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

دانشگاه علوم پزشکی تهران
پژوهشکده محیط زیست

جلد چهارم

راهنمای شناسایی و ارزشیابی
عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار

۱-۰۹۰۸-۲۰۵۰۲۰۲

پاییز ۱۳۹۱

راهنمای دستیابی به اطلاعات مخاطرات شیمیایی برای متخصصین بهداشت حرفه ای

بسم الله الرحمن الرحیم

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

دانشگاه علوم پزشکی تهران
پژوهشکده محیط زیست

راهنمای شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار

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

مرکز سلامت محیط و کار
پژوهشکده محیط زیست
پاییز ۱۳۹۱

شابک: ۹۷۸-۶۰۰-۵۵۲۸-۸۱-۷

نام کتاب: راهنمای شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار

تهیه کننده پیش نویس: دکتر فریده گل بابایی

ناشر: پژوهشکده محیط زیست

نوبت چاپ: دوم

عنوان و نام پدیدآور: راهنمای شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار: الزامات، دستورالعمل ها و رهنمودهای تخصصی مرکز سلامت محیط و کار/[تهیه کننده] مرکز سلامت محیط و کار، پژوهشکده محیط زیست دانشگاه علوم پزشکی تهران؛ کمیته فنی تدوین راهنما عبدالرحمن بهرامی...[و دیگران].

مشخصات نشر: تهران: وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی، معاونت بهداشتی، ۱۳۹۲.

مشخصات ظاهری: ۴۰۶ ص.: مصور (رنگی)، جدول (رنگی)، نمودار (رنگی).

شابک: ۹۷۸-۶۰۰-۵۵۲۸-۸۱-۷

وضعیت فهرست نویسی: فیپا

یادداشت: کمیته فنی تدوین راهنما عبدالرحمن بهرامی، فریده گل بابایی، نوشین راستکاری، فاضله کتابون مدیری، فاطمه صادقی، فائزه ایزدپناه.

عنوان دیگر: الزامات، دستورالعمل ها و رهنمودهای تخصصی مرکز سلامت محیط و کار.

موضوع: مواد شیمیایی - - پیش بینی های ایمنی

موضوع: مواد شیمیایی - - خطرسنجی

موضوع: محیط کار - - پیش بینی های ایمنی

شناسه افزوده: بهرامی، عبدالرحمن، ۱۳۴۳ -

شناسه افزوده: ایران. وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی. مرکز سلامت محیط و کار

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

شناسه افزوده: ایران. وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی. معاونت بهداشتی

رده بندی کنگره: ۱۳۹۲ ۲ر/۱۴۹ TP

رده بندی دیویی: ۶۶۰/۲۸۰۴

شماره کتابشناسی ملی: ۳۳۱۰۹۰۸

- عنوان گایدلاین: شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار
- کد الزامات: ۱-۰۹۰۸-۲۰۵۰۲۰۲
- تعداد صفحات: ۴۲۶

مرکز سلامت محیط و کار:

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

تلفن: ۶۶۷۰۷۶۳۶ ـ ۰۲۱، دورنگار: ۶۶۷۰۷۴۱۷ ـ ۰۲۱

http://markazsalamat.behdasht.gov.ir

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

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

تلفن: ۸۸۹۷۸۳۹۹ ـ ۰۲۱ ، دورنگار: ۸۸۹۷۸۳۹۸ ـ ۰۲۱

http://ier.tums.ac.ir

کمیته فنی تدوین راهنما

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

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

فهرست

جلد اول

۱- مقدمه	۱
۲- اهداف	۱
۳- اصطلاحات و تعاریف	۲
الف- بخارات آلی	٦
الف - ۱ - الکل ها	٦
اتانول	٦
اتیل الکل	۱۰
اتیلن گلیکول مونو متیل اتر	۱۵
الکل چوب	۱۹
آلیل الکل	۲٤
آنول	۲۹
ایزو بوتیل الکل	۳۳
ایزو بوتیل کربینول	۳۸
ایزوآمیل الکل	٤۳
ایزوپروپیل الکل	٤۸
ایزوپروپیل کربینول	۵۲
ایزوپنتیل الکل	۵٦
۲- پروپانول	٦۱
۲-پروپنول	٦۵
جوهر چوب	٦۹
سیکلوهگزانول	۷٤
فورفوریل الکل	۷۸
۲- فوریل کربینول	۸۲

۲- فوریل متانول	۸٦
کربینول	۹۰
متانول	۹۵
۲-متوکسی اتانول	۱۰۰
۲-متیل ۱- پروپانول	۱۰٤
متیل الکل	۱۰۸
متیل سِلوسُلو	۱۱۳
متیل سیکلو هگزانول	۱۱۷
۳- متیل-۱-بوتانول	۱۲۱
نفت چوب	۱۲٦
وینیل کربینول	۱۳۱
هگزالین	۱۳۵
هگزاهیدروکرزول	۱۳۹
هگزاهیدرومتیل فنول	۱٤۳
هیدرالین	۱٤۷
هیدروکسی سیکلوهگزان	۱۵۱
۲- (هیدروکسی متیل) فوران	۱۵۵
الف - ۲ - آلدهیدها	۱۵۹
اتانال	۱۵۹
اتیل آلدهید	۱٦۵
استالدهید	۱۷۱
استیک آلدهید	۱۷٦
استیل آلدهید	۱۸۲
n-والرالدهید	۱۸۸
آمیل آلدهید	۱۹٤

بوتیل فرمال	۲۰۰
پروپالدهید	۲۰۶
پروپانال	۲۱۲
پروپیل آلدهید	۲۱۷
پروپیلیک آلدهید	۲۲۳
پروپیونالدهید	۲۲۸
پنتانال	۲۳۴
فرمالدهید	۲۳۹
فرمالین	۲۴۴
۲-فوران کربوکسالدهید	۲۴۹
۲-فورآلدهید	۲۵۴
فورفورال	۲۵۹
متانال	۲۶۴
متیل استالدهید	۲۶۹
متیلن اکساید	۲۷۵
والرال	۲۸۱
والرالدهید	۲۸۶
والریک آلدهید	۲۹۲
الف - ۳- آمین ها	۲۹۸
n-اتیل اتانامین	۲۹۸
ارتو-تولوئیدین	۳۰۳
آمینوبنزن	۳۰۸
۲-آمینوتولوئن	۳۱۳
آنیلین	۳۱۸
بنزآمین	۳۲۳

n-n-دی اتامین	۳۲۸
دی اتیل آمین	۳۳۳
دی آمید	۳۳۸
دی آمین	۳٤۲
دی متیل آمین	۳٤٦
دی متیل آمینو بنزن	۳٥۱
۲،٤- دی متیل آنیلین	۳٥٦
۲،٤-زایلیدین	۳٦۱
فنیل آمین	۳٦٦
n-متیل متانامین	۳۷۱
هیدرازین	۳۷٦
جلد دوم	
الف-٤- اترها	۳۸۱
آلیل گلیسیدیل اتر	۳۸۱
پروپیلن گلیکول مونومتیل اتر استات	۳۸٦
پروپیلن گلیکول مونومتیل اتر	۳۹۰
دی اتیلن اتر	۳۹٤
۱, ٤-دی اتیلن دی اکسید	۳۹۸
دی اُکسان	٤۰۲
دی پروپیلن گلیکول مونومتیل اتر	٤۰۷
۲-متوکسی-۱-متیل اتانول	٤۱۱
۱-متوکسی-۲-پروپانول	٤۱٥
۱-متوکسی-۲-پروپیل استات	٤۱۹
الف-٥ - استرها	٤۲۳
اتنیل استات	٤۲۳

۲-اتوکسی اتیل استات	٤۲۷
اتیل آکریلات	٤۳۱
اتیلن اتانوآت	٤۳٥
۱-استوکسی اتیلن	٤۳۹
استیک اسید اتنیل استر	٤٤۳
استیک اسید اتیلن گلیکول مونو اتیل اتر	٤٤۷
استیک اسید ایزوبوتیل استر	٤٥۱
استیک اسید وینیل استر	٤٥٥
استیک اسید-۱-پنتانول استر	٤٥۹
استیک اسید-٤-متیل-۲-پنتانول استر	٤٦۳
ایزوبوتیل استات	٤٦۷
n-آمیل استات	٤۷۱
۲-پروپنوئیک اسید اتیل استر	٤۷٥
۱،۳ -دی متیل بوتیل استات	٤۷۹
سِلوسُلو استات	٤۸۳
متیل ایزو آمیل استات	٤۸۷
وینیل اتانوآت	٤۹۱
وینیل استات	٤۹٥
sec-هگزیل استات	٤۹۹
الف - ٦ - هیدروکربن ها	٥۰۳
الف-٦-۱- هیدروکربن های آروماتیک	٥۰۳
اتیل بنزن	٥۰۳
ارتو-کرزول	٥۰۷
استایرن	٥۱۱
اورتو-زایلن	٥۱٥

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

بنزیل کلراید ٦١٥
پارا-دی کلرو بنزن ٦١٩
تتراکلراید کربن ٦٢٣
تتراکلرومتان ٦٢٧
تری برمومتان ٦٣١
تری کلرومتان ٦٣٥
١،٢-دی کلرواتان ٦٣٩
١-٤-دی کلروبنزن ٦٤٣
١،٢-دی کلروبنزن ٦٤٧
دی کلرومتان ٦٥١
فنیل کلراید ٦٥٦
کلرواتیلن ٦٦٠
کلروبنزن ٦٦٥
α-کلروتولوئن ٦٦٩
کلروفرم ٦٧٣
متیلن دی کلراید ٦٧٧
متیلن کلراید ٦٨٢
وینیل کلراید ٦٨٦

جلد سوم

الف – ٧ – کتون ها ٦٩٢
اتیل آمیل کتون ٦٩٢
اتیل بوتیل کتون ٦٩٦
استون ٧٠٠
ایزوپروپیل استون ٧٠٤
٢-پروپانون ٧٠٨

سیکلوهگزانون	۷۱۲
سیکلوهگزیل کتون	۷۱٦
کامفور	۷۲۰
متیل ان-بوتیل کتون	۷۲٤
متیل ایزوبوتیل کتون	۷۲۸
٤-متیل-۲-پنتانون	۷۳۲
۳-متیل-۳-هپتانون	۷۳٦
۳-هپتانون	۷٤۰
۲-هگزانون	۷٤٤
هگزون	۷٤۸
الف - ۸ - سیانایدها	۷۵۲
استو نیتریل	۷۵۲
آکریلونیتریل	۷۵٦
۲-پروپن نیتریل	۷٦۱
سیانومتان	۷٦٦
متیل سیاناید	۷۷۱
وینیل سیاناید	۷۷۵
الف - ۹ - مرکاپتان ها	۷۸۰
اتان اتیول	۷۸۰
اتیل سولفیدرات	۷۸۵
اتیل مرکاپتان	۷۹۰
متان اتیول	۷۹۵
متیل سولفیدرات	۸۰۰
متیل مرکاپتان	۸۰۵
مرکاپتواتان	۸۱۰

مرکاپتومتان ۸۱۵
الف – ۱۰ – ترکیبات نیتروآروماتیک ۸۲۰
ارتومتیل نیتروبنزن ۸۲۰
ارتو-نیتروتولوئن ۸۲٤
٤-کلرو نیتروبنزن ۸۲۸
۱-کلرو-٤- نیتروبنزن ۸۳۲
۲-متیل نیتروبنزن ۸۳٦
نیتروبنزن ۸٤۰
نیتروبنزول ۸٤٤
۲-نیتروتولوئن ۸٤۸
٤- نیتروکلروبنزن ۸۵۲
الف – ۱۱ – نیتروزامین ها ۸۵٦
دی متیل نیتروزامین ۸۵٦
n-متیل-n-نیتروزومتانامین ۸٦۰
n-نیتروزوپیرولیدین ۸٦٤
۱- نیتروزوپینولیدین ۸٦۸
n-نیتروزودی متیل آمین ۸۷۲
٤- نیتروزومورفولین ۸۷٦
n-نیتروزومورفولین ۸۸۰
الف – ۱۲ – نفتا ها ۸۸٤
الکل معدنی ۸۸٤
بنزین ۸۸۸
قطران ذغال سنگ ۸۹۲
نفت چراغ ۸۹٦
نفت خام ۹۰۰

نفت سفید ۹۰٤
الف – ۱۳ – سایر بخارات آلی ۹۰۸
اسیدفرمیک ۹۰۸
آزابنزن ۹۱۳
آزین ۹۱۷
پیریدین ۹۲۱
تتراهیدروفوران ۹۲۵
دی اتیلن اکساید ۹۲۹
دی تیوکربنیک انیدرید ۹۳۳
کربن دی سولفید ۹۳۹
متانوئیک اسید ۹٤٤
هیدروژن کربوکسیلیک اسید ۹٤۹

جلد چهارم

ب – آئرسول های آلی ۹۵۵
ب – ۱ – هیدروکربن های آروماتیک چند هسته ای ۹۵۵
اسنفتن ۹۵۵
اورتو–بی فنیلن متان ۹٦۲
ایدریل ۹٦۹
آنتراسین ۹۷٦
بنز[a] آنتراسین ۹۸۳
بنز[e] اسفنانتریلن ۹۹۰
۱،۲–بنزآنتراسین ۹۹۷
بنزو[ghi] پیریلن ۱۰۰٤
بنزو[e] پیرن ۱۰۱۱
بنزو[a] پیرن ۱۰۱۸

