان سرطانزا، بینهایت سمی و شدیداً محرک است. دیازومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از <math>90^\circ C</math> قرار ندهید. از سطوح زبر استفاده نکنید؛ از لوله های شیشه ای صیقل داده شده و یا تفلون استفاده کنید. محلول ها را در معرض نور شدید قرار ندهید. محلول های رقیق را در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری کنید و آن را در زیر هود آماده کنید. از تماس پوستی با سیانازین و دیازالد پرهیزید. از تماس پوستی با محلول ها پرهیزید و آنها را در معرض شعله مستقیم قرار ندهید. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و کار با این ترکیبات را در زیر هود دارای تهویه مناسب انجام دهید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b>            ۳۱- سیانازین</p>	

۳۲- متانول؛ با خلوص آنالیز علف کش ها

۳۳- متیل تی- بوتیل اتر؛ با خلوص آنالیز علف کش ها

۳۴- حلال جداسازی؛ ۱۰ میلی لیتر از متانول را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده و با متیل تی- بوتیل اتر به حجم برسانید.

۳۵- دیازالد (ان-متیل-ان-نیتروزو- پی- تولوئن سولفونامید)

۳۶- سیلیسیک اسید؛ ۱۰۰ مش

۳۷- دیازومتان؛ معرف اشتقاقی

۳۸- محلول های استوک سیانازین؛ محلول های استوک استاندارد سیانازین را در حلال جداسازی آماده کنید.

نکته: سیانازین حداقل تا ۱ mg/mL قابل انحلال است.

۳۹- محلول استوک کالیبراسیون؛ مقدار مناسبی از محلول استوک سیانازین را با حلال جداسازی تا حجم معینی رقیق کنید.

۴۰- گاز های خالص؛ هلیوم، آرگون حاوی ۵٪ متان، یا نیتروژن

### وسایل و تجهیزات لازم:

۳۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵۰ mm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm که درامتداد انتهای خروجی آن به یک لوله با طول ۲۵ mm و قطر خارجی ۶ mm تعبیه شده است (شکل ۱). بخش بزرگتر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 یا ۲۰ تا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلورو اتیلن (PTFE) در قسمت ورودی و یک لایه کوچک فوم پلی اورتان در انتهای آن، در محل خود نگه داشته شده است. بخش عقبی لوله حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 است که توسط یک لایه طویل فوم پلی اورتان در محل خود نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc. Cat. No. 226-58).

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

۳۳- دستگاه گاز کروماتوگراف با آشکارساز جذب الکترونی (GC/ECD)، ثبت کننده نمودار و ستون.

- ۳۴- ویال های شیشه ای ۲، ۴، و ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۳۵- سرنگ های ۱ و ۵ میلی لیتری؛ ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری در صورت نیاز
- ۳۶- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، و ۱۰۰ میلی لیتری برای آماده سازی استانداردهای کاربردی و محلول ها
- ۳۷- انبرک
- ۳۸- فیلترهای PTFE سرنگی با پورسایز  $0.45 \mu\text{m}$  (Gelman Sciences یا انواع مشابه)
- ۳۹- سرنگ های ۱، ۲/۵، یا ۵ میکرولیتری
- ۴۰- تکان دهنده (Shaker) دارای پایه

#### 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- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی قرار گیرد، به طوری که قسمت بزرگتر آن به سمت پایین باشد.
- ۱۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 \text{ L/min}$  -  $0.2$  برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۱۶- دو طرف نمونه بردار را با درپوش پلاستیکی بسته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

- ۱۰- درپوش انتهای بزرگتر نمونه بردار را برداشته و حلقه PTFE را خارج کنید؛ با دقت فیلتر و رزین XAD-2 بخش جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه کوچک فوم پلی اورتان را به همراه رزین XAD-2 بخش عقبی به ویال ۴ میلی لیتری دیگری منتقل کنید.
- ۱۱- با استفاده از سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری، ۲ میلی لیتر از معرف اشتقاقی دیازومتان را به هر ویال اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید. توسط تکان دهنده با

سرعت ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه، محتوی ویال ها را به مدت حداقل ۱ ساعت با هم ترکیب کنید.

۱۲- تقریباً ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به محلول اضافه کرده، تکان داده، و به مدت ۱ ساعت آن را رها کنید.

۵۵۶- بخشی از محلول را از فیلتر PTFE ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال ۲ میلی لیتری گاز کروماتوگرافی یا ویال GC با حجم محدود منتقل کنید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی روش آنالیز را برای سیانازین پوشش دهد کالیبره کنید. ۳ جفت استاندارد باید گستره ی بین حد آشکارسازی (LOD) و حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.

- مقادیر مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در یک بالن ژوزه به معرف اشتقاقی دیازومتان اضافه کرده و به مدت ۱ ساعت رها کنید. یک شاهد کالیبراسیون از محلول معرف اشتقاقی دیازومتان unspike را آماده کنید.

- ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به هر ویال اضافه کرده و یک ساعت دیگر آن را رها کنید.

- محتوی ویال را از یک فیلتر سرنگی ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال GC منتقل کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را ترسیم کنید (ارتفاع یا مساحت پیک در برابر میکروگرم سیانازین)

۱۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله های مورد استفاده تعیین کنید. محلول های کنترل کیفی سیانازین که در حلال جداسازی آماده شده است، باید در غلظت هایی که گستره آنالیز را پوشش دهد آماده شده باشند. ۳ نمونه بردار برای هر ۶ غلظت مورد نظر بعلاوه ۳ شاهد آماده کنید.



- بخش عقبی جاذب را در لوله های نمونه بردار اصلی و شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
  - درپوش انتهایی قسمت بزرگتر لوله نمونه بردار را بردارید. حلقه PTFE را برای جلوگیری از بدام افتادن محلول در زیر آن بیرون بکشید. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را بر روی لایه فیلتر فیبر کوارتز اضافه کنید. به مدت ۱ ساعت هوا را با دبی  $1-0.2 \text{ L/min}$  از لوله عبور دهید.
  - نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
  - یک منحنی از راندمان جداسازی در برابر میکروگرم سیانازین 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:

- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس ۲ 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): سیانازین
- جداساز:  $2 \text{ mL}$  از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی- بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق:  $2 \mu\text{L}$
- دمای تزریق:  $270^\circ\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $300^\circ\text{C}$
- دمای ستون: ۱ دقیقه در  $90^\circ\text{C}$ ؛  $35^\circ\text{C}/\text{min}$  تا  $160^\circ\text{C}$ ؛  $3^\circ\text{C}/\text{min}$  تا  $230^\circ\text{C}$ ؛ ۹ دقیقه حفظ شود
- زمان ماند سیانازین (برای ستون OB-5): ۲۲/۲۳ دقیقه
- گاز حامل: هلیوم،  $1 \text{ mL/min}$

- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (OB-5 یا انواع مشابه)

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

۵۶۸- ارتفاع یا مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** به علت حساسیت بالای آشکار ساز جذب الکترونی، مداخله گرهای احتمالی زیادی می توانند وجود داشته باشند. مداخله گرهای تایید شده شامل نرم کننده ها (مانند دی بوتیل فتالات)، اسیدهای چرب متیله (مداخله ی منفی)، فنول ها، آنتی اکسیدان ها، و سایر افزودنی ها (مانند BHT)، همه ی ترکیبات آلی فرار یا نیمه فرار هالوژنه یا نیتراته، ترکیبات ارگانوفسفره، و سایر آفت کش ها هستند. مواد افزودنی افشانه های کشاورزی، از قبیل حلال ها، امولسیون کننده ها، مرطوب کننده ها، محصولات ته نشینی، و کودهای شیمیایی (مانند اسیدهای چرب و اوره) می توانند ایجاد تداخل جدی کنند. تثبیت ثانویه ستون مطلوب است. مقادیر زمینه موجود در لوله های جاذب مختلف ممکن است با یکدیگر تفاوت داشته باشد، و این مسئله موجب ایجاد تداخل در غلظت های پایین تر می شود.

#### محاسبات:

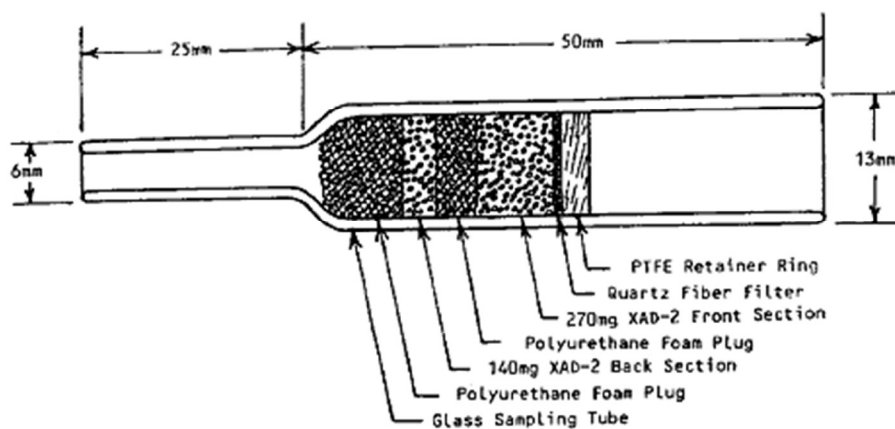
۳۶۸- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) سیانازین در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

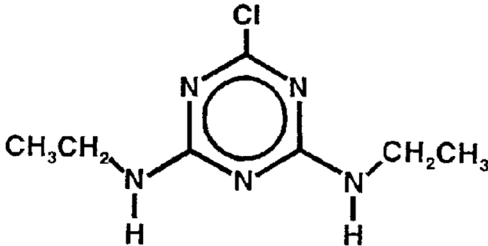
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر  $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

شکل ۱- نمونه بردار OVS



سیمازین	Simazine
<p>فرمول شیمیایی: <math>C_7H_{12}ClN_5</math></p> <p>وزن مولکولی: ۲۰۱/۶۶</p> <p>اسامی دیگر: 6-Chloro-N,N'-diethyl-1,3,5-triazine-2,4-diamine</p> <p>ساختار مولکولی:</p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>ویژگی ها: کریستال؛ نقطه ذوب <math>227-225^{\circ}C</math>؛ فشار بخار <math>6/1 \times 10^{-7} mmHg</math> (<math>8/1 \times 10^{-7} Pa</math>)</p> <p>در <math>20^{\circ}C</math>؛ حلالیت در آب <math>3/5 g/L</math> در <math>20^{\circ}C</math></p>	<p>سیمازین</p> <p>CAS: 122-34-9</p> <p>RTECS: XY5250000</p> <p>ساختار مولکولی:</p>
<p>OSHA: - NIOSH: - ACGIH: - حدمجاز:</p>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>دiazومتان سرطازنا، بینهایت سمی و شدیداً محرک است. Diazومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از <math>90^{\circ}C</math> قرار ندهید. از سطوح زبر استفاده نکنید؛ از لوله های شیشه ای صیقل داده شده و یا تفلون استفاده کنید. محلول ها را در معرض نور شدید قرار ندهید. محلول های رقیق را در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری کنید و آن را در زیر هود آماده کنید. از تماس پوستی با سیمازین و Diazالده پرهیزید. از تماس پوستی با محلول ها پرهیزید و آنها را در معرض شعله مستقیم قرار ندهید. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و کار با این ترکیبات را در زیر هود دارای تهویه مناسب انجام دهید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۴۱- سیمازین</p>	

۴۲- متانول؛ با خلوص آنالیز علف کش ها

۴۳- متیل تی- بوتیل اتر؛ با خلوص آنالیز علف کش ها

۴۴- حلال جداسازی؛ ۱۰ میلی لیتر از متانول را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده و با متیل تی- بوتیل اتر به حجم برسانید.

۴۵- دیازالد (ان-متیل-ان-نیتروزو- پی- تولوئن سولفونامید)

۴۶- سیلیسیک اسید؛ ۱۰۰ مش

۴۷- دیازومتان؛ معرف اشتقاقی

۴۸- محلول های استوک سیمازین؛ محلول های استوک استاندارد سیمازین را در حلال جداسازی آماده کنید.