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

هگزامتیل دی ایزوسیانات	۱۱۸۵
ب – ۳ – گلیگول ها	۱۱۹۰
۱،۲– اتان دی اُل	۱۱۹۰
اتیلن گلیکول	۱۱۹٤
۱،۲– پروپان دی اُل	۱۱۹۸
پروپیلن گلیکول	۱۲۰۲
تری اتیلن گلیکول	۱۲۰٦
ب – ٤ – حشره کش ها	۱۲۱۰
۲، ٤–D، ۲–اتیل هگزیل استر	۱۲۱۰
آرتازین	۱۲۱۷
آلاکلور	۱۲۲٤
سیانازین	۱۲۳۱
سیمازین	۱۲۳۸
متولاکلور	۱۲٤٥
ب – ٥ – آفت کش ها	۱۲٥۲
ب – ٥ – ۱ – آفت کش های ارگانونیتروژنه	۱۲٥۲
اُکسامیل	۱۲٥۲
آلدیکرب	۱۲٥۹
بنومیل	۱۲٦٦
پروپوکسور	۱۲۷۳
پروفام	۱۲۸۰
تیوبن کرب	۱۲۸۷
دیورون	۱۲۹٤
فورمتانات	۱۳۰۱
کاپتان	۱۳۰۸

کاربااریل ۱۳۱۵
کاربنداازیم ۱۳۲۲
کربوفوران ۱۳۲۹
کلرپروفام ۱۳۳۶
متومیل ۱۳۴۳
متیوکرب ۱۳۵۰

جلد پنجم

ب – ۵ – ۲ – آفت کش های ارگانوفسفره ۱۳۵۸
اِتوپروپ ۱۳۵۸
اتیل پاراتیون ۱۳۶۵
اِتیون ۱۳۷۲
اسپکتراسید ۱۳۷۹
آزودرین ۱۳۸۶
آزینفوز متیل ۱۳۹۳
بیدرین ۱۴۰۰
پاراتیون ۱۴۰۷
پروفوس ۱۴۱۴
تیمِت ۱۴۲۱
دورسبان ۱۴۲۸
دی سیستون ۱۴۳۵
دیازینون ۱۴۴۲
دیسولفوتون ۱۴۴۹
دیفونات ۱۴۵۶
دیکروتوفوز ۱۴۶۳
سیتیون ۱۴۷۰

فُرات	۱٤۷۷
فُسدرین	۱٤۸٤
فنامیفوس	۱٤۹۱
فونوفوس	۱٤۹۸
کلرپیرفوز	۱۵۰۵
گوتیون	۱۵۱۲
مالاتیون	۱۵۱۹
مانیتور	۱۵۲٦
متامیدوفوس	۱۵۳۳
متیل پاراتیون	۱۵٤۰
مونوکروتوفوس	۱۵٤۷
مِوینفوس	۱۵۵٤
نِماکور	۱۵٦۱
ب – ٦ – سایر آئروسول های آلی	۱۵٦۸
آزلایک اسید	۱۵٦۸
بنزیدین	۱۵۷۲
پارا–دی آمینودی فنیل	۱۵۷٦
دوده استیلنی	۱۵۸۰
دوده چراغ	۱۵۸۳
دوده کوره	۱۵۸٦
دوده	۱۵۸۹
۳،۳–دی کلروبنزیدین	۱۵۹۲
کربن آمورف	۱۵۹٦
لپارگیلیک اسید	۱۵۹۹
۱،۷–هپتان دی کربوکسیلیسک اسید	۱٦۰۳

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

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

جلد ششم

د – ۲ – عناصر ۱۷۲۳
آرسنیک ۱۷۲۳
استرانسیم ۱۷۲۷
آلومنیوم ۱۷۳۱
آنتیموآن ۱۷۳۵
باریم ۱۷۳۹
بریلیوم ۱۷۴۳
تالیم ۱۷۴۷
تلوریوم ۱۷۵۰
تیتانیوم ۱۷۵۳
روی ۱۷۵۶
سرب ۱۷۵۹
سلنیوم ۱۷۶۳
فسفر ۱۷۶۷
قلع ۱۷۷۱
کادمیوم ۱۷۷۴
کبالت ۱۷۷۸
کروم ٦ ظرفیتی ۱۷۸۲

کروم	۱۷۸۸
لانتانیوم	۱۷۹۲
لیتیم	۱۷۹٦
مس	۱۸۰۰
منگنز	۱۸۰٤
منیزم	۱۸۰۸
مولیبدن	۱۸۱۲
نقره	۱۸۱٦
وانادیم	۱۸۲۰
د – ۳ – سایر آئروسول های معدنی	۱۸۲۳
اکسید کلسیم	۱۸۲۳
الیاف سرامیک نسوز	۱۸۲۷
آزبست	۱۸۳٤
آکتینولیت	۱۸٤۱
آموزیت	۱۸٤۸
آنتوفیلیت	۱۸۵۵
آهک خام	۱۸٦۲
آهک هیدراته	۱۸٦٦
بی کربنات کلسیم	۱۸۷۰
پروسیک اسید	۱۸۷٤
ترمولیت	۱۸۷۹
سرپنتین	۱۸۸٦
سنگ آهک	۱۸۹۳
سنگ مرمر	۱۸۹۷
سود سوزآور	۱۹۰۱

سیلیس کریستالی	۱۹۰۶
شیشه الیافی	۱۹۱۲
فورمونیتریل	۱۹۱۹
کروزیدولیت	۱۹۲٤
کریزوتایل	۱۹۳۱
هیدروژن سیانايد	۱۹۳۸
هیدروسیانیک اسید	۱۹٤۳
هیدروکسید سدیم	۱۹٤۸
هیدروکسید کلسیم	۱۹۵۳
٥ - نمونه کلی هوا	۱۹۵۷
گرد و غبار قابل استنشاق	۱۹۵۷
گرد و غبار کلی	۱۹۵۹
٤ - پیوست ها	۱۹٦۱
پیوست الف- الزامی	۱۹٦۱
پیوست ب- الزامی	۱۹۸۱
پیوست پ- الزامی	۱۹۹۷
پیوست ت- الزامی	۲۰۰۹
پیوست ث- الزامی	۲۰۱۰
پیوست ج- الزامی	۲۰۱۱
پیوست چ- اطلاعاتی	۲۰۱۵
مراجع	۲۰۱۷

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 صاحبنظران 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 تارگاه 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- آئرسول های آلی

ب-۱- هیدروکربن های آروماتیک چند هسته ای

اسنفتن	acenaphthene
فرمول شیمیایی: $C_{12}H_{10}$	**CAS**: 83-32-9
وزن مولکولی: ۱۵۴/۲۱	**RTECS**: AB1000000
اسامی مترادف:-	
ویژگی ها: نقطه ذوب $^{\circ}c$ ۹۶/۲ ؛ نقطه جوش $^{\circ}c$ ۲۷۹	
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه: 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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
مواد و محلولهای لازم: ۱- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش. ۲- تولوئن، آفت کش ۳- آب مقطر دیونیزه شده ۴- استانداردهای مرجع اسنفتن ، مناسب برای ترکیبات حاوی اسنفتن نمونه برداری شده ۵- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . 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. ۶- هلیوم، پیش تصفیه شده	

۷- هیدروژن، خشک

۸- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۱- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز µm ۲، و قطر mm ۳۷ (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی mm ۳۷ و قطر داخلی mm ۳۲) ، 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: mg ۱۰۰، بخش عقبی لوله= mg ۵۰) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی L/min ۲ باید kPa ۲-۱/۶ (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

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

۳- فویل آلومینیومی

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

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

۶- لوله کشت، mm ۱۰۰ × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۷- پنس

۸- فیلترها، µm ۰/۴۵ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۹- پیپت ۵ میلی لیتری

۱۰- سرنگ یا میکروپیپت، ۱۰۰-۱ µL

۱۱- حمام اولتراسونیک

۱۲- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 اسنفتن 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 آلومنیوم 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 اسنفتن 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 رااز 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 باشندممکن 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 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.

۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱- 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 اسنفتن در هر نمونه)

۲- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از $\pm 5\%$ 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): اسنفتن
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر(مرحله ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:$^{\circ}C$ ۲۰۰
- دمای آشکارساز:$^{\circ}C$ ۲۵۰
- برنامه ریزی دمایی:$^{\circ}C$ ۲۹۰-۱۳۰ در$^{\circ}C/min$ ۴
- 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی اسنفتن ۸/۳۷ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۱- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) اسـنفتن موجـود در فیلتـر (W) و در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتـر (B) و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

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

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

اورتو-بی فنیلن متان	ortho-biphenylenemethane
فرمول شیمیایی: $C_{13}H_{10}$	**CAS**: 86-73-7
وزن مولکولی:۱۶۶/۲۲	**RTECS**: LL5670000
اسامی مترادف:فلوئورین	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ˚۱۱۶؛ نقطه جوش c ˚۲۹۵-۲۹۳	

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

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 غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۷- فویل آلومینیومی

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

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

۲۰- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۱- پنس

۲۲- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۳- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۴- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۲۵- حمام اولتراسونیک

۲۶- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴- 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 اورتو- بی فنیلن متان در هر نمونه)

۵- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از $\pm 5\%$ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:$200^{\circ}C$
- دمای آشکارساز:$250^{\circ}C$
- برنامه ریزی دمایی:$^{\circ}C$ ۲۹۰-۱۳۰ در$4^{\circ}C/min$
- 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی اورتو-بی فنیلن متان ۱۰/۵ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۳- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

ایدریل	Idryl
فرمول شیمیایی: $C_{16}H_{10}$	**CAS**: 206-44-0
وزن مولکولی:۲۰۲/۲۶	**RTECS**: LL4025000
اسامی مترادف:بنزو[jk]فلوئورین؛ فلوئورانتین	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۱۰ °c؛ نقطه جوش ۳۸۴ °c	

احتیاطات ویژه:

ایدریل 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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۷- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، 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، ۰/۲۵ 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 µm ۲، و قطر mm ۳۷ (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی mm ۳۷ و قطر داخلی mm ۳۲) ، 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: mg ۱۰۰، بخش عقبی لوله= mg ۵۰) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی L/min ۲ باید kPa ۲-۱/۶ (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی L/min ۲ در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۱- فویل آلومینیومی

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

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

۳۴- لوله کشت، mm ۱۰۰ × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۵- پنس

۳۶- فیلترها، µm ۰/۴۵ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۷- پیپت ۵ میلی لیتری

۳۸- سرنگ یا میکروپیپت، µL ۱۰۰-۱

۳۹- حمام اولتراسونیک

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

۴۱- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۴۲- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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 التهابی 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 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. 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷- 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 ایدریل در هر نمونه)

۸- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ±5% بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

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

اندازه گیری:

۴۵۶- دستگاه گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی ایدریل ۲۱/۴ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود

می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۵- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ایـدریل موجـود در فیلتـر (W) و در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب نمونه اصلی، و در فیلتـر (B) و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

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

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

آنتراسین	anthracene
فرمول شیمیایی: $C_{14}H_{10}$	**CAS**: 120-12-7
وزن مولکولی:۱۷۸/۲۳	**RTECS**: CA9350000
اسامی مترادف:-	
ویژگی ها: نقطه ذوب c° ۲۱۸؛ نقطه جوش c° ۳۴۰	
حدمجاز: **OSHA**: 0.2 mg/m^3	

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۲۵- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، 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 هرکدام 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 ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Zefluor Gelman، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (ORBO Supelco 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۴۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۴۵- فویل آلومینیومی

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

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

۴۸- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۴۹- پنس

۵۰- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۵۱- پیپت ۵ میلی لیتری

۵۲- سرنگ یا میکروپیپت، ۱۰۰-۱ µL

۵۳- حمام اولتراسونیک

۵۴- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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 بپیچید.

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 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. 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۰- 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 آنتراسین در هر نمونه)

۱۱- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ±5% 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی آنتراسین ۱۵/۳ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۷- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

بنز[a] آنتراسین	benz[a]anthracene
فرمول شیمیایی: $C_{18}H_{12}$	**CAS**: 56-55-3
وزن مولکولی:۲۲۸/۲۹	**RTECS**: CV9275000
اسامی مترادف:۱،۲-بنزآنتراسین؛ تترافین؛ بنزو[b]فنانترین	
ویژگی ها: نقطه ذوب c° ۱۶۷-۱۶۲؛ نقطه جوش c° ۴۳۵	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

بنز[a] 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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۳۳- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۳۴- تولوئن، آفت کش

۳۵- آب مقطر دیونیزه شده

۳۶- استانداردهای مرجع بنز[a] آنتراسین ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنز[a] آنتراسین نمونه برداری شده

۳۷- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنز[a] 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[a] 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.

۳۸- هلیوم، پیش تصفیه شده

۳۹- هیدروژن، خشک

۴۰- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۷- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Zefluor Gelman، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (ORBO Supelco 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۵۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۵۹- فویل آلومینیومی

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

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

۶۲- لوله کشت، ۱۰۰ × ۱۳ mm، با درپوش پیچ دار PTFE

۶۳- پنس

۶۴- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۶۵- پیپت ۵ میلی لیتری

۶۶- سرنگ یا میکروپیپت، ۱۰۰-۱ µL

۶۷- حمام اولتراسونیک

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

۶۹- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۷۰- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی 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 ۲ 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[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 آلومنیوم 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 بپیچید.