نکته: سیمازین حداقل تا ۰/۵ mg/mL قابل انحلال است.

۴۹- محلول استوک کالبراسیون؛ مقدار مناسبی از محلول استوک سیمازین را با حلال جداسازی تا حجم معینی رقیق کنید.

۵۰- گاز های خالص؛ هلیوم، آرگون حاوی ۰/۵٪ متان، یا نیتروژن

### وسایل و تجهیزات لازم:

۴۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵۰ mm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm که در امتداد انتهای خروجی آن به یک لوله با طول ۲۵ mm و قطر خارجی ۶ mm تعبیه شده است (شکل ۱). بخش بزرگتر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 یا ۲۰ یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلورو اتیلن (PTFE) در قسمت ورودی و یک لایه کوچک فوم پلی اورتان در انتهای آن، در محل خود نگه داشته شده است. بخش عقبی لوله حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 است که توسط یک لایه طویل فوم پلی اورتان در محل خود نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc. Cat. No. 226-58).

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

۴۳- دستگاه گاز کروماتوگراف با آشکارساز جذب الکترونی (GC/ECD)، ثبت کننده نمودار و ستون.

<p>۴۴- ویال های شیشه ای ۲، ۴، و ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE</p> <p>۴۵- سرنگ های ۱ و ۵ میلی لیتری؛ ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری در صورت نیاز</p> <p>۴۶- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای آماده سازی استانداردهای کاربردی و محلول ها</p> <p>۴۷- انبرک</p> <p>۴۸- فیلترهای PTFE سرنگی با پورسایز <math>0.45 \mu\text{m}</math> (Gelman Sciences یا انواع مشابه)</p> <p>۴۹- سرنگ های ۱، ۲/۵، یا ۵ میکرولیتری</p> <p>۵۰- تکان دهنده (Shaker) دارای پایه</p>
<p style="text-align: center;"><b>نمونه برداری:</b></p> <p>۱۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۱۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی قرار گیرد، به طوری که قسمت بزرگتر آن به سمت پایین باشد.</p> <p>۱۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین <math>1 \text{ L/min}</math> - <math>0.2</math> برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.</p> <p>۲۰- دو طرف نمونه بردار را با درپوش پلاستیکی بسته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p style="text-align: center;"><b>آماده سازی:</b></p> <p>۱۳- درپوش انتهایی بزرگتر نمونه بردار را برداشته و حلقه PTFE را خارج کنید؛ با دقت فیلتر و رزین XAD-2 بخش جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه کوچک فوم پلی اورتان را به همراه رزین XAD-2 بخش عقبی به ویال ۴ میلی لیتری دیگری منتقل کنید.</p> <p>۱۴- با استفاده از سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیست ۲ میلی لیتری، ۲ میلی لیتر از معرف اشتقاقی دیازومتان را به هر ویال اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید. توسط تکان دهنده با</p>

سرعت ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه، محتوی ویال ها را به مدت حداقل ۱ ساعت با هم ترکیب کنید.

۱۵- تقریباً ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به محلول اضافه کرده، تکان داده، و به مدت ۱ ساعت آن را رها کنید.

۵۵۷- بخشی از محلول را از فیلتر PTFE ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال ۲ میلی لیتری گاز کروماتوگرافی یا ویال GC با حجم محدود منتقل کنید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی روش آنالیز را برای سیمازین پوشش دهد کالیبره کنید. ۳ جفت استاندارد باید گستره ی بین حد آشکارسازی (LOD) و حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.

- مقادیر مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در یک بالن ژوژه به معرف اشتقاقی دیازومتان اضافه کرده و به مدت ۱ ساعت رها کنید. یک شاهد کالیبراسیون از محلول معرف اشتقاقی دیازومتان unspike را آماده کنید.

- ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به هر ویال اضافه کرده و یک ساعت دیگر آن را رها کنید.

- محتوی ویال را از یک فیلتر سرنگی ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال GC منتقل کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را ترسیم کنید (ارتفاع یا مساحت پیک در برابر میکروگرم سیمازین)

۱۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله های مورد استفاده تعیین کنید. محلول های کنترل کیفی سیمازین که در حلال جداسازی آماده شده است، باید در غلظت هایی که گستره آنالیز را پوشش دهد آماده شده باشند. ۳ نمونه بردار برای هر ۶ غلظت مورد نظر بعلاوه ۳ شاهد آماده کنید.

- بخش عقبی جاذب را در لوله های نمونه بردار اصلی و شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
  - درپوش انتهایی قسمت بزرگتر لوله نمونه بردار را بردارید. حلقه PTFE را برای جلوگیری از بدام افتادن محلول در زیر آن بیرون بکشید. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را بر روی لایه فیلتر فیبر کوارتز اضافه کنید. به مدت ۱ ساعت هوا را با دبی  $1-0.2 \text{ L/min}$  از لوله عبور دهید.
  - نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
  - یک منحنی از راندمان جداسازی در برابر میکروگرم سیمازین 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:

- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس ۲ 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): سیمازین
- جداساز: ۲ mL از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی - بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق:  $2 \mu\text{L}$
- دمای تزریق:  $270^{\circ}\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $300^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون: ۱ دقیقه در  $90^{\circ}\text{C}$ ؛  $35^{\circ}\text{C}/\text{min}$  تا  $160^{\circ}\text{C}$ ؛  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  تا  $230^{\circ}\text{C}$ ؛ ۹ دقیقه حفظ شود
- زمان ماند سیمازین (برای ستون OB-5): ۱۹/۴۲ دقیقه
- گاز حامل: هلیوم،  $1 \text{ mL/min}$



- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (OB-5 یا انواع مشابه)

نکته: اگر ارتفاع پیکم مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

۵۶۹- ارتفاع یا مساحت پیکم را محاسبه کنید.

**مداخله گرهای:** به علت حساسیت بالای آشکار ساز جذب الکترونی، مداخله گرهای احتمالی زیادی می توانند وجود داشته باشند. مداخله گرهای تایید شده شامل نرم کننده ها (مانند دی بوتیل فتالات)، اسیدهای چرب متیله (مداخله ی منفی)، فنول ها، آنتی اکسیدان ها، و سایر افزودنی ها (مانند BHT)، همه ی ترکیبات آلی فرار یا نیمه فرار هالوژنه یا نیترا ته، ترکیبات ارگانوفسفره، و سایر آفت کش ها هستند. مواد افزودنی افشانه های کشاورزی، از قبیل حلال ها، امولسیون کننده ها، مرطوب کننده ها، محصولات ته نشینی، و کودهای شیمیایی (مانند اسیدهای چرب و اوره) می توانند ایجاد تداخل جدی کنند. تثبیت ثانویه ستون مطلوب است. مقادیر زمینه موجود در لوله های جاذب مختلف ممکن است با یکدیگر تفاوت داشته باشد، و این مسئله موجب ایجاد تداخل در غلظت های پایین تر می شود.

#### محاسبات:

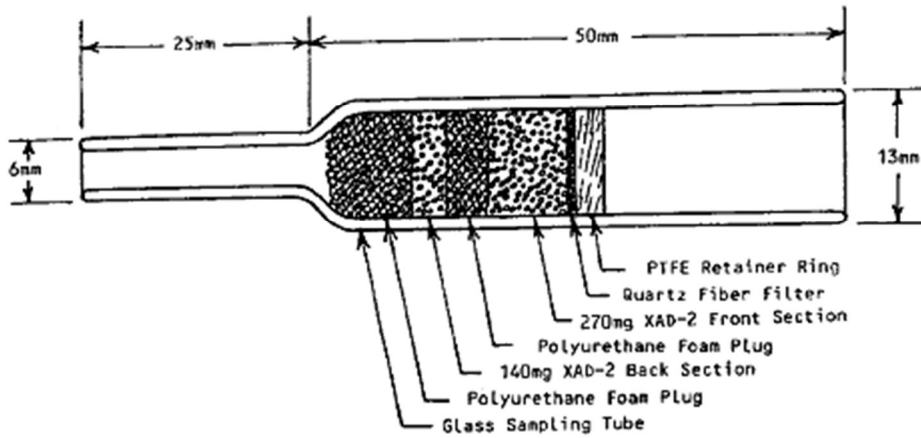
۳۷۰- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) سیمازین در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

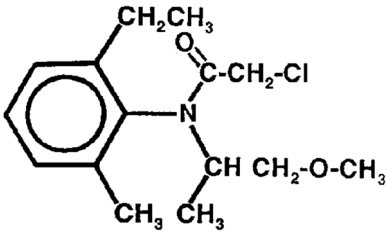
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر  $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشست کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

شکل ۱- نمونه بردار OVS



Metolachlor	متولاکلور
CAS: 51218-45-2 RTECS: AN3430000	فرمول شیمیایی: $C_{15}H_{22}Cl_2NO_2$ وزن مولکولی: ۲۸۳/۸
<p>اسامی دیگر: 2-Chloro-N-(2-ethyl-6-methylphenyl)-N-(2-methoxy-1-methylethyl)acetamide</p> <p>ساختار مولکولی:</p>  <p>ویژگی ها: مایع قهوه ای بدون بو؛ نقطه ذوب <math>39/5-41/5^{\circ}C</math>؛ فشار بخار <math>10^{-5} \times 1/3</math> mmHg</p> <p>(۰/۰۰۱۷ Pa) در <math>20^{\circ}C</math>؛ حلالیت در آب ۵۳۰ g/L در <math>20^{\circ}C</math></p>	<p>OSHA: - NIOSH: - ACGIH: -</p> <p>حدمجاز:</p> <p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>دiazومتان سرطانزا، بینهایت سمی و شدیداً محرک است. Diazومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از <math>90^{\circ}C</math> قرار ندهید. از سطوح زیر استفاده نکنید؛ از لوله های شیشه ای صیقل داده شده و یا تفلون استفاده کنید. محلول ها را در معرض نور شدید قرار ندهید. محلول های رقیق را در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری کنید و آن را در زیر هود آماده کنید. از تماس پوستی با متولاکلور و Diazالده بپرهیزید. از تماس پوستی با محلول ها بپرهیزید و آنها را در معرض شعله مستقیم قرار ندهید. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و کار با این ترکیبات را در زیر هود دارای تهویه مناسب انجام دهید.</p> <p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۵۱- متولاکلور</p>

۵۲- متانول؛ با خلوص آنالیز علف کش ها

۵۳- متیل تی- بوتیل اتر؛ با خلوص آنالیز علف کش ها

۵۴- حلال جداسازی؛ ۱۰ میلی لیتر از متانول را وارد بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری کرده و با متیل تی- بوتیل اتر به حجم برسانید.

۵۵- دیازالد (ان-متیل-ان-نیتروزو- پی- تولوئن سولفونامید)

۵۶- سیلیسیک اسید؛ ۱۰۰ مش

۵۷- دیازومتان؛ معرف اشتقاقی

۵۸- محلول های استوک متولاکلور؛ محلول های استوک استاندارد متولاکلور را در حلال جداسازی آماده کنید.

نکته: متولاکلور حداقل تا ۱ mg/mL قابل انحلال است.

۵۹- محلول استوک کالیبراسیون؛ مقدار مناسبی از محلول استوک متولاکلور را با حلال جداسازی تا حجم معینی رقیق کنید.

۶۰- گاز های خالص؛ هلیوم، آرگون حاوی ۰.۵٪ متان، یا نیترژن

### وسایل و تجهیزات لازم:

۵۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵۰ mm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱ mm که درامتداد انتهای خروجی آن به یک لوله با طول ۲۵ mm و قطر خارجی ۶ mm تعبیه شده است (شکل ۱). بخش بزرگتر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 یا ۲۰ یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلورواتیلن (PTFE) در قسمت ورودی و یک لایه کوچک فوم پلی اورتان در انتهای آن، در محل خود نگه داشته شده است. بخش عقبی لوله حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 است که توسط یک لایه طویل فوم پلی اورتان در محل خود نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc. Cat. No. 226-58).

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

۵۳- دستگاه گاز کروماتوگراف با آشکارساز جذب الکترونی (GC/ECD)، ثبت کننده نمودار و ستون.

- ۵۴- ویال های شیشه ای ۴، ۲ و ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۵۵- سرنگ های ۱ و ۵ میلی لیتری؛ ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری در صورت نیاز
- ۵۶- بالن ژورژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری برای آماده سازی استانداردهای کاربردی و محلول ها
- ۵۷- انبرک
- ۵۸- فیلترهای PTFE سرنگی با پورسایز  $0.45 \mu\text{m}$  (Gelman Sciences) یا انواع مشابه)
- ۵۹- سرنگ های ۱، ۲/۵، یا ۵ میکرولیتری
- ۶۰- تکان دهنده (Shaker) دارای پایه

### 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- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی قرار گیرد، به طوری که قسمت بزرگتر آن به سمت پایین باشد.
- ۲۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 \text{ L/min} - 0.2$  برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۲۴- دو طرف نمونه بردار را با درپوش پلاستیکی بسته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

### آماده سازی:

- ۱۶- درپوش انتهای بزرگتر نمونه بردار را برداشته و حلقه PTFE را خارج کنید؛ با دقت فیلتر و رزین XAD-2 بخش جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه کوچک فوم پلی اورتان را به همراه رزین XAD-2 بخش عقبی به ویال ۴ میلی لیتری دیگری منتقل کنید.
- ۱۷- با استفاده از سرنگ ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری، ۲ میلی لیتر از معرف اشتقاقی دیازومتان را به هر ویال اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید. توسط تکان دهنده با

سرعت ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه، محتوی ویال ها را به مدت حداقل ۱ ساعت با هم ترکیب کنید.

۱۸- تقریباً ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به محلول اضافه کرده، تکان داده، و به مدت ۱ ساعت آن را رها کنید.

۵۵۸- بخشی از محلول را از فیلتر PTFE ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال ۲ میلی لیتری گاز کروماتوگرافی یا ویال GC با حجم محدود منتقل کنید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی روش آنالیز را برای متولاکلور پوشش دهد کالیبره کنید. ۳ جفت استاندارد باید گستره ی بین حد آشکارسازی (LOD) و حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.

- مقادیر مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در یک بالن ژوژه به معرف اشتقاقی دیازومتان اضافه کرده و به مدت ۱ ساعت رها کنید. یک شاهد کالیبراسیون از محلول معرف اشتقاقی دیازومتان unspike را آماده کنید.

- ۱۰ میلی گرم سیلیسیک اسید را به هر ویال اضافه کرده و یک ساعت دیگر آن را رها کنید.

- محتوی ویال را از یک فیلتر سرنگی ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال GC منتقل کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را ترسیم کنید (ارتفاع یا مساحت پیک در برابر میکروگرم متولاکلور)

۱۷- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله های مورد استفاده تعیین کنید. محلول های کنترل کیفی متولاکلور که در حلال جداسازی آماده شده است، باید در غلظت هایی که گستره آنالیز را پوشش دهد آماده شده باشند. ۳ نمونه بردار برای هر ۶ غلظت مورد نظر بعلاوه ۳ شاهد آماده کنید.

- بخش عقبی جاذب را در لوله های نمونه بردار اصلی و شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
- درپوش انتهایی قسمت بزرگتر لوله نمونه بردار را بردارید. حلقه PTFE را برای جلوگیری از بدام افتادن محلول در زیر آن بیرون بکشید. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را بر روی لایه فیلتر فیبر کوارتز اضافه کنید. به مدت ۱ ساعت هوا را با دبی  $1-0.2 \text{ L/min}$  از لوله عبور دهید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱ تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- یک منحنی از راندمان جداسازی در برابر میکروگرم متولاکلور 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:

- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس ۲ 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): متولاکلور
- جداساز:  $2 \text{ mL}$  از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی - بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق:  $2 \mu\text{L}$
- دمای تزریق:  $270^\circ\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $300^\circ\text{C}$
- دمای ستون: ۱ دقیقه در  $90^\circ\text{C}$ ؛  $35^\circ\text{C}/\text{min}$  تا  $160^\circ\text{C}$ ؛  $3^\circ\text{C}/\text{min}$  تا  $230^\circ\text{C}$ ؛ ۹ دقیقه حفظ شود
- زمان ماند متولاکلور (برای ستون OB-5): ۲۲/۲۶ دقیقه
- گاز حامل: هلیوم،  $1 \text{ mL/min}$

- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (OB-5 یا انواع مشابه)

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

۵۷۰- ارتفاع یا مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** به علت حساسیت بالای آشکار ساز جذب الکترونی، مداخله گرهای احتمالی زیادی می توانند وجود داشته باشند. مداخله گرهای تایید شده شامل نرم کننده ها (مانند دی بوتیل فتالات)، اسیدهای چرب متیله (مداخله ی منفی)، فنول ها، آنتی اکسیدان ها، و سایر افزودنی ها (مانند BHT)، همه ی ترکیبات آلی فرار یا نیمه فرار هالوژنه یا نیتراته، ترکیبات ارگانوفسفره، و سایر آفت کش ها هستند. مواد افزودنی افشانه های کشاورزی، از قبیل حلال ها، امولسیون کننده ها، مرطوب کننده ها، محصولات ته نشینی، و کودهای شیمیایی (مانند اسیدهای چرب و اوره) می توانند ایجاد تداخل جدی کنند. تثبیت ثانویه ستون مطلوب است. مقادیر زمینه موجود در لوله های جاذب مختلف ممکن است با یکدیگر تفاوت داشته باشد، و این مسئله موجب ایجاد تداخل در غلظت های پایین تر می شود.

#### محاسبات:

۳۷۲- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متولاکلور در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

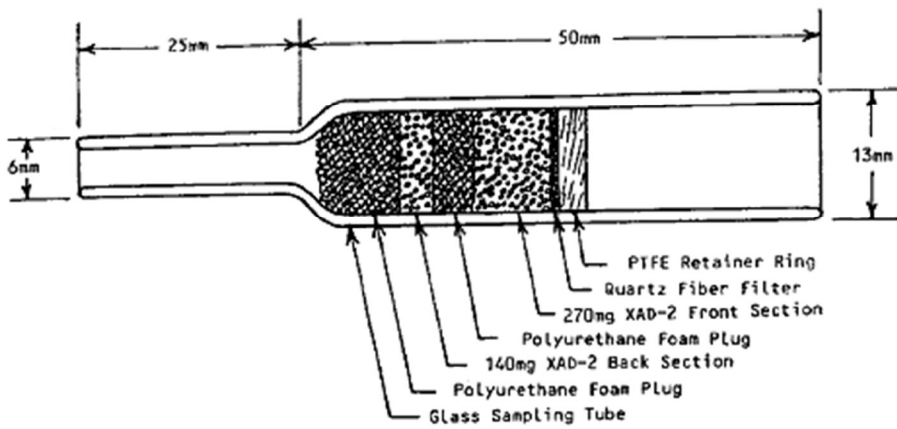
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر  $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

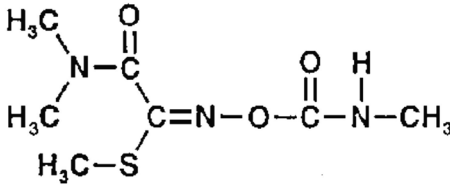


شکل ۱- نمونه بردار OVS



## ب-۵-آفت کش ها

## ب-۵-۱- آفت کش های ارگانونیتروژنه

Oxamyl	اکسامیل
23135-22-0 : CAS RP2300000 : RTECS	فرمول شیمیایی: $C_7H_{13}N_3O_3S$ وزن مولکولی: ۲۱۹٫۳ ساختار مولکولی:  ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۰۲-۱۰۰ °C؛ فشار بخار $۲/۴ \times ۱۰^{-۴}$ mmHg (۳۱ mPa) در ۲۰ °C؛ حلالیت در آب ۲۸۰ g/L در ۲۵ °C
<b>حدمجاز: -</b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار اکسامیل خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید. از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید. از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۰۸۴- اکسامیل؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی ۱۰۸۵- استونیتریل؛ خلوص UV ۱۰۸۶- متانول؛ خلوص HPLC	

۱۰۸۷- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

۱۰۸۸-۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۰۸۹- n-بوتیل ایزوسیانات

۱۰۹۰- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۰۹۱- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۰۹۲- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $(\pm 0.1)/0.7$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.  
نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $\pm 1-12$  درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۰۹۳- محلول استوک آنالیز اکسامیل، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد اکسامیل را در بالن

ژوزه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۰۹۴- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک اکسامیل را در یک بالن ژوزه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۰۹۵- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک اکسامیل را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۰۹۶- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوزه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $7.0 (\pm 0.1)$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ - ۱ پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار

۱۰۹۷- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوزه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۴۹۰- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)، ۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است (SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO 49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۴۹۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 \text{ L/min}$  -  $0.1$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف  
 ۱۴۹۲- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادینان خطی باشد. همچنین  
 باید قادر به پمپ کردن تا فشار  $4000 \text{ psi}$  بوده تا بتواند ستونی به طول  $300$  میلی متر ایجاد  
 کند.

۱۴۹۳- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق  $5$  میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن  
 است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.  
 ۱۴۹۴- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18،  
 $3/9$  میلی متر (ID)  $300 \times$  میلی متر، سایز ذره  $5$  میکرومتر  
 - ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN،  $250 \times 4/6$  میلی  
 متر، سایز ذره  $5$  میکرومتر.

۱۴۹۵- ستون محافظ

۱۴۹۶- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول  $1$  سانتی متر که قادر است  $2$  طول موج  
 را ( $200$  و  $225$  نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۴۹۷- ویال های شیشه ای،  $4$  میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر  
 خودکار،  $2$  میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن  
 ۱۴۹۸- سرنگ های  $0.1$ ،  $0.05$ ،  $0.1$ ،  $1$  و  $2/5$  میلی لیتری؛  $1$ - یا  $2/5$  میلی لیتر برای فیلتراسیون  
 نمونه ها

۱۴۹۹- بالن ژوژه  $2$ ،  $5$ ،  $10$ ،  $25$ ،  $50$ ،  $100$ ،  $500$  و  $1000$  میلی لیتری

۱۵۰۰- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن:  $0.45$  میکرومتر

( Gelman Acrodisc CR PTFE  $0.45 \mu\text{m}$  filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۵۰۱- انبرک

۱۵۰۲- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که  $5$  تا  $10 \text{ RPM}$  قدرت داشته باشد.

۱۵۰۳- pH متر

۱۵۰۴- سیلندر مدرج؛  $10$  میلی لیتر،  $25$  میلی لیتر

۱۵۰۵- پیپت هاو شیشه های مصرفی

#### نمونه برداری:

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

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

۸۹۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲۴۰ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

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

۵۶۰- ۲ mL حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ ۲/۵ یا ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید. ۵۶۱- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.

۵۶۲- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فل اتیلن ۰/۴۵ میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۲۳- زمان های ماند برای اکسامیل را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.

۵۲۴- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه اکسامیل را پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
- نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک اکسامیل بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت اکسامیل بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۲۵- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تا از WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید
- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳

اندازه گیری).