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 التهابی 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 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. 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۳- 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 بنز[a] آنتراسین در هر نمونه)

۱۴- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:$^{\circ}C$ ۲۰۰
- دمای آشکارساز:$^{\circ}C$ ۲۵۰
- برنامه ریزی دمایی:$^{\circ}C$ ۲۹۰-۱۳۰ در $4^{\circ}C/min$
- 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی بنز[a] آنتراسین ۲۹/۴ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۹- جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنز[a] 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.

۱۰- غلظت (C) بنز[a] آنتراسین را بر حسب mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

بنز[e]اسفنانتریلن	benz[e]acephenanthrylene
فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$	**CAS**: 205-99-2
وزن مولکولی:۲۵۲/۳۲	**RTECS**: CU1400000
اسامی مترادف:۳،۴-بنزوفلوئورانتین ؛ ۲،۳-بنزوفلوئورانتین؛ بنزو[b] فلورانتین ؛ $B_{[b]}F$	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۶۸ °c	

حدمجاز: مظنون به سرطانزایی :**ACGIH**

احتیاطات ویژه:

بنز[e]اسفنانتریلن 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.

مواد و محلولهای لازم:

۴۱- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۴۲- تولوئن، آفت کش

۴۳- آب مقطر دیونیزه شده

۴۴- استانداردهای مرجع بنز[e]اسفنانتریلن ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنز[e]اسفنانتریلن نمونه برداری شده

۴۵- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنز[e]اسفنانتریلن 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]اسفنانتریلن 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.

۴۶- هلیوم، پیش تصفیه شده

۴۷- هیدروژن، خشک

۴۸- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۷۱- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۷۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۷۳- فویل آلومینیومی

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

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

۷۶- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۷۷- پنس

۷۸- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۷۹- پیپت ۵ میلی لیتری

۸۰- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۸۱- حمام اولتراسونیک

۸۲- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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[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 آلومنیوم 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 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. 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۶- 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 بنز[e]اسفنانتریلن در هر نمونه)

۱۷- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): بنز[e]اسفنانتریلن
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر(مرحله ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰ ˚C
- دمای آشکارساز:۲۵۰ ˚C
- برنامه ریزی دمایی:۲۹۰ ˚C-۱۳۰ 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی بنز[e]اسفنانتریلن ۳۵/۱ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۱۱- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنز[e]اسفنانتریلن 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.

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

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

۱،۲-بنزآنتراسین	1,2-benzanthracene
فرمول شیمیایی: $C_{18}H_{12}$	**CAS**: 56-55-3
وزن مولکولی:۲۲۸/۲۹	**RTECS**: CV9275000
اسامی مترادف:بنز[a] آنتراسین ؛ تترافین؛ بنزو[b]فنانترین	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ° ۱۶۷-۱۶۲؛ نقطه جوش c ° ۴۳۵	
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه:	
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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.	
مواد و محلولهای لازم:	
۴۹- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.	
۵۰- تولوئن، آفت کش	
۵۱- آب مقطر دیونیزه شده	
۵۲- استانداردهای مرجع ۱،۲-بنزآنتراسین ، مناسب برای ترکیبات حاوی ۱،۲-بنزآنتراسین نمونه برداری شده	
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.	

۵۴- هلیوم، پیش تصفیه شده

۵۵- هیدروژن، خشک

۵۶- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۸۵- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، دارای یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۸۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۸۷- فویل آلومینیومی

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

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

۹۰- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۹۱- پنس

۹۲- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۹۳- پیپت ۵ میلی لیتری

۹۴- سرنگ یا میکروپیپت، ۱۰۰-۱ µL

۹۵- حمام اولتراسونیک

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

۹۷- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۹۸- روشنایی 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 ۲ 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،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 آلومنیوم 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 سیکلوهگزان، 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 رااز 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 باشندممکن 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 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.

۳۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۹- 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 ۱،۲-بنزآنتراسین در هر نمونه)

۲۰- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه

کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از $\pm 5\%$ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:$^{\circ}C$ ۲۰۰
- دمای آشکارساز:$^{\circ}C$ ۲۵۰
- برنامه ریزی دمایی:$^{\circ}C$ ۲۹۰-۱۳۰ در$^{\circ}C/min$ ۴
- 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی ۱،۲-بنزآنتراسین ۲۹/۴ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۱۳- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

بنزو[ghi] پیریلن	benzo[ghi]perylene
فرمول شیمیایی: $C_{22}H_{12}$	**CAS**: 191-24-2
وزن مولکولی:۲۷۶/۳۴	**RTECS**: DI6200500
اسامی مترادف:۱،۱۲-بنزوپیرلین	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۲۷۳ °c	

احتیاطات ویژه:

بنزو[ghi] پیریلن 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.

مواد و محلولهای لازم:

۵۷- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۵۸- تولوئن، آفت کش

۵۹- آب مقطر دیونیزه شده

۶۰- استانداردهای مرجع بنزو[ghi] پیریلن ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[ghi] پیریلن نمونه برداری شده

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.

۶۲- هلیوم، پیش تصفیه شده

۶۳- هیدروژن، خشک

۶۴- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۹۹- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۰۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۰۱- فویل آلومینیومی

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

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

۱۰۴- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۰۵- پنس

۱۰۶- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۰۷- پیپت ۵ میلی لیتری

۱۰۸- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۱۰۹- حمام اولتراسونیک

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

۱۱۱- بالن ژوژه 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۲- 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 بنزو[ghi] پیریلن در هر نمونه)

۲۳- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی بنزو[ghi] پیریلن ۴۵/۶ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۱۵- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[ghi] پیریلن 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.

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

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

بنزو[e] پیرن	benzo[e]pyrene
فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$	**CAS**: 192-97-2
وزن مولکولی:۲۵۲/۳۲	**RTECS**: DJ4200000
اسامی مترادف:۱،۲-بنزوپیرن؛ ۵،۴-بنزوپیرن؛ $B_{[e]}P$	
ویژگی ها: نقطه ذوب c° ۱۷۹-۱۷۸	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۶۵- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۶۶- تولوئن، آفت کش

۶۷- آب مقطر دیونیزه شده

۶۸- استانداردهای مرجع بنزو[e] پیرن ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[e] پیرن نمونه برداری شده

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 خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.

۷۰- هلیوم، پیش تصفیه شده

۷۱- هیدروژن، خشک

۷۲- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۱۳- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Zefluor Gelman، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (ORBO Supelco 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۱۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۱۵- فویل آلومینیومی

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

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

۱۱۸- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۹- پنس

۱۲۰- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۲۱- پیپت ۵ میلی لیتری

۱۲۲- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۱۲۳- حمام اولتراسونیک

۱۲۴- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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.

- 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[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 رااز 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 باشندممکن 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 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.

۴۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۵- 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 بنزو[e] پیرن در هر نمونه)

۲۶- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ±5% 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی بنزو[e] پیرن ۳۶/۴ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۱۷- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

بنزو[a] پیرن	benzo[a]pyrene
فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$	**CAS**: 50-32-8
وزن مولکولی:۲۵۲/۳۲	**RTECS**: DJ3675000
اسامی مترادف:۳،۴-بنزوپیرن؛ ۶،۷-بنزوپیرن؛ $B_{[a]}P$؛ BP	
ویژگی ها: نقطه ذوب $^{\circ}c$ ۱۷۹؛ نقطه جوش $^{\circ}c$ ۴۹۵	
حدمجاز: **OSHA**: 0.2 mg/m^3 مظنون به سرطانزایی :**ACGIH**	
NIOSH: 0.1 mg/m^3	

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

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، ۰/۲۵ 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 ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Zefluor Gelman، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (ORBO Supelco 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۲۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۲۹- فویل آلومینیومی

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

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

۱۳۲- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۳- پنس

۱۳۴- فیلترها، PTFE ، ۰/۴۵ µm (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۳۵- پیپت ۵ میلی لیتری

۱۳۶- سرنگ یا میکروپیپت، ۱۰۰-۱ µL

۱۳۷- حمام اولتراسونیک

۱۳۸- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 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 آلومنیوم قرار دهید.

نکته: این مرحله برای جلوگیری از تصعید 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 سیکلوهگزان، 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۸- 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 بنزو[a] پیرن در هر نمونه)

۲۹- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:۲۹۰ °C-۱۳۰ 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی بنزو[a] پیرن ۳۶/۲ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۱۹- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

بنزو[b] فلورانتین	Benzo[b]fluoranthene
فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$	**CAS**: 205-99-2
وزن مولکولی:۲۵۲/۳۲	**RTECS**: CU1400000
اسامی مترادف:۳،۴-بنزوفلوئورانتین ؛ ۲،۳-بنزوفلوئورانتین؛ بنز[e]اسفنانتریلن؛ $B_{[b]}F$	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۶۸ °c	
حدمجاز: مظنون به سرطانزایی :**ACGIH**	

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۸۱- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۸۲- تولوئن، آفت کش

۸۳- آب مقطر دیونیزه شده

۸۴- استانداردهای مرجع بنزو[b] فلورانتین ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[b] فلورانتین نمونه برداری شده

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.

۸۶- هلیوم، پیش تصفیه شده

۸۷- هیدروژن، خشک

۸۸- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۴۱- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Zefluor Gelman، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (ORBO Supelco 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۱/۶-۲ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۴۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ 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، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۷- پنس

۱۴۸- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۴۹- پیپت ۵ میلی لیتری

۱۵۰- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۱۵۱- حمام اولتراسونیک

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

۱۵۳- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۵۴- روشنایی 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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.

- 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[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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm 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، 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[b] فلورانتین در هر نمونه)

۳۲- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ±5% بود، آنگاه منحنی راندمان جداسازی و بازیافت را دوباره تعیین کنید.

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

اندازه گیری:

۴۸۰- دستگاه گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی بنزو[b] فلورانتین ۳۵/۱ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۲۱- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

بنزو[jk]فلوئورین	benzo[jk]fluorene
فرمول شیمیایی: $C_{16}H_{10}$	**CAS**: 206-44-0
وزن مولکولی:۲۰۲/۲۶	**RTECS**: LL4025000
اسامی مترادف:فلوئورانتین ؛ ایدریل	
ویژگی ها: نقطه ذوب c° ۱۱۰؛ نقطه جوش c° ۳۸۴	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

بنزو[jk]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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۸۹- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۹۰- تولوئن، آفت کش

۹۱- آب مقطر دیونیزه شده

۹۲- استانداردهای مرجع بنزو[jk]فلوئورین ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[jk]فلوئورین نمونه برداری شده

۹۳- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنزو[jk]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[jk]فلوئورین 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.

۹۴- هلیوم، پیش تصفیه شده

۹۵- هیدروژن، خشک

۹۶- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۵- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Zefluor Gelman، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (ORBO Supelco 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۵۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ 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، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۶۱- پنس

۱۶۲- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۶۳- پیپت ۵ میلی لیتری

۱۶۴- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۱۶۵- حمام اولتراسونیک

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

۱۶۷- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۱۶۸- روشنایی 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 ۲ 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 بنزو[jk]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 آلومنیوم 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[jk]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 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[jk]فلوئورین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنزو[jk]فلوئورین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.

- محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنزو[jk]فلوئورین آنالیز کنید. جرم کلی بنزو[jk]فلوئورین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
- حلالی را که بیشترین مقدار بنزو[jk]فلوئورین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.

۵۸- نمونه رااز 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 باشندممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.

۵۹- بنزو[jk]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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۳۴- 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 بنزو[jk]فلوئورین در هر نمونه)

۳۵- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): بنزو[jk]فلوئورین
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر(مرحله ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی بنزو[jk]فلوئورین ۲۱/۴ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۲۳- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[jk]فلوئورین 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.

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

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

بنزو[a]فنانترین	benzo[a]phenanthrene
فرمول شیمیایی: $C_{18}H_{12}$	**CAS**: 218-01-9
وزن مولکولی:۲۲۸/۲۹	**RTECS**: GC0700000
اسامی مترادف:۱،۲-بنزوفنانترین؛ کریسین	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۲۵۶-۲۵۵ °c ؛ نقطه جوش ۴۴۸ °c	
حدمجاز: **OSHA**: 0.2 mg/m^3 **ACGIH**: مظنون به سرطانزایی	
NIOSH: کمترین حد ممکن (سرطانزا)	

احتیاطات ویژه:

بنزو[a]فنانترین 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.

مواد و محلولهای لازم:

۹۷- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۹۸- تولوئن، آفت کش

۹۹- آب مقطر دیونیزه شده

۱۰۰- استانداردهای مرجع بنزو[a]فنانترین ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[a]فنانترین نمونه برداری شده

۱۰۱- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنزو[a]فنانترین 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]فنانترین 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.

۱۰۲- هلیوم، پیش تصفیه شده

۱۰۳- هیدروژن، خشک

۱۰۴- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۶۹- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۷۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۷۱- فویل آلومینیومی

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

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

۱۷۴- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۷۵- پنس

۱۷۶- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۷۷- پیپت ۵ میلی لیتری

۱۷۸- سرنگ یا میکروپیپت، ۱۰۰-۱ µL

۱۷۹- حمام اولتراسونیک

۱۸۰- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 بنزو[a]فنانترین 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 آلومنیوم 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]فنانترین 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.

- 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[a]فنانترین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت بنزو[a]فنانترین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید

- محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار بنزو[a]فنانترین آنالیز کنید. جرم کلی بنزو[a]فنانترین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
- حلالی را که بیشترین مقدار بنزو[a]فنانترین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.

۶۳- نمونه رااز 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 باشندممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.

۶۴- بنزو[a]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.