**اندازه گیری:**

۵۷۱- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و

سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): اکسامیل

- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل

- طول موج: ۲۴۲ نانومتر

- زمان ماند: ۶/۱ دقیقه

- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب

رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۵۷۲- مساحت پیک اکسامیل و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر

مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای

زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز اکسامیل مداخله گرهای زیر را می توان

برشمرد:

Caffeine؛ Acetaminophen /IS؛ Imazapyr؛ Asulam

**محاسبات:**

۳۷۴- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) اکسامیل موجود در فیلتر نمونه و

بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ )

نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

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

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

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



Aldicarb	آلدیکرب
CAS: 116-06-3	فرمول شیمیایی: $C_7H_{14}N_2O_2S$
RTECS: UE2275000	وزن مولکولی: ۱۹۰/۳
ساختار مولکولی:	
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \\    \\  \text{H}_3\text{C}-\text{S}-\text{C}-\text{CH}=\text{N}-\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\overset{\text{H}}{\text{N}}-\text{CH}_3 \\    \\  \text{CH}_3  \end{array}  $	
<p>ویژگی ها: نقطه ذوب ۹۹-۱۰۰ °C؛ فشار بخار <math>2/9 \times 10^{-5}</math> mmHg (۳/۹ mPa) در ۲۵ °C؛  حلالیت در آب ۶ g/L در ۲۵ °C</p>	
OSHA:-	حد مجاز: - NIOSH: - ACGIH: -
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار آلدیکرب خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید.</p> <p>از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید.</p> <p>از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۰۹۸- آلدیکرب؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۰۹۹- استونیتریل؛ خلوص UV</p> <p>۱۱۰۰- متانول؛ خلوص HPLC</p> <p>۱۱۰۱- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.</p>	

۱۱۰۲- ۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۱۰۳- n-بوتیل ایزوسیانات

۱۱۰۴- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۱۰۵- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۱۰۶- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $7.0 \pm 0.1$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۱۰۷- محلول استوک آنالیز آلدیکرب، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد آلدیکرب را در بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی

گردد نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۱۰۸- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک آلدیکرب را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۱۰۹- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک آلدیکرب را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد تا دقیقا قبل از زمان spiking نگهداری کنید.  
نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۱۱۰- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $(0.1 \pm) 7.0$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۱۱۱- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه الیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۰۶- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)،  
۱۳ میلی قطر ورودی، ۶ میلی قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است ( SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۵۰۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۵۰۸- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.

۱۵۰۹- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۵۱۰- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18،

۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانو پروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۴/۶ × ۲۵۰

میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۵۱۱- ستون محافظ

۱۵۱۲- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج

را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۵۱۳- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن

۱۵۱۴- سرنگ های ۰/۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون

نمونه ها

۱۵۱۵- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۵۱۶- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 μm filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۵۱۷- انبرک

۱۵۱۸- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۵۱۹- pH متر

۱۵۲۰- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۵۲۱- پیپت هاو شیشه های مصرفی

**نمونه برداری:**

- ۸۹۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۸۹۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۸۹۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 \text{ L/min}$  -  $0.1$  برای عبور حجم هوای  $240$  تا  $480$  لیتر انجام دهید.
- ۹۰۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۵۶۳- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترا فلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۵۶۴-  $2 \text{ mL}$  حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ  $2/5$  یا  $5$  میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۵۶۵- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در  $5$  تا  $10$  دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.
- ۵۶۶- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فنل اتیلن  $0.45$  میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۵۲۶- زمان های ماند برای آلدیکرب را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.
- ۵۲۷- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه آلدیکرب را پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
- نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک آلدیکرب بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت آلدیکرب بر حسب میکرو گرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۲۸- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرو لیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرو لیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تا از WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید
- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳

اندازه گیری).

**اندازه گیری:**

۵۷۳- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و

سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آلدیکرب

- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل

- زمان ماند: ۱۳/۵ دقیقه

- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب

رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۵۷۴- مساحت پیک آلدیکرب و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر

مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گره های

زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز آلدیکرب مداخله گره های زیر را می توان

برشمرد:

Chlorimuron ethyl؛ Carbendazim؛ Nicotine؛ 2,4-D acid

**محاسبات:**

۳۷۶- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آلدیکرب موجود در فیلتر نمونه و

بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ )

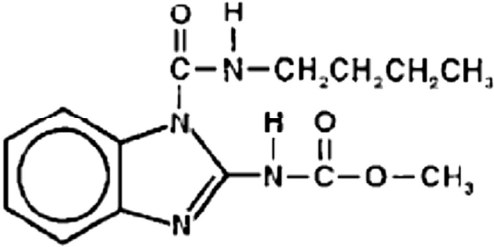
نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

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

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

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

Benomyl	بنومیل
17804-35-2 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_{14}H_{18}N_4O_3$
DD6475000 : RTECS	وزن مولکولی: ۲۹۰/۳۶
ساختار مولکولی:	
	
<p>ویژگی ها: فشار بخار کمتر از <math>1 \times 10^{-5}</math> mmHg (۱/۳ mPa) در <math>25^{\circ}C</math>؛ حلالیت در آب <math>6 \text{ g/L}</math> در <math>20^{\circ}C</math>.</p>	
<p>حدمجاز: OSHA: <math>5 \text{ mg/m}^3</math> NIOSH: - ACGIH: <math>10 \text{ mg/m}^3</math></p>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار بنومیل خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید.</p> <p>از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید.</p> <p>از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۱۱۲- بنومیل؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۱۱۳- استونیتریل؛ خلوص UV</p> <p>۱۱۱۴- متانول؛ خلوص HPLC</p> <p>۱۱۱۵- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.</p>	



۱۱۱۶- ۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۱۱۷-  $\Pi$ - بوتیل ایزوسیانات

۱۱۱۸- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای  $0-4^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۱۱۹- اورتو- فسفریک اسید،  $< 85\%$  وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۱۲۰- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4،  $0/1$  مولار؛  $1/4$  میلی لیتر TEA را در  $90$  میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $7/0(0/1 \pm)$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به  $100$  میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی،  $5$  میلی گرم بر میلی لیتر؛  $100$  میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به  $20$  میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛  $1$  میلی لیتر محلول TEA-PO4 و  $12$  میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه  $500$  میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA =  $0/2$  میلی مول، آب =  $0/2$  و استاندارد داخلی  $120$  میکروگرم بر میلی لیتر. تا  $30$  روز در دمای  $0-4^{\circ}\text{C}$  نگه داری کنید.

۱۱۲۱- محلول استوک آنالیز بنومیل،  $5 \text{ mg/mL}$ ؛ محلول های استاندارد بنومیل را در بالن ژوژه های جداگانه به متیلن کلراید اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد

نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۱۲۲- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک بنومیل را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۱۲۳- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک بنومیل را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۱۲۴- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $(0.1 \pm) 7$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار

۱۱۲۵- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه الیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۲۲- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)،  
۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است ( SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۵۲۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۵۲۴- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.

۱۵۲۵- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۵۲۶- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18،

۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۴/۶ × ۲۵۰

میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۵۲۷- ستون محافظ

۱۵۲۸- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۵۲۹- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن

۱۵۳۰- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون

نمونه ها

۱۵۳۱- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۵۳۲- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

( Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45  $\mu$ m filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۵۳۳- انبرک

۱۵۳۴- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۵۳۵- pH متر

۱۵۳۶- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۵۳۷- پیپت هاو شیشه های مصرفی

**نمونه برداری:**

- ۹۰۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۰۲- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۰۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۶ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۰۴- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۵۶۷- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگذارنده پلی تترا فلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۵۶۸-  $2 \text{ mL}$  حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ  $2/5$  یا ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۵۶۹- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریبا ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.
- ۵۷۰- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فل اتیلن  $0.45$  میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۵۲۹- زمان های ماند برای بنومیل را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.
- ۵۳۰- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه بنومیل را پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
- نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک بنومیل بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت بنومیل بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۳۱- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تا از WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید
- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳

اندازه گیری).

**اندازه گیری:**

۵۷۵- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنومیل
- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
- طول موج: ۲۹۲ نانومتر
- زمان ماند: ۲۲/۹ دقیقه
- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

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

۵۷۶- مساحت پیک بنومیل و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرهای:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز بنومیل مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Alachlor؛ Metolachlor؛ Oryzalin؛ Fenitrothion

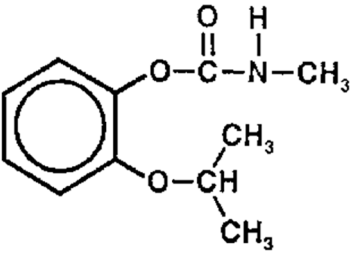
**محاسبات:**

۳۷۸- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) بنومیل موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

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

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

Propoxur	پروپوکسور
CAS: 114-26-1 RTECS: FC3150000	فرمول شیمیایی: $C_{11}H_{15}NO_3$ وزن مولکولی: ۲۰۹/۲۷ ساختار مولکولی:  ویژگی ها: نقطه ذوب ۹۱/۵ C؛ فشار بخار ۹/۷۵ mmHg (۱/۳ mPa) در ۲۰ °C؛ حلالیت در آب ۲ g/L در ۲۰ °C
<b>حدمجاز: OSHA: - NIOSH: 0.5 mg/m<sup>3</sup> ACGIH: 0.5 mg/m<sup>3</sup></b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار پروپوکسور خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید. از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید. از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۱۲۶- پروپوکسور؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی ۱۱۲۷- استونیتریل؛ خلوص UV ۱۱۲۸- متانول؛ خلوص HPLC	

۱۱۲۹- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

۱۱۳۰- ۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۱۳۱- n- بوتیل ایزوسیانات

۱۱۳۲- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۱۳۳- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۱۳۴- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $7.0 \pm 0.1$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید. نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۱۳۵- محلول استوک آنالیز پروپوکسور، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد پروپوکسور را



در بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۱۳۶- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک پروپوکسور را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. (  $120$  تا  $480$  میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۱۳۷- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک پروپوکسور را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۱۳۸- فاز متحرک A.  $20$  میلی لیتر از ۱-پروپانول و  $2/8$  میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $7/0$  ( $0/1 \pm$ ) تنظیم کنید. غلظتهای نهایی:  $2/1$  - پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub>  $0/02$  مولار

۱۱۳۹- فاز متحرک B.  $20$  میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه الیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۳۸- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)،  
 ۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش  $20/60$  می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است ( SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۵۳۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 \text{ L/min}$  -۰/۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف  
 ۱۵۴۰- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین  
 باید قادر به پمپ کردن تا فشار  $4000 \text{ psi}$  بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد  
 کند.

۱۵۴۱- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن  
 است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۵۴۲- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18،

۳/۹ میلی متر (ID)  $\times 300$  میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN،  $4/6 \times 250$

میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۵۴۳- ستون محافظ

۱۵۴۴- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج  
 را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۵۴۵- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگر  
 خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن

۱۵۴۶- سرنگ های ۰/۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون  
 نمونه ها

۱۵۴۷- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۵۴۸- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

( Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45  $\mu\text{m}$  filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۵۴۹- انبرک

۱۵۵۰- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۵۵۱- pH متر

۱۵۵۲- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۵۵۳- پیپت هاو شیشه های مصرفی

#### نمونه برداری:

- ۹۰۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۰۶- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۰۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۶۰ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۰۸- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

- ۵۷۱- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه‌دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۵۷۲- ۲ mL حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ ۲/۵ یا ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۵۷۳- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.
- ۵۷۴- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فنل اتیلن ۰/۴۵ میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۳۲- زمان های ماند برای پروپوکسور را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.
- ۵۳۳- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه پروپوکسور را

پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
- نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک پروپوکسور بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت پروپوکسور بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۳۴- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با لیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تااز WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید

- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).

### اندازه گیری:

۵۷۷- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): پروپوکسور
- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
- زمان ماند: ۱۵/۸ دقیقه
- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

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

۵۷۸- مساحت پیک پروپوکسور و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گره های زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز پروپوکسور مداخله گره های زیر را می توان برشمرد:

Carbofuran؛ Bendiocarb؛ Aminocarb؛ Thiodicarb

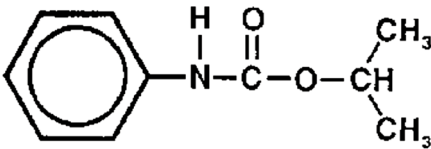
### محاسبات:

۳۸۰- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) پروپوکسور موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

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

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

Propham	پروفام
122-42-9 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{13}NO_2$
FD9100000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۷۹/۲۴
	ساختار مولکولی:
	
<p><b>ویژگی ها:</b> نقطه ذوب <math>90^{\circ}C</math>؛ فشار بخار <math>1.35 \times 10^{-4} mmHg</math> (۱۸ mPa) در <math>25^{\circ}C</math>؛  حلالت در آب <math>0.25 g/L</math> در <math>25^{\circ}C</math></p>	
<b>حدمجاز: -</b>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار پروفام خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید.</p> <p>از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید.</p> <p>از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۱۴۰- پروفام؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۱۴۱- استونیتریل؛ خلوص UV</p> <p>۱۱۴۲- متانول؛ خلوص HPLC</p> <p>۱۱۴۳- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.</p>	

۱۱۴۴-۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۱۴۵- n- بوتیل ایزوسیانات

۱۱۴۶- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۱۴۷- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۱۴۸- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $7.0(\pm 0.1)$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $12 \pm 1$ - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA =  $0.2$  میلی مول، آب =  $0.2\%$  و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۱۴۹- محلول استوک آنالیز پروفام، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد پروفام را در بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $12 \pm 1$ - درجه سانتی گراد

نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۱۵۰- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک پروفام را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۱۵۱- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک پروفام را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $12 \pm 1$  - درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۱۵۲- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $7.0 (\pm 0.1)$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲/۱- پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار

۱۱۵۳- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۵۴- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)، ۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با ایاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است ( SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۵۵۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 - 0.1$  L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف



۱۵۵۶- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادینان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.

۱۵۵۷- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۵۵۸- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18.

۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۲۵۰ × ۴/۶

میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۵۵۹- ستون محافظ

۱۵۶۰- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج

را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۵۶۱- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن

۱۵۶۲- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون

نمونه ها

۱۵۶۳- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۵۶۴- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

( Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45  $\mu$ m filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۵۶۵- انبرک

۱۵۶۶- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۵۶۷- pH متر

۱۵۶۸- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۵۶۹- پیپت هاو شیشه های مصرفی

**نمونه برداری:**

- ۹۰۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۱۰- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۱۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 - 0.1$  L/min برای عبور حجم هوای ۳ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۱۲- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۵۷۵- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگذارنده پلی تترا فلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۵۷۶-  $2 \text{ mL}$  حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ  $2/5$  یا ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۵۷۷- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریبا ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.
- ۵۷۸- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فنل اتیلن  $0.45$  میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۵۳۵- زمان های ماند برای پروفام را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.
- ۵۳۶- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه پروفام را پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
- نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک پروفام بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت پروفام بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۳۷- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با لیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تا از WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید
- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳)

اندازه گیری).

**اندازه گیری:**

۵۷۹- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): پروفام
- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
- طول موج: ۲۳۳ نانومتر
- زمان ماند: ۱۸/۹ دقیقه

- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه  
 نکته ۱: اگر سطح پیک بالتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.  
 ۵۸۰- مساحت پیک پروفام و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گره های زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز پروفام مداخله گره های زیر را می توان برشمرد:

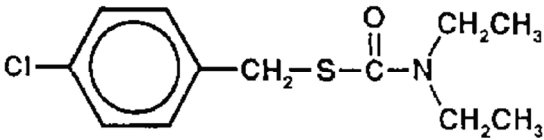
Siduron؛ Clomazone؛ Diethyl phthalate؛ Thiophanate

**محاسبات:**

۳۸۲- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) پروفام موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.  
 نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر  $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

Thiobencarb	تیوبن کرب
28249-77-6 :CAS	فرمول شیمیایی: C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> CINOS
EZ7260000 : RTECS	وزن مولکولی: ۲۵۷/۸۱
ساختار مولکولی:	
	
ویژگی ها: حلالیت در آب ۰/۰۳ g/L در ۲۰ °C	
حدمجاز: -	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار تیوبن کرب خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید.</p> <p>از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید.</p> <p>از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۱۵۴- تیوبن کرب؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۱۵۵- استونیتریل؛ خلوص UV</p> <p>۱۱۵۶- متانول؛ خلوص HPLC</p> <p>۱۱۵۷- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.</p> <p>۱۱۵۸- ۱-پروپانول؛ خلوص UV</p> <p>۱۱۵۹- n-بوتیل ایزوسیانات</p> <p>۱۱۶۰- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه</p>	

سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۱۶۱- اورتو- فسفریک اسید،  $< ۰.۸۵\%$  وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۱۶۲- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $(۰.۱ \pm) ۷/۰$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.  
نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوزه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۱۶۳- محلول استوک آنالیز تیوبن کرب، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد تیوبن کرب را در بالن ژوزه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند).

۱۱۶۴- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک تیوبن کرب را در یک بالن ژوزه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر

پیشنهاد می شود).

۱۱۶۵- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک تیوبن کرب را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $12 \pm 1$  - درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۱۶۶- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $(0.1 \pm 7/0)$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۱٪ TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار

۱۱۶۷- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه الیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۷۰- نمونه بردار: (OSHA VERSATILE SAMPLER) OVS-2،

۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است (SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۵۷۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 - 0.1$  L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۵۷۲- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.

۱۵۷۳- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۵۷۴- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18،

۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۴/۶ × ۲۵۰

میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۵۷۵- ستون محافظ

۱۵۷۶- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج

را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۵۷۷- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودگیر

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فلن اتیلن

۱۵۷۸- سرنگ های ۰/۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون

نمونه ها

۱۵۷۹- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۵۸۰- فیلتر سرنگ پلی تترا فلن اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 µm filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۵۸۱- انبرک

۱۵۸۲- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۵۸۳- pH متر

۱۵۸۴- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۵۸۵- پیپت هاو شیشه های مصرفی

### نمونه برداری:

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

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.



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

۹۱۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۶ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.

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

### آماده سازی:

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

۵۸۰- ۲ mL حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ ۲/۵ یا ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۵۸۱- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.

۵۸۲- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فنل اتیلن ۰/۴۵ میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۳۸- زمان های ماند برای تیوبن کرب را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.

۵۳۹- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه تیوبن کرب را پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای

<p>کالیبراسیون تهیه کنید.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).</li> <li>- نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).</li> <li>- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک تیوین کرب بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت تیوین کرب بر حسب میکروگرم)</li> </ul> <p>نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.</p> <p>۵۴۰- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی استفاده کنید.</li> </ul> <p>نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تا از WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.</li> <li>- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید</li> <li>- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).</li> </ul>
<p><b>اندازه گیری:</b></p> <p>۵۸۱- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و</p>

سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): تیوبن کرب
  - جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
  - طول موج: ۲۱۹ نانومتر
  - زمان ماند: ۲۵/۸ دقیقه
  - ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۵۸۲- مساحت پیک تیوبن کرب و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز تیوبن کرب مداخله گهای زیر را می توان برشمرد:

Di-n-butyl phthalate؛ Heptanophenone /IS؛ Hexanophenone /IS  
Chlorpyrifos

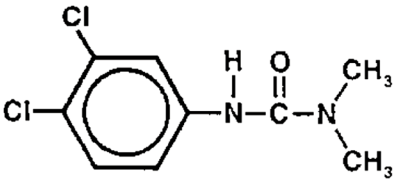
#### محاسبات:

۳۸۴- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) تیوبن کرب موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

۳۸۵- محاسبه غلظت (C) تیوبن کرب در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

Diuron	دیورون
CAS: 330-54-1 RTECS: YS8925000	فرمول شیمیایی: $C_9H_{10}Cl_2N_2O$ وزن مولکولی: ۲۳۳/۱۱ ساختار مولکولی:  ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۵۹-۱۵۸ °C؛ فشار بخار $3/1 \times 10^{-6}$ mmHg در ۵۰ °C؛ حلالیت در آب ۰/۰۴۲ g/L در ۲۵ °C
<b>حدمجاز: OSHA: - NIOSH: 10 mg/m<sup>3</sup> ACGIH: 10 mg/m<sup>3</sup></b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار دیورون خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید. از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید. از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۱۶۸- دیورون؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی ۱۱۶۹- استونیتریل؛ خلوص UV ۱۱۷۰- متانول؛ خلوص HPLC ۱۱۷۱- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.	

۱۱۷۲- ۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۱۷۳- n- بوتیل ایزوسیانات

۱۱۷۴- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۱۷۵- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۱۷۶- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $7.0(\pm 0.1)$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۱۷۷- محلول استوک آنالیز دیورون، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد دیورون را در بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد

نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۱۷۸- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک دیورون را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۱۷۹- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک دیورون را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm -12$  درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۱۸۰- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $7.0 (\pm 0.1)$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار

۱۱۸۱- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۸۶- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)،

۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است ( SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۵۸۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 \text{ L/min} - 0.1$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۵۸۸- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.

۱۵۸۹- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۵۹۰- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18، ۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۴/۶ × ۲۵۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۵۹۱- ستون محافظ

۱۵۹۲- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۵۹۳- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن

۱۵۹۴- سرنگ های ۰/۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون نمونه ها

۱۵۹۵- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۵۹۶- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

( Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 μm filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۵۹۷- انبرک

۱۵۹۸- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۵۹۹- pH متر

۱۶۰۰- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۶۰۱- پیپت هاو شیشه های مصرفی

**نمونه برداری:**

- ۹۱۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۱۸- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۱۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۳ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۲۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۵۸۳- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه‌دارنده پلی‌تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۵۸۴-  $2 \text{ mL}$  حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ  $2/5$  یا ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۵۸۵- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.
- ۵۸۶- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی‌تترافل اتیلن  $0.45$  میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

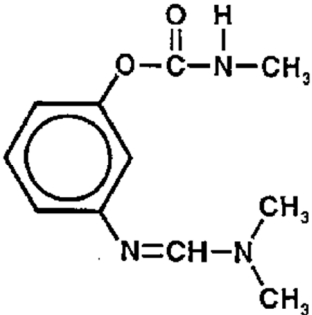
**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۵۴۱- زمان های ماند برای دیورون را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.
- ۵۴۲- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه دیورون را پوشش می دهد انجام دهید.



- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
- نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک دیورون بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت دیورون بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۴۳- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تااز WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید
- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳

اندازه گیری).
<p><b>اندازه گیری:</b></p> <p>۵۸۳- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- آنالیت (ماده مورد تجزیه): دیورون</li> <li>- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل</li> <li>- طول موج: ۲۴۸ نانومتر</li> <li>- زمان ماند: ۱۷/۶ دقیقه</li> <li>- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه</li> </ul> <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۵۸۴- مساحت پیک دیورون و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.</p>
<p><b>مداخله گرهای:</b> به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز دیورون مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:</p> <p style="text-align: center;">Propachlor ؛ Propiophenone /IS ؛ alpha-Naphthol ؛ DEET</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۳۸۶- جرم برحسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دیورون موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.</p> <p>نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۳۸۷- محاسبه غلظت (C) دیورون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg/m}^3$

Formetanate	فورمتانات
CAS: 23422-53-9 RTECS: FC2800000	فرمول شیمیایی: $C_{11}H_{16}ClN_3O_2$ وزن مولکولی: ۲۵۷/۷۵ ساختار مولکولی:  ویژگی ها: نقطه ذوب ۲۰۲-۲۰۰ C؛ حلالیت در آب بیش از ۵۰٪ به صورت هیدروکلراید
<b>حدمجاز: -</b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار فورمتانات خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید. از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید. از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۱۸۲- فورمتانات؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی ۱۱۸۳- استونیتریل؛ خلوص UV	

۱۱۸۴- متانول؛ خلوص HPLC

۱۱۸۵- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

۱۱۸۶- ۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۱۸۷- n- بوتیل ایزوسیانات

۱۱۸۸- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۱۸۹- اورتو- فسفریک اسید،  $< ۰.۸۵\%$  وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۱۹۰- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $(\pm ۰.۱/۰.۷)$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12$  درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

- ۱۱۹۱- محلول استوک آنالیز فورمتانات، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد فورمتانات را در بالن ژوژه های جداگانه به نسبت حجمی ۵۰/۵۰ متانول/استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای ۱۲±۱- درجه سانتی گراد نگهداری کنید. (محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند).
- ۱۱۹۲- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک فورمتانات را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. (۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).
- ۱۱۹۳- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک فورمتانات را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای ۱±۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.
- نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.
- ۱۱۹۴- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی ۷/۰(±۰/۱) تنظیم کنید. غلظت های نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار
- ۱۱۹۵- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

- ۱۶۰۲- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)، ۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است (SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و

SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۶۰۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1-0.1$  L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف  
 ۱۶۰۴- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین  
 باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد  
 کند.