۶۵- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۳۷- 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 بنزو[a]فنانترین در هر نمونه)

۳۸- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ±5% 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): بنزو[a]فنانترین
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر(مرحله ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی بنزو[a]فنانترین ۲۹/۶ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود

می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۲۵- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[a]فنانترین 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]فنانترین را بر حسب mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

۶،۷-بنزوپیرن	6,7-benzopyrene
فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$	**CAS**: 50-32-8
وزن مولکولی:۲۵۲/۳۲	**RTECS**: DJ3675000
اسامی مترادف:۳،۴-بنزوپیرن؛ بنزو[a] پیرن ؛ $B_{[a]}P$؛ BP	
ویژگی ها: نقطه ذوب $^{\circ}c$ ۱۷۹؛ نقطه جوش $^{\circ}c$ ۴۹۵	
حدمجاز: **OSHA**: 0.2 mg/m^3 مظنون به سرطانزایی :**ACGIH**	
NIOSH: 0.1 mg/m^3	

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۱۰۵- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۱۰۶- تولوئن، آفت کش

۱۰۷- آب مقطر دیونیزه شده

۱۰۸- استانداردهای مرجع ۶،۷-بنزوپیرن ، مناسب برای ترکیبات حاوی ۶،۷-بنزوپیرن نمونه برداری شده

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 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.

۱۱۰- هلیوم، پیش تصفیه شده

۱۱۱- هیدروژن، خشک

۱۱۲- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۸۳- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۸۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۸۵- فویل آلومینیومی

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

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

۱۸۸- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۱۸۹- پنس

۱۹۰- فیلترها، PTFE ، ۰/۴۵ µm (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۱۹۱- پیپت ۵ میلی لیتری

۱۹۲- سرنگ یا میکروپیپت، µL ۱۰۰-۱

۱۹۳- حمام اولتراسونیک

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

۱۹۵- بالن ژوژه 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 L/min ۲ 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 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 آلومنیوم 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.

- 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. 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۰- 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 ۶،۷-بنزوپیرن در هر نمونه)

۴۱- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از $\pm 5\%$ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:$^{\circ}C$ ۲۰۰
- دمای آشکارساز:$^{\circ}C$ ۲۵۰
- برنامه ریزی دمایی:$^{\circ}C$ ۲۹۰-۱۳۰ در$^{\circ}C/min$ ۴
- 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی ۶،۷-بنزوپیرن ۳۶/۲ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۲۷- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

۵،۴-بنزوپیرن	4,5-benzopyrene
فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$	**CAS**: 192-97-2
وزن مولکولی:۲۵۲/۳۲	**RTECS**: DJ4200000
اسامی مترادف:۱،۲-بنزوپیرن؛ بنزو[e] پیرن ؛ $B_{[e]}P$	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۷۹-۱۷۸ °c	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۱۱۳- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۱۱۴- تولوئن، آفت کش

۱۱۵- آب مقطر دیونیزه شده

۱۱۶- استانداردهای مرجع ۵،۴-بنزوپیرن ، مناسب برای ترکیبات حاوی ۵،۴-بنزوپیرن نمونه برداری شده

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.

۱۱۸- هلیوم، پیش تصفیه شده

۱۱۹- هیدروژن، خشک

۱۲۰- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۹۷- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۱۹۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۹۹- فویل آلومینیومی

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

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

۲۰۲- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۰۳- پنس

۲۰۴- فیلترها، PTFE ، ۰/۴۵ µm (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۰۵- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۰۶- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۲۰۷- حمام اولتراسونیک

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

۲۰۹- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۱۰- روشنایی 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm 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 وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا ۳ اندازه گیری). منحنی را برای بازیافت در برابر مقدار 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از $\pm 5\%$ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:$200^{\circ}C$
- دمای آشکارساز:$250^{\circ}C$
- برنامه ریزی دمایی:$^{\circ}C$ ۲۹۰-۱۳۰ در$4^{\circ}C/min$
- 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی ۵،۴-بنزوپیرن ۳۶/۴ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۲۹- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۵،۴-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.

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

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

۳،۴-بنزوپیرن	3,4-benzopyrene
فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$	**CAS**: 50-32-8
وزن مولکولی:۲۵۲/۳۲	**RTECS**: DJ3675000
اسامی مترادف:بنزو[a] پیرن ؛ ۶،۷-بنزوپیرن؛ $B_{[a]}P$؛ BP	
ویژگی ها: نقطه ذوب $^{\circ}c$ ۱۷۹؛ نقطه جوش $^{\circ}c$ ۴۹۵	
حدمجاز: **OSHA**: 0.2 mg/m^3 مظنون به سرطانزایی :**ACGIH**	
NIOSH: 0.1 mg/m^3	

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

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 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.

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 ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۱۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۱۳- فویل آلومینیومی

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

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

۲۱۶- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۱۷- پنس

۲۱۸- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۱۹- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۲۰- سرنگ یا میکروپیپت، ۱۰۰-۱ µL

۲۲۱- حمام اولتراسونیک

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

۲۲۳- بالن ژوژه 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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 رااز 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 باشندممکن 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 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.

۸۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۶- 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 ۳،۴-بنزوپیرن در هر نمونه)

۴۷- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از $\pm 5\%$ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:۲۹۰ °C-۱۳۰ 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی ۳،۴-بنزوپیرن ۳۶/۲ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۳۱- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۳،۴-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.

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

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

۱،۱۲-بنزوپیرلین	1,12-benzoperylene
فرمول شیمیایی: $C_{22}H_{12}$	**CAS**: 191-24-2
وزن مولکولی:۲۷۶/۳۴	**RTECS**: DI6200500
اسامی مترادف:بنزو[ghi] پیریلن	
ویژگی ها: نقطه ذوب $^{\circ}c$ ۲۷۳	

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

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 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.

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 µm ۲، و قطر mm ۳۷ (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی mm ۳۷ و قطر داخلی mm ۳۲) ، 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: mg ۱۰۰، بخش عقبی لوله= mg ۵۰ Supelco ORBO 43) یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی L/min ۲ باید kPa ۲-۱/۶ (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۲۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی L/min ۲ 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، mm ۱۰۰ × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۳۱- پنس

۲۳۲- فیلترها، µm ۰/۴۵ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۳۳- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۳۴- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۲۳۵- حمام اولتراسونیک

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

۲۳۷- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۳۸- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی 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 ۲ 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 آلومنیوم 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 التهابی 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۹- 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،۱۲-بنزوپیرلین در هر نمونه)

۵۰- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی ۱،۱۲-بنزوپیرلین ۴۵/۶ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود

می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۳۳- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

۱،۲-بنزوپیرن	1,2-benzopyrene
فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$	**CAS**: 192-97-2
وزن مولکولی:۲۵۲/۳۲	**RTECS**: DJ4200000
اسامی مترادف:بنزو[e] پیرن ؛ ۵،۴-بنزوپیرن؛ $B_{[e]}P$	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ° ۱۷۹-۱۷۸	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۱۳۷- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۱۳۸- تولوئن، آفت کش

۱۳۹- آب مقطر دیونیزه شده

۱۴۰- استانداردهای مرجع ۱،۲-بنزوپیرن ، مناسب برای ترکیبات حاوی ۱،۲-بنزوپیرن نمونه برداری شده

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 خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.

۱۴۲- هلیوم، پیش تصفیه شده

۱۴۳- هیدروژن، خشک

۱۴۴- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۳۹- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۴۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ 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، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۴۵- پنس

۲۴۶- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۴۷- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۴۸- سرنگ یا میکروپیپت، ۱۰۰-۱ µL

۲۴۹- حمام اولتراسونیک

۲۵۰- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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،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 آلومنیوم 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 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،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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm 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 وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی ۱،۲-بنزوپیرن ۳۶/۴ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 مانند مورد نظر در گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۳۵- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

۳،۴-بنزوفلوئورانتین	3,4-benzofluoranthene
فرمول شیمیایی: $C_{20}H_{12}$	**CAS**: 205-99-2
وزن مولکولی:۲۵۲/۳۲	**RTECS**: CU1400000
اسامی مترادف:بنزو[b]فلورانتین ؛ ۲،۳-بنزوفلوئورانتین؛ بنز[e]اسفنانتریلن؛ $B_{[b]}F$	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۶۸ °c	
حدمجاز: مظنون به سرطانزایی :**ACGIH**	

احتیاطات ویژه:

۳،۴-بنزوفلوئورانتین 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.

مواد و محلولهای لازم:

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-بنزوفلوئورانتین ، مناسب برای ترکیبات حاوی ۳،۴-بنزوفلوئورانتین نمونه برداری شده

۱۴۹- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع ۳،۴-بنزوفلوئورانتین 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-بنزوفلوئورانتین 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.

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 µm ۲، و قطر mm ۳۷ (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی mm ۳۷ و قطر داخلی mm ۳۲) ، 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: mg ۱۰۰، بخش عقبی لوله= mg ۵۰) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی L/min ۲ باید kPa ۲-۱/۶ (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۵۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی L/min ۲ 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، mm ۱۰۰ × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۵۹- پنس

۲۶۰- فیلترها، µm ۰/۴۵ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۶۱- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۶۲- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۲۶۳- حمام اولتراسونیک

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

۲۶۵- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲۶۶- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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 بپیچید.

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 التهابی 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۵- 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 ۳،۴- بنزوفلوئورانتین در هر نمونه)

۵۶- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از 5%± 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): ۳،۴-بنزوفلوئورانتین
- استخراج: mL ۵ حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر(مرحله ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:$^{\circ}C$ ۲۰۰
- دمای آشکارساز:$^{\circ}C$ ۲۵۰
- برنامه ریزی دمایی:$^{\circ}C$ ۲۹۰-۱۳۰ در $^{\circ}C/min$ ۴
- گاز حامل: هلیوم
- ستون: موئین،سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی mm ۰/۳۲

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

۵۰۶- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته۱: زمان ماند تقریبی ۳،۴-بنزوفلوئورانتین ۳۵/۱ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است.

مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان ماند مورد نظر در گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۳۷- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

بنزو[def]فنانترین	benzo[def]phenanthrene
فرمول شیمیایی: $C_{16}H_{10}$	**CAS**: 129-00-0
وزن مولکولی:۲۰۲/۲۶	**RTECS**: UR2450000
اسامی مترادف:پیرین	
ویژگی ها: نقطه ذوب c° ۱۵۶؛ نقطه جوش c° ۳۹۳	

احتیاطات ویژه:

بنزو[def]فنانترین 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.

مواد و محلولهای لازم:

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]فنانترین ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[def]فنانترین نمونه برداری شده

۱۵۷- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنزو[def]فنانترین 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]فنانترین 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 ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۶۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ 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، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۷۳- پنس

۲۷۴- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۷۵- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۷۶- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

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- روشنایی 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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 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[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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm 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، 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 بنزو[def]فنانترین در هر نمونه)

۵۹- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): بنزو[def]فنانترین
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر(مرحله ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰ ˚C
- دمای آشکارساز:۲۵۰ ˚C
- برنامه ریزی دمایی:۲۹۰ ˚C-۱۳۰ در۴ ˚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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی بنزو[def]فنانترین ۲۲/۶ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۳۹- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[def]فنانترین 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.

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

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

۱،۲-بنزوفنانترین	1,2-benzophenanthrene
فرمول شیمیایی: $C_{18}H_{12}$	**CAS**: 218-01-9
وزن مولکولی:۲۲۸/۲۹	**RTECS**: GC0700000
اسامی مترادف:کریسین ؛ بنزو[a]فنانترین	
ویژگی ها: نقطه ذوب c° ۲۵۶-۲۵۵ ؛ نقطه جوش c° ۴۴۸	
حدمجاز: **OSHA**: 0.2 mg/m^3	**ACGIH**: مظنون به سرطانزایی
NIOSH: کمترین حد ممکن (سرطانزا)	

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۱۶۱- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، 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. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۸۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ 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، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۲۸۷- پنس

۲۸۸- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۲۸۹- پیپت ۵ میلی لیتری

۲۹۰- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۲۹۱- حمام اولتراسونیک

۲۹۲- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 آلومنیوم 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.

- 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،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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۱- 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-بنزوفنانترین در هر نمونه)

۶۲- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک

بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از $\pm 5\%$ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:$^{\circ}C$ ۲۰۰
- دمای آشکارساز:$^{\circ}C$ ۲۵۰
- برنامه ریزی دمایی:$^{\circ}C$ ۲۹۰-۱۳۰ در$^{\circ}C/min$ ۴
- 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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی ۱،۲-بنزوفنانترین ۲۹/۶ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است.

مداخله گرها:

هر ماده ای که در زمان مانند مورد نظر در گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۴۱- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) ۱،۲-بنزوفنانترین 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.

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

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

بنزو[b]فنانترین	benzo[b]phenanthrene
فرمول شیمیایی: $C_{18}H_{12}$	**CAS**: 56-55-3
وزن مولکولی:۲۲۸/۲۹	**RTECS**: CV9275000
اسامی مترادف:۱،۲-بنزآنتراسین؛ تترافین؛ بنز[a] آنتراسین	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ° ۱۶۷-۱۶۲؛ نقطه جوش c ° ۴۳۵	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

بنزو[b]فنانترین 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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۶۹- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۱۷۰- تولوئن، آفت کش

۱۷۱- آب مقطر دیونیزه شده

۱۷۲- استانداردهای مرجع بنزو[b]فنانترین ، مناسب برای ترکیبات حاوی بنزو[b]فنانترین نمونه برداری شده

۱۷۳- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع بنزو[b]فنانترین 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]فنانترین 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.

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 ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۲۹۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ 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، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۰۱- پنس

۳۰۲- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۰۳- پیپت ۵ میلی لیتری

۳۰۴- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۳۰۵- حمام اولتراسونیک

۳۰۶- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 بنزو[b]فنانترین 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 آلومنیوم 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]فنانترین 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.

- 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[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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۴- 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 بنزو[b]فنانترین در هر نمونه)

۶۵- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 مستقیما به جاذب اضافه

کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ±5% 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]فنانترین
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر(مرحله ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی بنزو[b]فنانترین ۲۹/۴ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۴۳- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) بنزو[b]فنانترین 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.

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

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

پیرین	pyrene
فرمول شیمیایی: $C_{16}H_{10}$	**CAS**: 129-00-0
وزن مولکولی:۲۰۲/۲۶	**RTECS**: UR2450000
اسامی مترادف:بنزو[def]فنانترین	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۵۶ °c؛ نقطه جوش ۳۹۳ °c	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۱۷۷- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۱۷۸- تولوئن، آفت کش

۱۷۹- آب مقطر دیونیزه شده

۱۸۰- استانداردهای مرجع پیرین ، مناسب برای ترکیبات حاوی پیرین نمونه برداری شده

۱۸۱- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . 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.

۱۸۲- هلیوم، پیش تصفیه شده

۱۸۳- هیدروژن، خشک

۱۸۴- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۰۹- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۱۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۱۱- فویل آلومینیومی

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

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

۳۱۴- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۱۵- پنس

۳۱۶- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۱۷- پیپت ۵ میلی لیتری

۳۱۸- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۳۱۹- حمام اولتراسونیک

۳۲۰- گازکروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۳۲۱- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۳۲۲- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی 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 ۲ 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 آلومنیوم 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 بپیچید.

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 التهابی 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۶۷- 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 پیرین در هر نمونه)

۶۸- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی پیرین ۲۲/۶ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۴۵- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) پیرین 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.

۴۶- غلظت (C) پیرین را بر حسب mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

تترافین	tetraphene
فرمول شیمیایی: $C_{18}H_{12}$	**CAS**: 56-55-3
وزن مولکولی:۲۲۸/۲۹	**RTECS**: CV9275000
اسامی مترادف:۱،۲-بنزآنتراسین؛ بنز[a] آنتراسین ؛ بنزو[b]فنانترین	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ° ۱۶۷-۱۶۲؛ نقطه جوش c ° ۴۳۵	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

ترافین 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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۸۵- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، متیلن کلراید، یا سایر حلال های مناسب، از گروه آفت کش.

۱۸۶- تولوئن، آفت کش

۱۸۷- آب مقطر دیونیزه شده

۱۸۸- استانداردهای مرجع ترافین ، مناسب برای ترکیبات حاوی ترافین نمونه برداری شده

۱۸۹- محلول های استاندارد، ۰/۲۵ mg/ml . خلوص استانداردهای مرجع ترافین 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 ترافین 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.

۱۹۰- هلیوم، پیش تصفیه شده

۱۹۱- هیدروژن، خشک

۱۹۲- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۲۳- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی mm ۳۲) ، 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۲۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ 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، ۱۰۰ × ۱۳ mm، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۲۹- پنس

۳۳۰- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۳۱- پیپت ۵ میلی لیتری

۳۳۲- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۳۳۳- حمام اولتراسونیک

۳۳۴- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 آلومنیوم 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷۰- 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 ترافین در هر نمونه)

۷۱- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

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

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

۵۲۱- مساحت پیک ها را محاسبه کنید.

نکته۱: زمان ماند تقریبی ترافین ۲۹/۴ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود

می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۴۷- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

فلوئورانتین	fluoranthene
فرمول شیمیایی: $C_{16}H_{10}$	**CAS**: 206-44-0
وزن مولکولی:۲۰۲/۲۶	**RTECS**: LL4025000
اسامی مترادف:بنزو[jk]فلوئورین؛ ایدریل	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ° ۱۱۰؛ نقطه جوش c ° ۳۸۴	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

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، ۰/۲۵ 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 ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۳۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ 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، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۴۳- پنس

۳۴۴- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۴۵- پیپت ۵ میلی لیتری

۳۴۶- سرنگ یا میکروپیپت، ۱۰۰-۱ µL

۳۴۷- حمام اولتراسونیک

۳۴۸- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 فلوئورانتین 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 آلومنیوم 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 بپیچید.

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

آماده سازی:

نکته: اشعه فرابنفش می تواند باعث تنزل فلوئورانتین 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.

- 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. فلوئورانتین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت فلوئورانتین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید.

- محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار فلوئورانتین آنالیز کنید. جرم کلی فلوئورانتین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
- حلالی را که بیشترین مقدار فلوئورانتین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.

۱۲۳- نمونه رااز 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 باشندممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.

۱۲۴- فلوئورانتین 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷۳- 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 فلوئورانتین در هر نمونه)

۷۴- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ±5% 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): فلوئورانتین
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر(مرحله ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی فلوئورانتین ۲۱/۴ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان و نیترومتان کاربرد زیادی داشته است. اما ممکن برای نمونه های خاصی سایر روشها مناسب تر باشد.

مداخله گرها:

هـر مـاده ای کـه در زمـان مانـد مـورد نظـر در گازکروماتوگرافی اسـتخراج مـی شـود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۴۹- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یـا بازیافـت) فلوئـورانتین موجـود در فیلتر (W) و در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب نمونـه اصـلی، و در فیلتـر (B) و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) لوله جاذب نمونه شاهد را محاسبه کنید.

۵۰- غلظت (C) فلوئورانتین را بر حسب mg/m^3 در هوا، به صـورت مجمـوع غلظـت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

فلوئورین	fluorene
فرمول شیمیایی: $C_{13}H_{10}$	**CAS**: 86-73-7
وزن مولکولی:۱۶۶/۲۲	**RTECS**: LL5670000
اسامی مترادف:اورتو-بی فنیلن متان	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ° ۱۱۶؛ نقطه جوش c ° ۲۹۵-۲۹۳	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

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، ۰/۲۵ 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 درجای خنک و دور از نور نگهداری شود تا شش ماه پایدار است.

۲۰۶- هلیوم، پیش تصفیه شده

۲۰۷- هیدروژن، خشک

۲۰۸- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۵۱- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana ،Pleasantown ،CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۵۲- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۵۳- فویل آلومینیومی

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

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

۳۵۶- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۵۷- پنس

۳۵۸- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۵۹- پیپت ۵ میلی لیتری

۳۶۰- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۳۶۱- حمام اولتراسونیک

۳۶۲- گازکروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۳۶۳- بالن ژوژه 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 ۲ 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 فلوئورین 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 آلومنیوم 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 فلوئورین 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. فلوئورین ممکن است مانند ذرات بر روی فیلتر جذب شود. لازم است حلالی را بیشترین مقدار بازیافت فلوئورین را در نمونه ها دارد شناسایی کنید

- محلول استخراج شده را برای تعیین مقدار فلوئورین آنالیز کنید. جرم کلی فلوئورین بدست آمده را به جرم نمونه جمع آوری شده تعدیل کنید.
- حلالی را که بیشترین مقدار فلوئورین را بازیافت می کند انتخاب کنید. حلال انتخابی را برای استخراج نمونه های فردی بکار گیرید.

۱۲۸- نمونه رااز 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 باشندممکن است لازم باشد استخراج سوکسله انجام گیرد.

۱۲۹- 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.

۱۳۰- فیلتراسیون تمامی نمونه های استخراج شده را توسط یک فیلتر غشایی ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷۶- 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 فلوئورین در هر نمونه)

۷۷- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از ۵%± 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): فلوئورین
- استخراج: ۵ mL حلال آلی مناسب برای نمونه مورد نظر(مرحله ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی فلوئورین ۱۰/۵ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۵۱- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب یا بازیافت) فلوئورین 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) فلوئورین را بر حسب mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

فن آنترین	phenanthrene
فرمول شیمیایی: $C_{14}H_{10}$	**CAS**: 85-01-8
وزن مولکولی:۱۷۸/۲۳	**RTECS**: SF7175000
اسامی مترادف:-	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۰۰ °c؛ نقطه جوش ۳۴۰ °c	

حدمجاز: **OSHA**: 0.2 mg/m^3

احتیاطات ویژه:

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 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.

مواد و محلولهای لازم:

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 µm ۲، و قطر mm ۳۷ (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، دارای یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی mm ۳۷ و قطر داخلی mm ۳۲) ، 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: mg ۱۰۰، بخش عقبی لوله= mg ۵۰) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی L/min ۲ باید kPa ۲-۱/۶ (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۶۶- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی L/min ۲ 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، mm ۱۰۰ × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۷۱- پنس

۳۷۲- فیلترها، PTFE ، ۰/۴۵ µm (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۷۳- پیپت ۵ میلی لیتری

۳۷۴- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۳۷۵- حمام اولتراسونیک

۳۷۶- گازکروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۳۷۷- بالن ژوژه 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 ۲ 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 آلومنیوم 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm 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، 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 فن آنترین در هر نمونه)

۸۰- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه

کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ نمونه بررسی کنید. اگر در منحنی راندمان جداسازی اختلاف بیش از $\pm 5\%$ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:$^{\circ}C$ ۲۰۰
- دمای آشکارساز:$^{\circ}C$ ۲۵۰
- برنامه ریزی دمایی:$^{\circ}C$ ۲۹۰-۱۳۰ در $4^{\circ}C/min$
- گاز حامل: هلیوم
- ستون: موئین،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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی فن آنترین ۱۵ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۵۳- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

کریسین	chrysene
فرمول شیمیایی: $C_{18}H_{12}$	**CAS**: 218-01-9
وزن مولکولی:۲۲۸/۲۹	**RTECS**: GC0700000
اسامی مترادف:۱،۲-بنزوفنانترین؛ بنزو[a]فنانترین	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۲۵۶-۲۵۵ °c ؛ نقطه جوش ۴۴۸ °c	

حدمجاز: **OSHA**: 0.2 mg/m^3 **ACGIH**: مظنون به سرطانزایی

NIOSH: کمترین حد ممکن (سرطانزا)

احتیاطات ویژه:

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.

مواد و محلولهای لازم:

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 خنک 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 ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۸۰- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ L/min در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۸۱- فویل آلومینیومی

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

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

۳۸۴- لوله کشت، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۸۵- پنس

۳۸۶- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۳۸۷- پیپت ۵ میلی لیتری

۳۸۸- سرنگ یا میکروپیپت، ۱۰۰-۱ µL

۳۸۹- حمام اولتراسونیک

۳۹۰- گازکروماتوگراف 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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 سیکلوهگزان، 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۸۲- 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 کریسین در هر نمونه)

۸۳- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ در۴°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.

نکته۱: زمان ماند تقریبی کریسین ۲۹/۶ دقیقه است.

نکته۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۳: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۵۵- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

نفتالین	naphthalene
فرمول شیمیایی: $C_{10}H_8$	**CAS**: 91-20-3
وزن مولکولی:۱۲۸/۱۷	**RTECS**: QJ0525000
اسامی مترادف:نفتن	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۸۰/۲ °c؛ نقطه جوش ۲۱۸ °c	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

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، ۰/۲۵ 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 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.

۲۳۰- هلیوم، پیش تصفیه شده

۲۳۱- هیدروژن، خشک

۲۳۲- هوای تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۳۹۳- نمونه بردار:

- فیلتر. فیلتر غشایی PTFE لایه ای، پورسایز ۲ µm، و قطر ۳۷ mm (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی ۳۷ mm و قطر داخلی ۳۲ 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: ۱۰۰ mg، بخش عقبی لوله= ۵۰ mg) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی ۲ L/min باید ۲-۱/۶ kPa (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۳۹۴- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی ۲ 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، ۱۰۰ mm × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۳۹۹- پنس

۴۰۰- فیلترها، ۰/۴۵ µm ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۴۰۱- پیپت ۵ میلی لیتری

۴۰۲- سرنگ یا میکروپیپت، ۱-۱۰۰ µL

۴۰۳- حمام اولتراسونیک

۴۰۴- گازکروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۴۰۵- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۴۰۶- روشنایی 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 ۲ 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 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 آلومنیوم 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۸۵- 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 نفتالین در هر نمونه)

۸۶- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ 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.

نکته۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۲: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۵۷- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

نفتن	naphthene
فرمول شیمیایی: $C_{10}H_8$	**CAS**: 91-20-3
وزن مولکولی:۱۲۸/۱۷	**RTECS**: QJ0525000
اسامی مترادف:نفتالین	
ویژگی ها: نقطه ذوب ۸۰/۲ °c؛ نقطه جوش ۲۱۸ °c	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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 مرتبا به لحاظ تابش فلورسانس به عنوان شاخص آلودگی با PAH مورد بررسی قرار گیرند.

مواد و محلولهای لازم:

۲۳۳- حلال جهت استخراج از فیلتر: استونیتریل، بنزن، سیکلوهگزان، 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، ۰/۲۵ 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 µm ۲، و قطر mm ۳۷ (Gelman Zefluor ، Memnrana، Pleasantown، CA، یا مشابه آنها)، داری یک جداکننده در پشت آن(قطر خارجی mm ۳۷ و قطر داخلی mm ۳۲) ، 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: mg ۱۰۰، بخش عقبی لوله= mg ۵۰) (Supelco ORBO 43 یا انواع مشابه). فشار عبوری از لوله در دبی L/min ۲ باید kPa ۲-۱/۶ (۱۵ تا ۲۰ سانتی متر آب) باشد.