۱۶۰۵- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن  
 است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۶۰۶- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18،

۳/۹ میلی متر (ID)  $\times$  ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN،  $4/6 \times 250$ ،

میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۶۰۷- ستون محافظ

۱۶۰۸- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج

را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۶۰۹- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافلن اتیلن

۱۶۱۰- سرنگ های ۰/۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون

نمونه ها

۱۶۱۱- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۶۱۲- فیلتر سرنگ پلی تترافلن اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45  $\mu$ m filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۶۱۳- انبرک

۱۶۱۴- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۶۱۵- pH متر

۱۶۱۶- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۶۱۷- پیپت هاو شیشه های مصرفی

### نمونه برداری:

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

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

۹۲۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۶۰ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.

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

### آماده سازی:

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

۵۸۸- ۲ mL حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ ۲/۵ یا ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۵۸۹- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.

۵۹۰- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فل اتیلن ۰/۴۵ میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

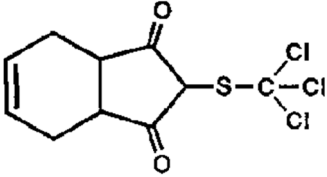
### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۴۴- زمان های ماند برای فورمتانات را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.

- ۵۴۵- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه فورمتانات را پوشش می دهد انجام دهید.
- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
  - بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
  - نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
  - یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک فورمتانات بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت فورمتانات بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۴۶- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترافل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با لیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تااز WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.



<ul style="list-style-type: none"> <li>- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید</li> <li>- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).</li> </ul>
<p style="text-align: center;"><b>اندازه گیری:</b></p> <p>۵۸۵- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- آنالیت (ماده مورد تجزیه): فورمتانات</li> <li>- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل</li> <li>- طول موج: ۲۵۴ نانومتر</li> <li>- زمان ماند: ۷/۷ دقیقه</li> <li>- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه</li> </ul> <p>نکته: ۱: اگر سطح پیک بالانتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۵۸۶- مساحت پیک فورمتانات و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز فورمتانات مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:</p> <p style="text-align: center;">Fenuron ؛ Acetanilide /IS ؛ Sulfometuron methyl ؛ Methomyl</p>
<p style="text-align: center;"><b>محاسبات:</b></p> <p>۳۸۸- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) فورمتانات موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.</p> <p>نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۳۸۹- محاسبه غلظت (C) فورمتانات در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$

کاپتان	Captan
فرمول شیمیایی: $C_9H_8Cl_3NO_2S$ وزن مولکولی: ۳۰۰/۶ ساختار مولکولی:	CAS: 133-06-2 RTECS: GW5075000
	ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۷۸ C؛ فشار بخار کمتر از $1 \times 10^{-5}$ mmHg (۱/۳ mPa) در ۲۵ °C حلالیت در آب ۰/۰۰۵ g/L در ۲۵ °C
حدمجاز: OSHA: - NIOSH: 5 mg/m <sup>3</sup> ACGIH: 5 mg/m <sup>3</sup>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار کاپتان خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید. از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید. از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۱۹۶- کاپتان؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی ۱۱۹۷- استونیتریل؛ خلوص UV ۱۱۹۸- متانول؛ خلوص HPLC ۱۱۹۹- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.	

۱۲۰۰-۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۲۰۱- n- بوتیل ایزوسیانات

۱۲۰۲- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۲۰۳- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۲۰۴- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $7.0(\pm 0.1)$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۲۰۵- محلول استوک آنالیز کاپتان، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد کاپتان را در بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد

نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۲۰۶- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک کاپتان را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۲۰۷- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک کاپتان را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm -12$  درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۲۰۸- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $(0.1 \pm) 7$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۱/۲- پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار

۱۲۰۹- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۶۱۸- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)،

۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است ( SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۶۱۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 \text{ L/min} - 0.1$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

- ۱۶۲۰- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.
- ۱۶۲۱- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.
- ۱۶۲۲- ستون های تجزیه:
- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18، ۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر
  - ستون ثانویه: ستون سیانو پروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۴/۶ × ۲۵۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.
- ۱۶۲۳- ستون محافظ
- ۱۶۲۴- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.
- ۱۶۲۵- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن
- ۱۶۲۶- سرنگ های ۰/۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون نمونه ها
- ۱۶۲۷- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری
- ۱۶۲۸- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر
- ( Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45  $\mu$ m filter, Product 4472, Gelman )  
Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent
- ۱۶۲۹- انبرک
- ۱۶۳۰- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.
- ۱۶۳۱- pH متر
- ۱۶۳۲- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر
- ۱۶۳۳- بیبت ها و شیشه های مصرفی

**نمونه برداری:**

- ۹۲۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۲۶- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۲۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 \text{ L/min}$  -  $0.1$  برای عبور حجم هوای ۳۰ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۲۸- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۵۹۱- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۵۹۲-  $2 \text{ mL}$  حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ  $2/5$  یا ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۵۹۳- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.
- ۵۹۴- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فنل اتیلن  $0.45$  میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۵۴۷- زمان های ماند برای کاپتان را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.
- ۵۴۸- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه کاپتان را

پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
- نمونه ها، شاهدها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک کاپتان بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت کاپتان بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۴۹- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با لیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تا از WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید

- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).

### اندازه گیری:

- ۵۸۷- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): کاپتان
  - جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
  - زمان ماند: ۲۰/۷ دقیقه
  - ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۵۸۸- مساحت پیک کاپتان و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز کاپتان مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

SWEP؛ Mexacarbate؛ Butyrophenone /IS؛ Promecarb

### محاسبات:

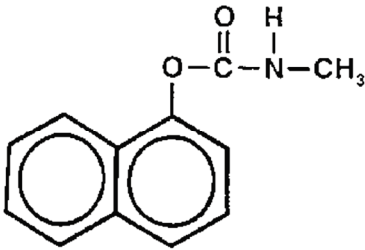
۳۹۰- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کاپتان موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

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

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



Carbaryl	کارباریل
CAS: 25-63-2	فرمول شیمیایی: $C_{12}H_{11}NO_2$
RTECS: FC5950000	وزن مولکولی: ۲۰۱/۲۴
	<p>ساختار مولکولی:</p>  <p>ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۴۲ °C؛ فشار بخار کمتر از <math>4 \times 10^{-5}</math> mmHg (۵/۳ mPa) در ۲۵ °C؛ حلالیت در آب ۰/۱۲ g/L در ۳۰ °C</p>
<p>حدمجاز: OSHA: 5 mg/m<sup>3</sup> NIOSH: 5 mg/m<sup>3</sup> ACGIH: 5 mg/m<sup>3</sup></p>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار کارباریل خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید.</p> <p>از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید.</p> <p>از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۲۱۰- کارباریل؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۲۱۱- استونیتریل؛ خلوص UV</p> <p>۱۲۱۲- متانول؛ خلوص HPLC</p> <p>۱۲۱۳- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.</p>	

۱۲۱۴-۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۲۱۵- n- بوتیل ایزوسیانات

۱۲۱۶- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۲۱۷- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۲۱۸- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر

آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $7.0 \pm 0.1$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۲۱۹- محلول استوک آنالیز کاربایل، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد کاربایل را در

بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$ - درجه

سانتی گراد نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۲۲۰- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک کاربایل را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۲۲۱- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک کاربایل را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد تا دقیقا قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۲۲۲- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $7.0 (0.1 \pm)$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار

۱۲۲۳- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۶۳۴- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)، ۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است (SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۶۳۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۶۳۶- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.

۱۶۳۷- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۶۳۸- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18،

۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۴/۶ × ۲۵۰

میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۶۳۹- ستون محافظ

۱۶۴۰- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج

را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۶۴۱- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فلن اتیلن

۱۶۴۲- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱، ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون

نمونه ها

۱۶۴۳- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۶۴۴- فیلتر سرنگ پلی تترا فلن اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 µm filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۶۴۵- انبرک

۱۶۴۶- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۶۴۷- pH متر

۱۶۴۸- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۶۴۹- پیپت هاو شیشه های مصرفی

**نمونه برداری:**

- ۹۲۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۳۰- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۳۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 \text{ L/min}$  -  $0.1$  برای عبور حجم هوای ۶ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۳۲- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۵۹۵- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه‌دارنده پلی تترا فلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۵۹۶-  $2 \text{ mL}$  حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ  $2/5$  یا  $5$  میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۵۹۷- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.
- ۵۹۸- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فنل اتیلن  $0.45$  میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۵۵۰- زمان های ماند برای کاربایل را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.
- ۵۵۱- کالیبراسیون روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه کاربایل را پوشش می دهد انجام دهید.
- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون

- (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
  - نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
  - یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک کاربایل بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت کاربایل بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت و سیله تریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۵۲- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با لیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تااز WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
  - یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید
  - توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).

**اندازه گیری:**

۵۸۹- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): کارباریل
- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
- طول موج: ۲۱۹ نانومتر
- زمان ماند: ۱۷ دقیقه
- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

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

۵۹۰- مساحت پیک کارباریل و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز کارباریل مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Metalaxyl ؛ Atrazine ؛ Chloroform ؛ Fluometuron

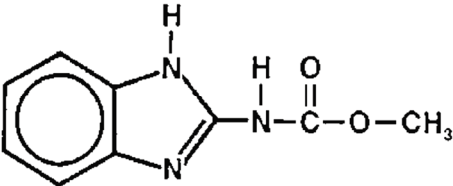
**محاسبات:**

۳۹۲- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کارباریل موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

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

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

Carbendazim	کاربندازیم
10605-21-7: CAS	فرمول شیمیایی: $C_9H_9N_3O_2$
DD6500000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۹۱/۲۱
	ساختار مولکولی:
 <p data-bbox="339 766 1034 803">ویژگی ها: نقطه ذوب ۳۰۷-۳۰۲ °C؛ حلالیت در آب ۰/۰۰۸ g/L در ۲۴ °C</p>	
حدمجاز: -	
<p data-bbox="865 877 1034 914"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p data-bbox="192 929 1034 1018">از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار کاربندازیم خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید.</p> <p data-bbox="192 1033 1034 1121">از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید.</p> <p data-bbox="192 1136 1034 1225">از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.</p>	
<p data-bbox="790 1240 1034 1276"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p data-bbox="286 1291 1054 1328">۱۲۲۴- کاربندازیم؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی</p> <p data-bbox="755 1343 1054 1380">۱۲۲۵- استونیتریل؛ خلوص UV</p> <p data-bbox="755 1395 1054 1432">۱۲۲۶- متانول؛ خلوص HPLC</p> <p data-bbox="613 1446 1054 1483">۱۲۲۷- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II</p> <p data-bbox="744 1498 1054 1535">۱۲۲۸- ۱-پروپانول؛ خلوص UV</p> <p data-bbox="797 1550 1054 1587">۱۲۲۹- n-بوتیل ایزوسیانات</p>	



۱۳۳۰- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۳۳۱- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۳۳۲- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $(0.1 \pm 0.07)$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.  
نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۳۳۳- محلول استوک آنالیز کاربندازیم، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد کاربندازیم را در بالن ژوژه های جداگانه به متیلن کلراید اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۳۳۴- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک کاربندازیم را در یک بالن ژوژه

ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۲۳۵- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک کاربندازیم را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۲۳۶- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $7.0 (\pm 0.1)$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۱٪ TEA-PO4، پروپانول، ۰/۰۲ مولار

۱۲۳۷- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۶۵۰- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)،

۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است (SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۶۵۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 - 0.1$  L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۶۵۲- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول

۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.

۱۶۵۳- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۶۵۴- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18، ۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر
- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۴/۶ × ۲۵۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۶۵۵- ستون محافظ

۱۶۵۶- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۶۵۷- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن

۱۶۵۸- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون نمونه ها

۱۶۵۹- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۶۶۰- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

( Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 μm filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۶۶۱- انبرک

۱۶۶۲- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۶۶۳- pH متر

۱۶۶۴- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۶۶۵- پیپت هاو شیشه های مصرفی

**نمونه برداری:**

- ۹۳۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۳۴- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۳۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 - 1/1$  L/min برای عبور حجم هوای ۶ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۳۶- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۵۹۹- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگذارنده پلی تترافلورواتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۶۰۰- ۲ mL حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ ۲/۵ یا ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۶۰۱- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریبا ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.
- ۶۰۲- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترافل اتیلن ۰/۴۵ میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۵۵۳- زمان های ماند برای کاربندازیم را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.
- ۵۵۴- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه کاربندازیم را پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
- نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک کاربندازیم بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت کاربندازیم بر حسب میکرو گرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۵۵- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تا از WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید
- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳

اندازه گیری).

**اندازه گیری:**

- ۵۹۱- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): کاربندازیم
  - جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
  - طول موج: ۲۸۴ نانومتر
  - زمان ماند: ۱۰/۸ دقیقه
  - ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استاندارد های کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۵۹۲- مساحت پیک کاربندازیم و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

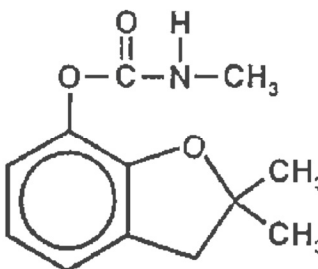
**مداخله گرها:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز کاربندازیم مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Aldicarb; Chlorimuron ethyl; Nicotine; 2,4-D acid

**محاسبات:**

- ۳۹۴- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کاربندازیم موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.
- نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر  $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.
- ۳۹۵- محاسبه غلظت (C) کاربندازیم در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

Carbofuran	کربوفوران
1563-66-2 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_{12}H_{15}NO_3$
FB9450000 : RTECS	وزن مولکولی: ۲۲۱/۲۸
	ساختار مولکولی: 
	ویژگی ها: نقطه ذوب $153-150^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $2/3 \times 10^{-7} mmHg$ ( $0/031 mPa$ ) در $25^{\circ}C$ ؛ حلالیت در آب $0/7 g/L$ در $25^{\circ}C$
<b>OSHA: - NIOSH: 0.1 mg/m<sup>3</sup> ACGIH: 0.1 mg/m<sup>3</sup> حدمجاز:</b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار کربوفوران خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید. از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید. از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۲۳۸- کربوفوران؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی ۱۲۳۹- استونیتریل؛ خلوص UV	

۱۲۴۰- متانول؛ خلوص HPLC

۱۲۴۱- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

۱۲۴۲- ۱-پروپانول؛ خلوص UV

۱۲۴۳- n-بوتیل ایزوسیانات

۱۲۴۴- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۲۴۵- اورتو- فسفریک اسید، < ۸۵٪ وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۲۴۶- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر

آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $7.0 \pm 0.1$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $12 \pm 1$  درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.



۱۲۴۷- محلول استوک آنالیز کربوفوران، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد کربوفوران را در بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد نگهداری کنید. ( محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۲۴۸- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک کربوفوران را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۲۴۹- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک کربوفوران را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۲۵۰- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱- پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $(0.1 \pm 7.0)$  تنظیم کنید. غلظت های نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار

۱۲۵۱- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱- پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۶۶۶- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)،  
۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است (SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و

SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۶۶۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 \text{ L/min}$  -  $0.1$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف  
۱۶۶۸- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین  
باید قادر به پمپ کردن تا فشار  $4000 \text{ psi}$  بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد  
کند.

۱۶۶۹- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن  
است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.  
۱۶۷۰- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18،  
۳/۹ میلی متر (ID)  $\times$  ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر  
- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN،  $4/6 \times 250$  میلی  
متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۶۷۱- ستون محافظ

۱۶۷۲- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج  
را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۶۷۳- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار  
خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن  
۱۶۷۴- سرنگ های  $0.1/0.5$ ،  $0.1/1$  و  $2/5$  میلی لیتری؛ ۱- یا  $2/5$  میلی لیتر برای فیلتراسیون  
نمونه ها

۱۶۷۵- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۶۷۶- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن:  $0.45$  میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE  $0.45 \mu\text{m}$  filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۶۷۷- انبرک

۱۶۷۸- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۶۷۹- pH متر

۱۶۸۰- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۶۸۱- پیپت هاو شیشه های مصرفی

### نمونه برداری:

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

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

۹۳۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 \text{ L/min} - 0.1$  برای عبور حجم هوای ۲۴۰ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.

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

### آماده سازی:

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

۶۰۴- ۲ mL حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ ۲/۵ یا ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۰۵- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.

۶۰۶- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فنل اتیلن ۰/۴۵ میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۵۶- زمان های ماند برای کربوفوران را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.

۵۵۷- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه کربوفوران را پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.

- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).

- نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).

- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک کربوفوران بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت کربوفوران بر حسب میکروگرم)

نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.

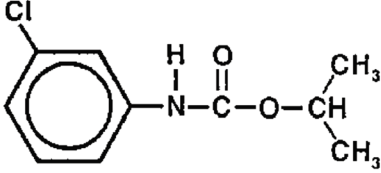
۵۵۸- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.

- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترافل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با لیاف کوارتزی استفاده کنید.

نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تااز WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).

- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.

<ul style="list-style-type: none"> <li>- یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید</li> <li>- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).</li> </ul>
<p style="text-align: center;"><b>اندازه گیری:</b></p> <p>۵۹۳- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- آنالیت (ماده مورد تجزیه): کربوفوران</li> <li>- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل</li> <li>- زمان ماند: ۱۶/۱ دقیقه</li> <li>- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه</li> </ul> <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۵۹۴- مساحت پیک کربوفوران و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز کربوفوران مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:</p> <p style="text-align: center;">Bendiocarb؛ Propoxur؛ Aminocarb؛ Thiodicarb</p>
<p style="text-align: center;"><b>محاسبات:</b></p> <p>۳۹۶- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کربوفوران موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.</p> <p>نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۳۹۷- محاسبه غلظت (C) کربوفوران در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg/m}^3$

Chlorpropham	کلرپروفام
101-21-3 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{12}ClNO_2$
FD8050000 : RTECS	وزن مولکولی: ۲۱۳/۶۸
	ساختار مولکولی:
	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۴۱/۱-۴۰/۷؛ فشار بخار $2 \times 10^{-5}$ mmHg (۲/۷ mPa) در $33^{\circ}C$	
حدمجاز: -	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار کلرپروفام خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید.</p> <p>از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید.</p> <p>از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۲۵۲- کلرپروفام؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۲۵۳- استونیتریل؛ خلوص UV</p> <p>۱۲۵۴- متانول؛ خلوص HPLC</p> <p>۱۲۵۵- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.</p>	

۱۲۵۶-۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۲۵۷- n- بوتیل ایزوسیانات

۱۲۵۸- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۲۵۹- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۲۶۰- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $7.0 \pm 0.1$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $12 \pm 1$  درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد نگه داری کنید.

۱۲۶۱- محلول استوک آنالیز کلرپروپام، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد کلرپروپام را در بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $12 \pm 1$  درجه سانتی

گراد نگهداری کنید. (محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند).

۱۲۶۲- محللول استوک کالیبراسیون. محللول های استوک کلرپروپام را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. (۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۲۶۳- محللول های اسپایک کنترل کیفیت: محللول های استوک کلرپروپام را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محللول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۲۶۴- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱- پروپانول و  $2/8$  میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $7.0 (\pm 0.1)$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی:  $1/2$  - پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار

۱۲۶۵- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱- پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۶۸۲- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)،

۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش  $20/60$  می باشد که توسط یک فیلتر با ایاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است (SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۶۸۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1-0.1$  L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف



۱۶۸۴- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.

۱۶۸۵- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۶۸۶- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18، ۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانو پروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۴/۶ × ۲۵۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۶۸۷- ستون محافظ

۱۶۸۸- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۶۸۹- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن

۱۶۹۰- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون نمونه ها

۱۶۹۱- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۶۹۲- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 μm filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۶۹۳- انبرک

۱۶۹۴- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۶۹۵- pH متر

۱۶۹۶- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۶۹۷- پیپت ها و شیشه های مصرفی

**نمونه برداری:**

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

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

۹۴۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 - 1/1$  L/min برای عبور حجم هوای ۶ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.

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

**آماده سازی:**

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

۶۰۸- ۲ mL حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ ۲/۵ یا ۵ میلی لیتری یا پیت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.

۶۰۹- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.

۶۱۰- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترافل اتیلن ۰/۴۵ میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۵۵۹- زمان های ماند برای کلرپروفام را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.

۵۶۰- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه کلرپروفام را پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون

- (HIGH LEVEL) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
  - نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
  - یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک کلرپروپام بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت کلرپروپام بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۶۱- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی استفاده کنید.
  - نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تا از WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
  - درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
  - یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید
  - توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).

**اندازه گیری:**

۵۹۵- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و

سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): کلرپروپام

- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل

- طول موج: ۲۳۷ نانومتر

- زمان ماند: ۲۲/۱ دقیقه

- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب

رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۵۹۶- مساحت پیک کلرپروپام و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر

مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای

زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز کلرپروپام مداخله گرهای زیر را می توان

برشمرد:

Malathion ؛ Barban ؛ Folpet ؛ Toluene

**محاسبات:**

۳۹۸- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کلرپروپام موجود در فیلتر نمونه و

بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ )

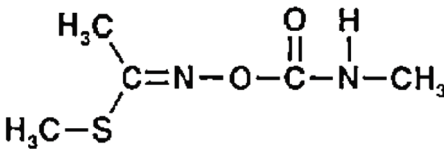
نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

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

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

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

Methomyl	متومیل
CAS: 16752-77-5 RTECS: AK2975000	فرمول شیمیایی: $C_5H_{10}N_2O_2S$ وزن مولکولی: ۱۶۲/۲۴ ساختار مولکولی:
	
<p>ویژگی ها: نقطه ذوب ۷۸-۷۹ °C؛ فشار بخار <math>5 \times 10^{-5}</math> mmHg (۶/۷ mPa) در ۲۵ °C؛            حلالیت در آب ۵۸ g/L در ۲۵ °C</p>	
<b>حدمجاز: OSHA: - NIOSH: 2.5 mg/m<sup>3</sup> ACGIH: 2.5 mg/m<sup>3</sup></b>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b>            از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار متومیل خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید.            از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید.            از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b>            ۱۲۶۶- متومیل؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی            ۱۲۶۷- استونیتریل؛ خلوص UV            ۱۲۶۸- متانول؛ خلوص HPLC            ۱۲۶۹- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.</p>	

۱۲۷۰-۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۲۷۱- II- بوتیل ایزوسیانات

۱۲۷۲- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۲۷۳- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۲۷۴- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر

آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $(0.1 \pm) 7.0$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر

کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12$  درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول

استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۲۷۵- محلول استوک آنالیز متومیل، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد متومیل را در بالن

ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$  درجه سانتی گراد

نگهداری کنید. (محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند).

۱۲۷۶- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک متومیل را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. ( ۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۲۷۷- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک متومیل را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد تا دقیقا قبل از زمان spiking نگهداری کنید.  
نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۲۷۸- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $7.0 (\pm 0.1)$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO<sub>4</sub> ۰/۰۲ مولار

۱۲۷۹- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۶۹۸- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)،  
۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است (SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۶۹۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۷۰۰- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.