۴۰۸- پمپ نمونه بردار فردی قادر به کار در دبی L/min ۲ در ۸ ساعت، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۴۰۹- فویل آلومینیومی

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

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

۴۱۲- لوله کشت، mm ۱۰۰ × ۱۳، با درپوش پیچ دار PTFE

۴۱۳- پنس

۴۱۴- فیلترها، µm ۰/۴۵ ، PTFE (برای فیلتراسیون محلول های نمونه)

۴۱۵- پیپت ۵ میلی لیتری

۴۱۶- سرنگ یا میکروپیپت، µL ۱۰۰-۱

۴۱۷- حمام اولتراسونیک

۴۱۸- گازکروماتوگراف با آشکارساز شعله ای-یونی، اینتگراتور الکترونیکی، و ستون موئین

۴۱۹- بالن ژوژه های ۱۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۴۲۰- روشنایی در آزمایشگاه: لامپ التهابی 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 L/min ۲ 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 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 آلومنیوم 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 التهابی 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 سیکلوهگزان، 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 رااز 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 باشندممکن 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 ۰/۴۵ µm انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۸۸- 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 نفتن در هر نمونه)

۸۹- راندمان جداسازی و بازیافت

- راندمان جداسازی از لوله جاذب وبازیافت 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 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 ۳و۵ آماده سازی و ۱تا 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 میکروپیپت محلول استاندارد را مستقیما به جاذب اضافه کنید. درپوش لوله های کشت را بسته و بگذارید تمام شب در محیط تاریک بماند. بر اساس مراحل مراحل ۴و۵ آماده سازی و ۱تا 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 ستِ 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 گازکروماتوگراف 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 ۲آماده سازی)
- دمای تزریق:۲۰۰°C
- دمای آشکارساز:۲۵۰°C
- برنامه ریزی دمایی:°C ۲۹۰-۱۳۰ 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.

نکته۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی کالیبراسیون بود، با حلال مناسب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته۲: 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 سیکلوهگزان 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 گازکروماتوگرافی استخراج می شود می تواند ایجاد تداخل کند. گرما، ازن، NO_2، یا اشعه UV ممکن است موجب تداخل شوند.

محاسبات:

۵۹- جرم برحسب µg (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 mg/m^3 در هوا، به صورت مجموع غلظت ذرات و بخار در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید.

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

ب-۲-ایزوسیانات ها

"تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات"	toluene-2,4-diisocyanate
فرمول شیمیایی: $CH_3C_6H_3(NCO)_2$	**CAS**: 584-84-9
وزن مولکولی: ۱۷۴/۱۶	**RTECS**: CZ6300000
اسامی مترادف: 2,4-TDI	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۲۵۱ °c ؛ نقطه ذوب ۲۱/۵ c – ۱۹/۵ ؛ فشار بخار ۰/۰۱ mmHg (۱/۳ Pa) در ۲۰ °c؛ دانسیته ۱/۲۲۴ g/mL در ۲۰ c	
حدمجاز:	**OSHA**:140 µg/m^3 C **NIOSH**: lowest feasible (carcinogen) **ACGIH**: 36 µg/m^3, 140 µg/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: ۲۰/۴ گرم سدیم تری هیدرات را در ۲ لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به PH = ۵/۵ اضافه کنید.	

۹۹۸- فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر

۹۹۹- مدیای نمونه برداری؛ ۴۵۰ µg/mL

a- برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از ۶۰ °F : تریپتامین خالص ۹۹٪+ ، در دی متیل سولفاکسید

b- برای دمای محیط کمتر از ۶۰ °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).

۱۰۰۰- مشتق ایزوسیانات: "تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات- تریپتامین"

۱۰۰۱- هلیوم، خالص

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۳۹۰- نمونه بردار: ایمپینجر میدجت حاوی ۲ میلی لیتر مدیای نمونه برداری

۱۳۹۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ – ۱ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۹۲- دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز فلورسانس، ثبت کننده نمودار، وستون؛ (دکتور الکتروشیمیایی 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 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.

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 بپوشانید.

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 ۱۰ – ۰/۰۵ µg/mL "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 ۱و۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم "تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات" بازیافت 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 هایی که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید. نکته۱: 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:

$$C = \frac{(C_S V_S - C_b V_b)\left(MW_{2,4-TDI} / MW_{2,4-TDIT}\right)}{V}, mg/m^3$$

C: غلظت "تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات" بر حسب mg/m^3

C_s : غلظت "تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر حسب $\mu g/mL$

C_b : غلظت "تولوئن-۲،۴-دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر حسب $\mu g/mL$

V_S : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب mL

V_b : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب 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

"دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات"	diphenylmethane-4,4-diisocyanate
فرمول شیمیایی: $CH_2(C_6H_4NCO)_2$	**CAS**: 101-68-8
وزن مولکولی: ۲۵۰/۲۶	**RTECS**: NQ9350000

اسامی مترادف: MDI ؛ ۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات ؛ متیلن بیس فنیل ایزوسیانات

ویژگی ها: جامد؛ نقطه ذوب ۳۷/۲ c ؛ فشار بخار ۰/۰۰۰۱۴ mmHg (۰/۱۹ Pa) در ۲۵ °c؛ دانسیته ۱/۲۳ g/mL در ۲۵ c

حدمجاز:

OSHA:200 µg/m^3 C

NIOSH: 50 µg/m^3 , 200 µg/m^3 C (10min)

ACGIH: 51 µg/m^3

احتیاطات ویژه:

"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.

مواد و محلولهای لازم:

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: ۲۰/۴ گرم سدیم تری هیدرات را در ۲ لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به PH = ۵/۵ اضافه کنید.

۱۰۱۱- فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر

۱۰۱۲- مدیای نمونه برداری؛ ۴۵۰ µg/mL

c- برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از ۶۰ °F: تریپتامین خالص ۹۹٪+ ، در دی متیل سولفاکسید

d- برای دمای محیط کمتر از ۶۰ °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).

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 ۲ – ۱ 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 L/min – ۱ 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 بپوشانید.

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 ۱۰ – ۰/۰۵ µg/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 ۱و۲ 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 هایی که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید. نکته۱: 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: 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:

$$C = \frac{(C_S V_S - C_b V_b)(MW_{DMDI} / MW_{DMDIT})}{V}, mg/m^3$$

C: غلظت "دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات" بر حسب mg/m^3

C_s : غلظت "دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر حسب $\mu g/mL$

C_b : غلظت "دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر حسب $\mu g/mL$

V_S : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب mL

V_b : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب 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

"متیلن بیس فنیل ایزوسیانات"	methylene bisphenyl isocyanate
فرمول شیمیایی: $CH_2(C_6H_4NCO)_2$	**CAS**: 101-68-8
وزن مولکولی: ۲۵۰/۲۶	**RTECS**: NQ9350000
اسامی مترادف: MDI ؛ دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات؛ ۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات	
ویژگی ها: جامد؛ نقطه ذوب ۳۷/۲ c ؛ فشار بخار ۰/۰۰۰۱۴ mmHg (۰/۱۹ Pa) در ۲۵ °c؛ دانسیته ۱/۲۳ g/mL در ۲۵ c	
حدمجاز:	**OSHA**:200 µg/m^3 C **NIOSH**: 50 µg/m^3 , 200 µg/m^3 C (10min) **ACGIH**: 51 µg/m^3
احتیاطات ویژه: "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.	
مواد و محلولهای لازم: 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: ۲۰/۴ گرم سدیم تری هیدرات را در ۲ لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به PH = ۵/۵ اضافه کنید.	

۱۰۲۴- فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر

۱۰۲۵- مدیای نمونه برداری؛ ۴۵۰ µg/mL

e- برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از ۶۰ °F : تریپتامین خالص ۹۹٪+ ، در دی متیل سولفاکسید

f- برای دمای محیط کمتر از ۶۰ °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).

۱۰۲۶- مشتق ایزوسیانات: "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات- تریپتامین"

۱۰۲۷- هلیوم، خالص

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۴۱۲- نمونه بردار: ایمپینجر میدجت حاوی ۲ میلی لیتر مدیای نمونه برداری

۱۴۱۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ – ۱ 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 L/min – ۱ 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 فنیل ایزوسیانات را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- استانداردهای کاربردی حاوی ۱۰ – ۰/۰۵ µg/mL "متیلن بیس 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 "متیلن بیس 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 "متیلن بیس فنیل 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: استونیتریل (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 هایی که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید. نکته۱: 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: 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:

$$C = \frac{(C_S V_S - C_b V_b)(MW_{MBI}/MW_{MBIT})}{V}, mg/m^3$$

C: غلظت "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات" بر حسب mg/m^3

C_s : غلظت "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر حسب $\mu g/mL$

C_b : غلظت "متیلن بیس فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر حسب $\mu g/mL$

V_S : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب mL

V_b : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب mL

MW_{MBI} : 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

"۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات"	4,4-methylenediphenyl isocyanate
فرمول شیمیایی: $CH_2(C_6H_4NCO)_2$	**CAS**: 101-68-8
وزن مولکولی: ۲۵۰/۲۶	**RTECS**: NQ9350000

اسامی مترادف: MDI ؛ دی فنیل متان-۴،۴- دی ایزوسیانات؛ متیلن بیس فنیل ایزوسیانات

ویژگی ها: جامد؛ نقطه ذوب ۳۷/۲ c ؛ فشار بخار ۰/۰۰۰۱۴ mmHg (۰/۱۹ Pa) در ۲۵ °c؛ دانسیته ۱/۲۳ g/mL در ۲۵ c

حدمجاز:

OSHA:200 µg/m^3 C

NIOSH: 50 µg/m^3 , 200 µg/m^3 C (10min)

ACGIH: 51 µg/m^3

احتیاطات ویژه:

"۴و۴-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.

مواد و محلولهای لازم:

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: ۲۰/۴ گرم سدیم تری هیدرات را در ۲ لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به PH = ۵/۵ اضافه کنید.

۱۰۳۷- فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر

۱۰۳۸- مدیای نمونه برداری؛ ۴۵۰ µg/mL

g- برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از ۶۰ °F : تریپتامین خالص ۹۹٪+ ، در دی متیل سولفاکسید

h- برای دمای محیط کمتر از ۶۰ °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: "۴و۴-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 ۲ L/min – ۱ ، 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 L/min – ۱ 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 ۱۰ – ۰/۰۵ µg/mL "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): ۴و۴-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 هایی که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید.

نکته۱: 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:

۳۴۸- غلظت "۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه و شاهد را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

۳۴۹- با استفاده از فرمول زیر غلظت "۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات" را در حجم هوای نمونه برداری شده بدست آورید:

$$C = \frac{(C_S V_S - C_b V_b)(MW_{MDI}/MW_{MDIT})}{V}, mg/m^3$$

C: غلظت "۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات" بر حسب mg/m^3

C_s : غلظت "۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر حسب $\mu g/mL$

C_b : غلظت "۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر حسب $\mu g/mL$

V_S : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب mL

V_b : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب mL

MW_{MDI} : وزن مولکولی ۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات

MW_{MDIT} : : وزن مولکولی ۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات – تریپتامین، که برابر است با ۵۷۰/۷

V : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر

"هگزامتیل دی ایزوسیانات"	hexamethylene diisocyanate
فرمول شیمیایی: $OCN(CH_2)_6NCO$	**CAS**: 822-06-0
وزن مولکولی: ۱۶۸/۲	**RTECS**: MO1740000
اسامی مترادف: HDI	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۲۵۵ °c ؛ فشار بخار ۰/۰۵ mmHg (۷ Pa) در ۲۵ °c؛ دانسیته ۱/۰۴ g/mL در ۲۰ c	
حدمجاز:	**OSHA**:-
	NIOSH: 35 µg/m^3, 140 µg/m^3 C (10min)
	ACGIH: 34 µg/m^3
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: ۲۰/۴ گرم سدیم تری هیدرات را در ۲ لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به PH = ۵/۵ اضافه کنید.	
۱۰۵۰- فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر	

۱۰۵۱- مدیای نمونه برداری؛ ۴۵۰ µg/mL

i- برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از ۶۰ °F: تریپتامین خالص ۹۹٪+، در دی متیل سولفاکسید

j- برای دمای محیط کمتر از ۶۰ °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).

۱۰۵۲- مشتق ایزوسیانات: "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین"

۱۰۵۳- هلیوم، خالص

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۴۳۴- نمونه بردار: ایمپینجر میدجت حاوی ۲ میلی لیتر مدیای نمونه برداری

۱۴۳۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ – ۱ 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 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.

۸۷۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲ L/min – ۱ 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 ۱۰ – ۰/۰۵ µg/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 ۱و۲ 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 هایی که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید.