۱۷۰۱- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۷۰۲- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18،

۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۴/۶ × ۲۵۰

میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۷۰۳- ستون محافظ

۱۷۰۴- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج

را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۷۰۵- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار

خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فلن اتیلن

۱۷۰۶- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون

نمونه ها

۱۷۰۷- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۷۰۸- فیلتر سرنگ پلی تترا فلن اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 μm filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۷۰۹- انبرک

۱۷۱۰- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۷۱۱- pH متر

۱۷۱۲- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۷۱۳- پیپت هاو شیشه های مصرفی



**نمونه برداری:**

- ۹۴۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۴۶- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۴۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 \text{ L/min}$  -  $0.1$  برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۴۸- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۶۱۱- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگه‌دارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۶۱۲- ۲ mL حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ  $2/5$  یا ۵ میلی لیتری یا پست ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۶۱۳- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریباً ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.
- ۶۱۴- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فل اتیلن  $0.45$  میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۵۶۲- زمان های ماند برای متومیل را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.
- ۵۶۳- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه متومیل را پوشش می دهد انجام دهید.
- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون

(LEVEL HIGH) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.

- بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
  - نمونه ها، شاهد ها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
  - یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک متومیل بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت متومیل بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۶۴- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترا فنل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تا از WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
  - یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید
  - توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).

**اندازه گیری:**

۵۹۷- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): متومیل
- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
- طول موج: ۲۳۳ نانومتر
- زمان ماند: ۱۰/۲ دقیقه
- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

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

۵۹۸- مساحت پیک متومیل و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز متومیل مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Fenuron ؛ Acetanilide /IS ؛ Sulfometuron methyl ؛ Formetanate

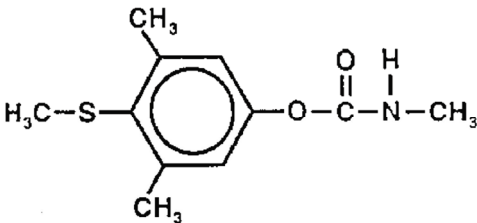
**محاسبات:**

۴۰۰- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متومیل موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

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

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

Methiocarb	متیو کرب
2032-65-7: CAS	فرمول شیمیایی: $C_{11}H_{15}NO_2S$
FC5775000: RTECS	وزن مولکولی: ۲۲۵/۳۴
ساختار مولکولی:	
	
<p>ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۲۱/۵ C؛ فشار بخار <math>2/7 \times 10^{-7}</math> mmHg (۰/۰۳۶ mPa) در ۲۵ °C؛ نامحلول در آب</p>	
حدمجاز: -	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار متیو کرب خودداری کنید. در هنگام کار با آن از دستکش و لباس های مناسب استفاده کنید.</p> <p>از تماس پوستی با حلال ها اجتناب کرده و آن را در معرض شعله باز قرار ندهید. در زیر هود با آن کار کنید.</p> <p>از تماس پوستی با فسفریک اسید و n-بوتیل ایزوسیانات خودداری کنید. n-بوتیل ایزوسیانات می تواند ایجاد حساسیت کند.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۱۲۸۰- متیو کرب؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۱۲۸۱- استونیتریل؛ خلوص UV</p> <p>۱۲۸۲- متانول؛ خلوص HPLC</p> <p>۱۲۸۳- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.</p>	

۱۲۸۴-۱- پروپانول؛ خلوص UV

۱۲۸۵- n- بوتیل ایزوسیانات

۱۲۸۶- تری تیل آمین (TEA)، خلوص HPLC؛ در محیط خنک (در دمای ۰-۴ درجه سانتی گراد) نگه داشته شود و برای نگهداری طولانی تر در قفسه، تحت جریان نیتروژن ذخیره گردد.

۱۲۸۷- اورتو- فسفریک اسید، <math>85\%</math> وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۲۸۸- محلول استخراج؛ محلول های تری تیل آمین فسفات (TEA-PQ) و استاندارد داخلی را به طور جداگانه آماده کنید.

- محلول نگهدارنده TEQ-PO4، ۰/۱ مولار؛ ۱/۴ میلی لیتر TEA را در ۹۰ میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. با اضافه کردن اسید فسفریک pH آن را به  $7.0(\pm 0.1)$  رسانده و توسط یک pH متر کالیبره ثبت کنید. حجم آن را به ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. درپوش آن را محکم بسته و در یخچال نگه داری کنید.

نکته: از کلرواستیک اسید به عنوان نگهدارنده استفاده نکنید. به عنوان مثال، فورمتانات در حضور کلرواستیک اسید ناپایدار است.

- محلول های مادر استاندارد داخلی، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر؛ ۱۰۰ میلی گرم از هر کدام از استاندارد های داخلی انتخاب شده را به ۲۰ میلی لیتر از محلول های مورد نظر اضافه کنید. سپس آن را در استونیتریل حل کنید، درپوش آن را گذاشته و در دمای  $1 \pm 12$ - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

- محلول استخراج نهایی؛ ۱ میلی لیتر محلول TEA-PO4 و ۱۲ میلی لیتر محلول استوک استاندارد داخلی را به یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سپس آن را با استونیتریل به حجم برسانید. غلظت TEA = ۰/۲ میلی مول، آب = ۰/۲٪ و استاندارد داخلی ۱۲۰ میکروگرم بر میلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰-۴ نگه داری کنید.

۱۲۸۹- محلول استوک آنالیز متیوکرب، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد متیوکرب را در بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای  $1 \pm 12$ - درجه

ساتی گراد نگهداری کنید. (محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند).

۱۲۹۰- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک متیوکرب را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. (۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۲۹۱- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک متیوکرب را با غلظت هایی که در رنج آنالیز باشد به استونیتریل اضافه کنید و آن را در فریزر تحت دمای  $1 \pm 12$  - درجه سانتی گراد تا دقیقاً قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۲۹۲- فاز متحرک A. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول و ۲/۸ میلی لیتر از TEA را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری ریخته و توسط آب دیونیزه به حجم برسانید. سپس با اضافه کردن اسید فسفریک و توسط pH متر، pH آن را روی  $7.0 (\pm 0.1)$  تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲/۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۲۹۳- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱ لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۷۱۴- نمونه بردار: OVS-2 (OSHA VERSATILE SAMPLER)،

۱۳ میلی متر قطر ورودی، ۶ میلی متر قطر خروجی. بخش جلویی حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 با مش ۲۰/۶۰ می باشد که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتزی با قطر ۱۱ میلی متر و یک حلقه تفلون در محل نگه داشته شده و این قسمت توسط یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی ۱۴۰ میلی گرم جاذب XAD-2 می باشد جدا شده است. قسمت عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته می شود. لوله در بازار موجود است (SKC 226-58). لوله های OVS-2 با فیلترهای فایبر گلاس نیز همان میزان کارایی جداسازی را داشته و می توان از SKC(226-30-16) و SUPELCO(ORBO-49P) به صورت تجاری تهیه کرد.

۱۷۱۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 - 0.1$  L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۷۱۶- دستگاه HPLC قادر به ترکیب ۲ فاز متحرک در یک گرادیان خطی باشد. همچنین باید قادر به پمپ کردن تا فشار ۴۰۰۰ psi بوده تا بتواند ستونی به طول ۳۰۰ میلی متر ایجاد کند.

۱۷۱۷- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ میکرولیتر. اگر در یخچال نگهداری شود، ممکن است ماده نگهدارنده (TEA-PQ) در محلول جداسازی حذف شود.

۱۷۱۸- ستون های تجزیه:

- ستون اولیه: ستون غیر فعال اکتادسیلسیلیل (C18)، مانند NOVA-PAK C18، ۳/۹ میلی متر (ID) × ۳۰۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر

- ستون ثانویه: ستون سیانوپروپیل سیلیکا، مانند Supleco LC-CN، ۴/۶ × ۲۵۰ میلی متر، سایز ذره ۵ میکرومتر.

۱۷۱۹- ستون محافظ

۱۷۲۰- آشکارساز UV، با یک سلول با ورودی به طول ۱ سانتی متر که قادر است ۲ طول موج را (۲۰۰ و ۲۲۵ نانومتر) همزمان پایش کند.

۱۷۲۱- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمودار خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترافل اتیلن

۱۷۲۲- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون نمونه ها

۱۷۲۳- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۷۲۴- فیلتر سرنگ پلی تترافل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 μm filter, Product 4472, Gelman )

Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۷۲۵- انبرک

۱۷۲۶- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۷۲۷- pH متر

۱۷۲۸- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ میلی لیتر

۱۷۲۹- بیبت هاو شیشه های مصرفی

**نمونه برداری:**

- ۹۴۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۹۵۰- نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
- ۹۵۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1 \text{ L/min} - 0.1$  برای عبور حجم هوای ۶۰ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.
- ۹۵۲- درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۶۱۵- درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگذارنده پلی تترا فلورو اتیلن را جدا کنید؛ فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال ۴ میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال ۴ میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
- ۶۱۶- ۲ mL حلال واجذب را به همراه استاندارد داخلی با استفاده از یک سرنگ ۲/۵ یا ۵ میلی لیتری یا پیپت ۲ میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
- ۶۱۷- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریبا ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.
- ۶۱۸- بخشی از مایع را با استفاده از یک فیلتر پلی تترا فنل اتیلن ۰/۴۵ میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۵۶۵- زمان های ماند برای متیوکرب را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.
- ۵۶۶- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه متیوکرب را



پوشش می دهد انجام دهید.

- استانداردهای کاری را با رقیق کردن مایع استاندارد کالیبراسیون (LEVEL HIGH) توسط محلول جداسازی حاوی استانداردهای داخلی در یک بالن ژوژه تهیه کنید. همچنین یک محلول جداسازی شاهد (UNSPIKED) برای کالیبراسیون تهیه کنید.
  - بخشی از محلول استاندارد و شاهد را برای آنالیز فیلتر کنید (مرحله ۴ آماده سازی).
  - نمونه ها، شاهدها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
  - یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید. (نسبت مساحت پیک متیوکرب بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت متیوکرب بر حسب میکروگرم)
- نکته: می توانید از یک استاندارد داخلی توصیه شده استفاده کنید، اما اگر دقت وسیله تزریق و سیستم HPLC به اندازه کافی باشد نیازی به این کار نیست.
- ۵۶۷- نمونه های رانمان جداسازی (DE) و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را با هر یک از ست نمونه ها در رنج ۱۰٪ نمونه ها آماده کنید.
- درپوش و حلقه نگهدارنده پلی تترافل اتیلن را از قسمت بزرگ انتهایی لوله نمونه برداری بردارید. حجم مشخصی از محلول کالیبراسیون را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی استفاده کنید.
- نکته: در هر بار بیشتر از ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر SPIKE نکنید. اگر بیشتر از این مقدار نیاز بود، نمونه بردار را به یک پمپ خلا با دبی کمتر ۱ لیتر بر دقیقه متصل کنید و بعد محلول SPIKING را به میزان ۱۵ تا ۳۰ میکرولیتر استفاده کنید. اجازه دهید چندین دقیقه حلال بین مایعات بخار شده تااز WICKING در طول کناره های لوله به سمت بخش عقبی جلوگیری شود (۵٪ یا بیشتر ممکن است در دیواره های لوله رسوب کند).
- درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید حداقل ۱ ساعت باقی بماند.
  - یک نمونه بردار UNSPIKED به عنوان شاهد تهیه کنید

- توسط نمونه های اصلی، شاهد و استاندارد های مایع آنالیز کنید (مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).

### اندازه گیری:

۵۹۹- دستگاه کروماتوگراف مایع را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): متیو کرب

- جداساز: ۲ mL؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل

- طول موج: ۲۲۲ نانومتر

- زمان ماند: ۲۰/۲ دقیقه

- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

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

۶۰۰- مساحت پیک متیو کرب و استاندارد داخلی را محاسبه کنید. مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرهای:** به علت پاسخ وسیع آشکار ساز UV در طول موج های پایین مداخله گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز متیو کرب مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

BDMC /IS؛ Linuron؛ Phenmedipham؛ Desmedipham

### محاسبات:

۴۰۲- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متیو کرب موجود در فیلتر نمونه و بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

۴۰۳- محاسبه غلظت (C) متیو کرب در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

## مراجع

1. [www.cds.gov/niosh/docs/2003-154/method-ihtml](http://www.cds.gov/niosh/docs/2003-154/method-ihtml)  
Niosh manual of analytical methods
2. [www.worksafefbc.com](http://www.worksafefbc.com)  
Guide lines part 5-contorolling exposure
3. [www.translationdirectory.com](http://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