نکته۱: 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:

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:

$$C = \frac{(C_S V_S - C_b V_b)(MW_{HDI}/MW_{HDIT})}{V}, mg/m^3$$

C: غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات" بر حسب mg/m^3

C_s : غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر حسب $\mu g/mL$

C_b : غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر حسب $\mu g/mL$

V_S : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب mL

V_b : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب 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

۱،۲- اتان دی اُل	1,2-ethanediol
فرمول شیمیایی: $C_2H_6O_2$	**CAS**: 107-21-1
وزن مولکولی: ۶۲/۰۷	**RTECS**: KW2975000
اسامی مترادف: اتیلن گلیکول	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۱۹۷/۲ °c ؛ فشار بخار ۰/۰۵ mmHg (۰/۰۰۷ kPa) در ۲۰°c؛دانسیته ۱/۱۱۳ g/mL در ۲۰ c ؛ گستره انفجار ۳/۲ تا ۱۵/۳ ٪ حجمی در هوا ؛ n_D =1.4310 ؛FP= -13 °C	
حدمجاز: ACGIH: 50 ppm C	NIOSH: - OSHA:-
احتیاطات ویژه: استنشاق میست ۱،۲- اتان دی اُل موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیدا خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۰۵۴- ۱،۲- اتان دی اُل؛ خلوص آزمایشگاهی ۱۰۵۵- متانول ؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۵۶- محلول استوک کالیبراسیون ، ۱۰ mg/mL ؛ مقداری از ۱،۲- اتان دی اُل 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 OVS XAD-7 ، با قطر خارجی ۱۳ mm ؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: ۲۰۰mg، 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).

۱۴۴۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min – ۰/۵ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۴۷- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 سریعا 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 ۲ L/min – ۰/۵ 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 حدآشکارسازی (LOD=7 µg/sample) تا حد کمی سازی (LOQ=22 µg/sample) را پوشش دهد.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۱،۲- اتان دی اُل 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 ۱و۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکرو گرم ۱،۲- اتان دی اُل).

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 مستقیما 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 ۱و۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ۱،۲- اتان دی اُل 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 گازکروماتوگراف 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- اتان دی اُل
- 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 mL/min – ۲/۴)
- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (Rtx-35)

نکته۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۵۵۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: مداخله گر خاصی شناسایی نشده است.

محاسبات:

۳۵۲- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۱،۲- اتان دی اُل 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 اُل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

اتیلن گلیکول	ethylene glycol
فرمول شیمیایی: $C_2H_6O_2$	**CAS**: 107-21-1
وزن مولکولی: ۶۲/۰۷	**RTECS**: KW2975000
اسامی مترادف: ۱،۲- اتان دی اُل	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۱۹۷/۲ °c ؛ فشار بخار ۰/۰۵ mmHg (۰/۰۰۷ kPa) در ۲۰ °c ؛دانسیته ۱/۱۱۳ g/mL در ۲۰ c ؛ گستره انفجار ۳/۲ تا ۱۵/۳ ٪ حجمی در هوا؛ n_D =1.4310 ؛FP= -13 °C	
حدمجاز: **ACGIH**: 50 ppm C **NIOSH**: - **OSHA**:-	
احتیاطات ویژه: استنشاق میست اتیلن گلیکول موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیدا خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۰۶۰- اتیلن گلیکول؛ خلوص آزمایشگاهی ۱۰۶۱- متانول ؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۶۲- محلول استوک کالیبراسیون ، ۱۰ mg/mL ؛ مقداری از اتیلن گلیکول را وزن کرده و در متانول حل کنید. ۱۰۶۳- هیدروژن، خالص ۱۰۶۴- هلیوم، خالص ۱۰۶۵- هوا، تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۴۵۴- نمونه بردار: لوله OVS XAD-7 ، با قطر خارجی ۱۳ mm ؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: ۲۰۰mg، 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).	

۱۴۵۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۲ – ۰/۵ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۵۶- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 سریعا 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 L/min ۲ – ۰/۵ 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- mL ۲ 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 حدآشکارسازی (LOD=7 µg/sample) تا حد کمی سازی (LOQ=22 µg/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 ۱و۲ 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 مستقیما 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 ۱و۲ 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 گازکروماتوگراف 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): 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 (۲/۶ mL/min – ۲/۴)
- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (Rtx-35)

نکته۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۵۵۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: مداخله گر خاصی شناسایی نشده است.

محاسبات:

۳۵۴- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) 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.

۳۵۵- محاسبه غلظت (C) اتیلن گلیکول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

۱،۲- پروپان دی اُل	1,2-propanediol
فرمول شیمیایی: $C_3H_8O_2$	**CAS**: 57-55-6
وزن مولکولی: ۷۶/۱	**RTECS**: TY2000000
اسامی مترادف: پروپیلن گلیکول	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۱۸۸ °c ؛ فشار بخار ۰/۰۰۷ mmHg (۰/۰۰۹ kPa) در ۲۰ °c ؛ دانسیته ۱/۰۳۸ g/mL در ۲۰ c ؛ گستره انفجار ۲/۶ تا ۱۲/۵ ٪ حجمی در هوا؛ n_D =1.432 ؛FP= -60 °C	
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه: استنشاق میست ۱،۲- پروپان دی اُل موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیدا خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۰۶۶- ۱،۲- پروپان دی اُل؛ خلوص آزمایشگاهی ۱۰۶۷- متانول ؛ خلوص کروماتوگرافی ۱۰۶۸- محلول استوک کالیبراسیون ، ۱۰ mg/mL ؛ مقداری از ۱،۲- پروپان دی اُل را وزن کرده و در متانول حل کنید. ۱۰۶۹- هیدروژن، خالص ۱۰۷۰- هلیوم، خالص ۱۰۷۱- هوا، تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۴۶۳- نمونه بردار: لوله OVS XAD-7 ، با قطر خارجی ۱۳ mm ؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: ۲۰۰mg، 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).

۱۴۶۴- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min – ۰/۵ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۶۵- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 سریعا 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 ۲ L/min – ۰/۵ 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- ۲ 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 حدآشکارسازی (LOD=6 µg/sample) تا حد کمی سازی (LOQ=13 µg/sample) را پوشش دهد.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۱،۲- پروپان دی اُل 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 ۱و۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکرو گرم ۱،۲- پروپان دی اُل).

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 مستقیما به فیلتر لوله OVS تزریق کنید. به مدت ۶۰ دقیقه هوا را با دبی L/min ۱ 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 ۱و۲ اندازه گیری).
- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ۱،۲- پروپان دی اُل 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 گازکروماتوگراف 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 اُل
- جداساز: ۲ mL متانول
- دمای تزریق: ۲۵۰ $^{\circ}C$
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ $^{\circ}C$
- دمای ستون: ۴۰ $^{\circ}C$ (۸ $^{\circ}C/min$) تا ۲۳۰ $^{\circ}C$
- گاز حامل: هلیوم (۲/۶ mL/min – ۲/۴)
- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (Rtx-35)

نکته۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجددا 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 µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۱،۲- پروپان دی اُل 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 اُل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

پروپیلن گلیکول	propylene glycol
فرمول شیمیایی: $C_3H_8O_2$	**CAS**: 57-55-6
وزن مولکولی: ۷۶/۱	**RTECS**: TY2000000

اسامی مترادف: ۱،۲- پروپان دی اُل

ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۱۸۸ °c ؛ فشار بخار ۰/۰۰۷ mmHg (۰/۰۰۹ kPa) در ۲۰ °c ؛ دانسیته ۱/۰۳۸ g/mL در ۲۰ c ؛ گستره انفجار ۲/۶ تا ۱۲/۵ ٪ حجمی در هوا؛ n_D =1.432 ؛FP= -60 °C

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

استنشاق میست پروپیلن گلیکول موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیدا خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.

مواد و محلولهای لازم:

۱۰۷۲- پروپیلن گلیکول؛ خلوص آزمایشگاهی

۱۰۷۳- متانول ؛ خلوص کروماتوگرافی

۱۰۷۴- محلول استوک کالیبراسیون ، ۱۰ mg/mL ؛ مقداری از پروپیلن گلیکول را وزن کرده و در متانول حل کنید.

۱۰۷۵- هیدروژن، خالص

۱۰۷۶- هلیوم، خالص

۱۰۷۷- هوا، تصفیه شده

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۴۷۲- نمونه بردار: لوله OVS XAD-7 ، با قطر خارجی ۱۳ mm ؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: ۲۰۰mg، 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).

۱۴۷۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min – ۰/۵ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۷۴- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 سریعا 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 ۲ L/min – ۰/۵ 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 حدآشکارسازی (LOD=6 µg/sample) تا حد کمی سازی (LOQ=13 µg/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 ۱و۲ 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 مستقیما به فیلتر لوله OVS تزریق کنید. به مدت ۶۰ دقیقه هوا را با دبی L/min ۱ 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 ۱و۲ 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 گازکروماتوگراف 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): 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 (۲/۴ – ۲/۶ mL/min)
- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (Rtx-35)

نکته۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجددا 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 µg (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:

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

تری اتیلن گلیکول	Triethylene glycol
فرمول شیمیایی: $C_6H_{14}O_4$	**CAS**: 112-27-6
وزن مولکولی: ۱۵۰/۱۷	**RTECS**: YE4550000
اسامی مترادف: -	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۲۸۵ c˚ ؛ فشار بخار کمتر از ۰/۰۰۱ mmHg در ۲۰ c˚ ؛دانسیته ۱/۱۲۵ g/mL در ۲۰ c ؛ گستره انفجار ۰/۹ تا ۹/۲ ٪ حجمی در هوا؛ FP= -5 ˚C؛ n_D =1.455	
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه: استنشاق میست تری اتیلن گلیکول موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیدا خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.	
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	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۴۸۱- نمونه بردار: لوله OVS XAD-7 ، با قطر خارجی ۱۳ mm ؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: ۲۰۰mg، 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).	

۱۴۸۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min – ۰/۵ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۸۳- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 سریعا 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 ۲ L/min – ۰/۵ 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 حدآشکارسازی (LOD=14 µg/sample) تا حد کمی سازی (LOQ=42 µg/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 ۱و۲ 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 مستقیما به فیلتر لوله OVS تزریق کنید. به مدت ۶۰ دقیقه هوا را با دبی L/min ۱ 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 ۱و۲ 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 گازکروماتوگراف 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)

نکته۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۵۶۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

مداخله گرها: مداخله گر خاصی شناسایی نشده است.

محاسبات:

۳۶۰- جرم برحسب µg (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:

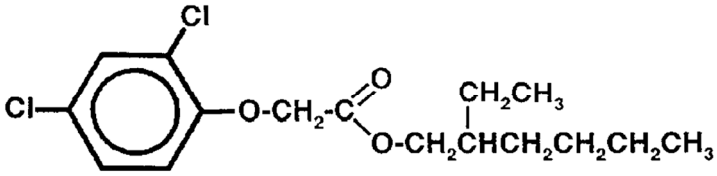
$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V} \text{ , } mg/m^3$$

ب-٤- حشره کش ها

"۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر"	2,4-D, 2-Ethylhexyl ester
فرمول شیمیایی: $C_{16}H_{22}Cl_2O_3$	**CAS**: 1928-43-4
وزن مولکولی: ۳۳۳/۲۵	**RTECS**: -

اسامی دیگر: 2,4-2,4-Dichlorophenoxyacetic acid, 2-ethylhexylester

ساختارمولکولی:



حدمجاز: ACGIH: - NIOSH: - OSHA: -

احتیاطات ویژه:

دیازومتان سرطانزا ، بینهایت سمی و شدیدا محرک است. دیازومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از ۹۰ °c 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 "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر" 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.

مواد و محلولهای لازم:

۱- "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر"

۲- متانول؛ با خلوص آنالیز علف کش ها

۳- متیل تی- بوتیل اتر؛ با خلوص آنالیز علف کش ها

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 mg/mL ۱ 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 mm ۵۰، قطر خارجی mm ۱۳ و قطر داخلی mm ۱۱ که درامتداد انتهای خروجی آن به یک لوله با طول mm ۲۵ و قطر خارجی mm ۶ تعبیه شده است (شکل ۱). بخش بزرگتر لوله حاوی ۲۷۰ میلی گرم جاذب XAD-2 ۲۰ یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلوئوروواتیلن (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).
۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۱ – ۰/۲ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
۳- دستگاه گازکروماتوگراف 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 ۱و 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 ۰/۴۵ µm (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 ۱ L/min – ۰/۲ 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- تقریبا 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 ۰/۴۵ میکرومتری عبور داده و به ویال ۲ میلی لیتری

گازکروماتوگرافی 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 وشاهد 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.
- 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 ۰/۲-۱ L/min از لوله عبور دهید.

- نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی وشاهدها مورد آنالیز قرار دهید(مراحل ۱و ۲ اندازه گیری).
- یک منحنی از راندمان جداسازی در برابر میکروگرم "۲، ۴-D، 2-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 گازکروماتوگراف 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): "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر"
- جداساز: ۲ mL از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی- بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق: ۲µL
- دمای تزریق:۲۷۰°C
- دمای آشکارساز:۳۰۰°C
- دمای ستون:۱ دقیقه در۹۰°C؛ ۳۵ °c/min تا ۱۶۰ °c؛۳ °c/min تا ۲۳۰ °c؛ ۹ دقیقه حفظ شود
- زمان ماند "۲، ۴-D، 2-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 پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

۵۶۵- 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 فرّار یا نیمه فرّار 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:

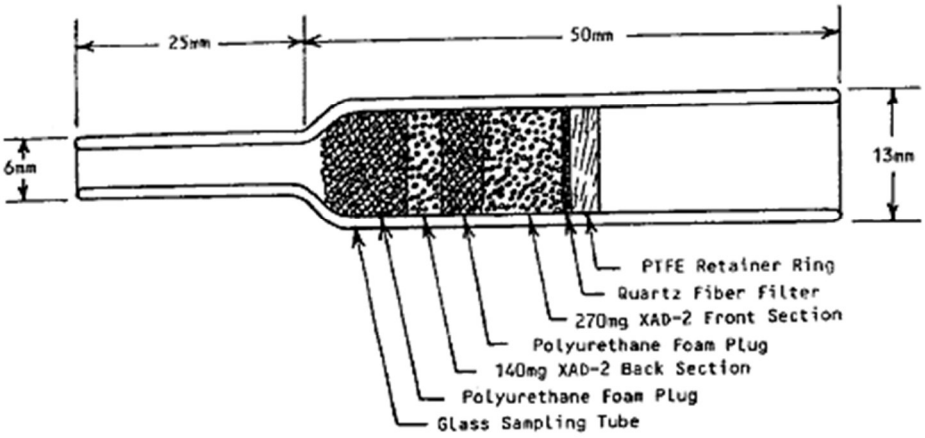
۳۶۲- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) "۲، ۴-D، 2-اتیل هگزیل استر" در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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:

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

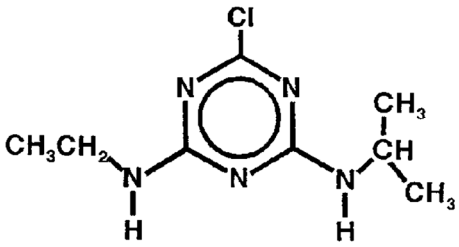
شکل ۱- نمونه بردار OVS



آرتازین	Atrazine
فرمول شیمیایی: $C_8H_{14}ClN_5$	**CAS**: 1912-24-9
وزن مولکولی: ۲۱۵/۶۸	**RTECS** : XY5600000

اسامی دیگر: 6-Chloro-N2-ethyl-N-isopropyl-1,3,5-triazine-2,4 diamine

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: کریستال بی رنگ؛ نقطه ذوب ۱۷۵ c-۱۷۳؛ فشار بخار ۳×۱۰^{-۷}mmHg (۴×۱۰^{-۵}Pa) در ۲۰ °c ؛ حلالیت در آب ۷۰ g/L در ۲۵ °c

حدمجاز: **ACGIH**: 5 mg/m^3 **NIOSH**: 5 mg/m^3 **OSHA**: -

احتیاطات ویژه:

دیازومتان سرطانزا ، بینهایت سمی و شدیدا محرک است. دیازومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از ۹۰ °c 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 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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۱- آرتازین

۱۲- متانول؛ با خلوص آنالیز علف کش ها

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 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 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 ۲۰ یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلوئورواتیلن (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 – ۰/۲ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۳- دستگاه گازکروماتوگراف 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 ۱و 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 ۰/۴۵ µm (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 ۱ – ۰/۲ 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- تقریبا 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 گازکروماتوگرافی 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 وشاهد 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 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 L/min ۱-۰/۲ از لوله عبور دهید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی وشاهدها مورد آنالیز قرار دهید(مراحل ۱و 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 گازکروماتوگراف 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: mL ۲ از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی- بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق: µL۲
- دمای تزریق:°C۲۷۰
- دمای آشکارساز:°C۳۰۰
- دمای ستون:۱ دقیقه در°C۹۰؛ °c/min ۳۵ تا °c ۱۶۰؛°c/min ۳ تا °c ۲۳۰؛ ۹ دقیقه حفظ شود
- زمان ماند آرتازین (برای ستون OB-5): ۱۹/۵ دقیقه
- گاز حامل: هلیوم، mL/min ۱

- 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، مجددا 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 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 فرّار یا نیمه فرّار 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:

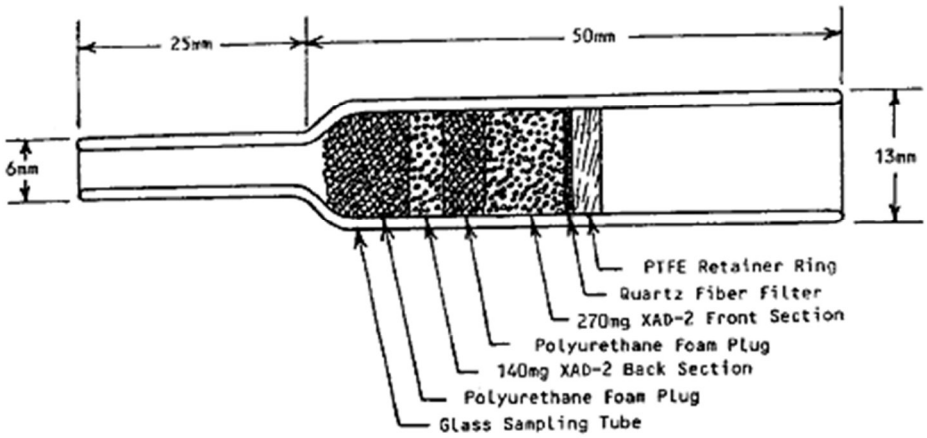
۳۶۴- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آرتازین در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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:

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

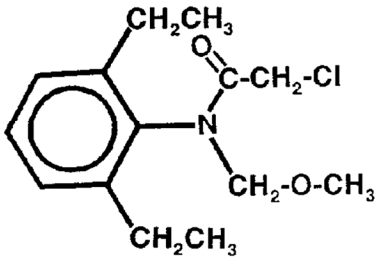
شکل ۱- نمونه بردار OVS



آلاکلور	Alachlor
فرمول شیمیایی: $C_{14}H_{20}ClNO_2$	**CAS**: 15972-60-8
وزن مولکولی: ۲۶۹/۷۷	**RTECS**: AE1225000

اسامی دیگر: 2-Chloro-N-(2,6-diethylphenyl)-N-(methoxymethyl) acetamide

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: کریستال بی رنگ؛ نقطه ذوب ۴۱/۵-۳۹/۵ c ؛ فشار بخار $۲/۲ \times ۱۰^{-۵}$ mmHg (۰/۰۰۲۹ Pa) در ۲۰ c ؛ دانسیته ۱/۱۳۳ g/mL ؛ حلالیت در آب ۱۴۰ g/L در ۲۳ c

حدمجاز: OSHA: - NIOSH: - ACGIH: -

احتیاطات ویژه:

دیازومتان سرطانزا ، بینهایت سمی و شدیدا محرک است. دیازومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از ۹۰ c 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 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.

مواد و محلولهای لازم:

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 ژوژه 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 نیتروژن

وسایل و تجهیزات لازم:

۲۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵۰ mm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱mm 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 ۲۰ یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلوئورواتیلن (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 – ۰/۲ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۳- دستگاه گازکروماتوگراف 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 ۱و 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 ۰/۴۵ µm (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 ۱ – ۰/۲ 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 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.

۸- 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.

۹- تقریبا 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 گازکروماتوگرافی 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 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 وشاهد 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 L/min ۱-۰/۲ از لوله عبور دهید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی وشاهدها مورد آنالیز قرار دهید(مراحل ۱و 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 گازکروماتوگراف 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: mL ۲ از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی- بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق: µL۲
- دمای تزریق:°C۲۷۰
- دمای آشکارساز:°C۳۰۰
- دمای ستون:۱ دقیقه در°C۹۰؛ °c/min ۳۵ تا °c ۱۶۰؛°c/min ۳ تا °c ۲۳۰؛ 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 پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

۵۶۷- 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 فرّار یا نیمه فرّار 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:

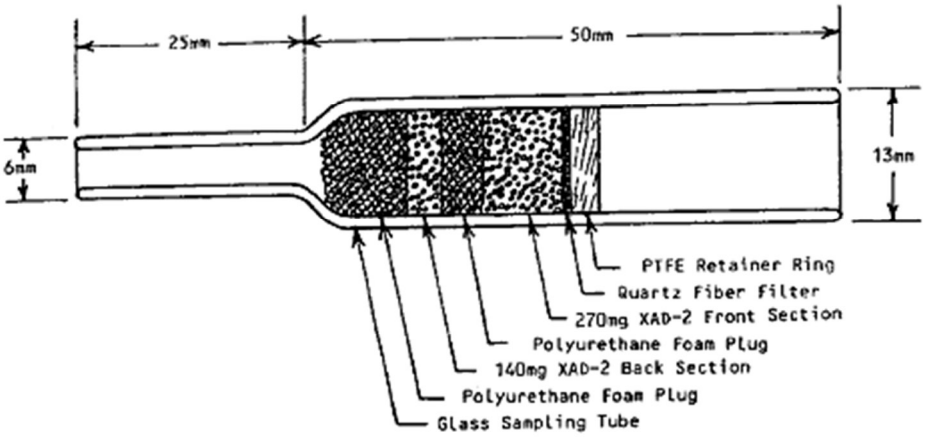
۳۶۶- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آلاکلور در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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:

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

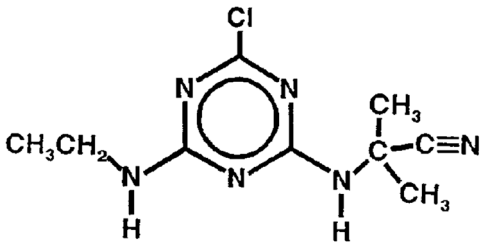
شکل ۱- نمونه بردار OVS



سیانازین	Cyanazine
فرمول شیمیایی: $C_9H_{13}ClN_6$	**CAS**: 21725-46-2
وزن مولکولی: ۲۴۰/۶۹	**RTECS**: UG1490000

اسامی دیگر: 2[[4-chloro-6-(ethylamino)-1,3,5-triazin-2-yl]amino]-2-methylpropionitrile

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: کریستال جامد سفید ؛ نقطه ذوب c ۱۶۹–۱۶۷/۵؛ فشار بخار $mmHg^{-9}$۱۰× ۱/۶ (Pa^{-7}۱۰× ۲/۱) در c ۲۰°؛ حلالیت در آب g/L ۱۷۱ در c ۲۵°

حدمجاز: OSHA: - NIOSH: - ACGIH: -

احتیاطات ویژه:

دیازومتان سرطانزا ، بینهایت سمی و شدیدا محرک است. دیازومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از c ۹۰° 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 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.

مواد و محلولهای لازم:

۳۱- سیانازین

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 ۱۱mm 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 ۲۰ یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلوئورواتیلن (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 – ۰/۲ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۳- دستگاه گازکروماتوگراف 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 ۱و 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 ۰/۴۵ µm (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 ۱ L/min – ۰/۲ 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- تقریبا 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 گازکروماتوگرافی 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 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 وشاهد 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 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 L/min ۱-۰/۲ از لوله عبور دهید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی وشاهدها مورد آنالیز قرار دهید(مراحل ۱و 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 گازکروماتوگراف 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: mL ۲ از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی- بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق: µL۲
- دمای تزریق:°C۲۷۰
- دمای آشکارساز:°C۳۰۰
- دمای ستون:۱ دقیقه در°C۹۰؛ °c/min ۳۵ تا °c ۱۶۰؛°c/min ۳ تا °c ۲۳۰؛ ۹ دقیقه حفظ شود
- زمان ماند سیانازین (برای ستون OB-5): ۲۲/۲۳ دقیقه
- گاز حامل: هلیوم، mL/min ۱

- 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، مجددا 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 فرّار یا نیمه فرّار 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:

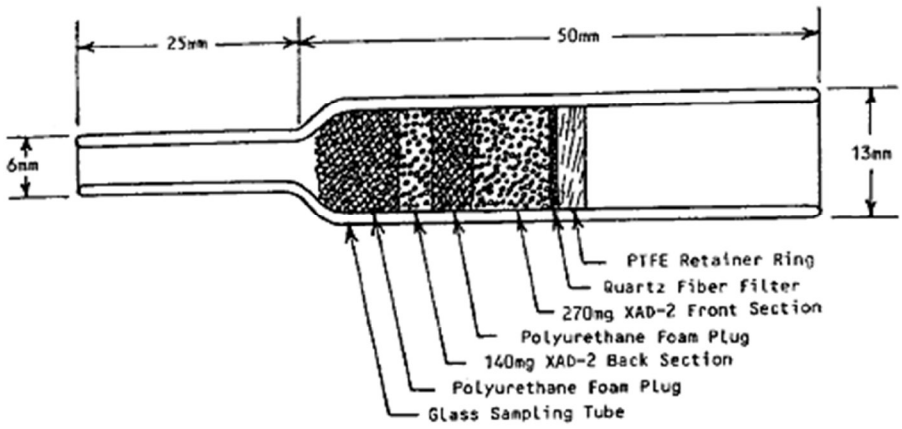
۳۶۸- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) سیانازین در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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:

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

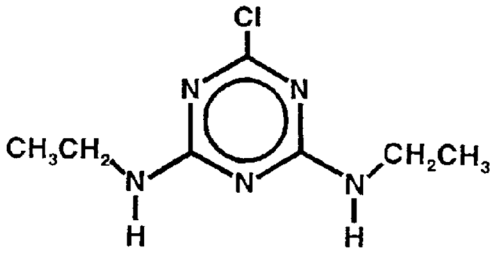
شکل ۱- نمونه بردار OVS



سیمازین	Simazine
فرمول شیمیایی: $C_7H_{12}ClN_5$	**CAS**: 122-34-9
وزن مولکولی: ۲۰۱/۶۶	**RTECS**: XY5250000

اسامی دیگر: 6-Chloro-N,N'-diethyl-1,3,5-trazine-2,4-diamine

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: کریستال ؛ نقطه ذوب ۲۲۷ c–۲۲۵؛ فشار بخار $۶/۱ \times ۱۰^{-۷}$mmHg ($۸/۱ \times ۱۰^{-۷}$Pa) در ۲۰ c ؛ حلالیت در آب ۳/۵ g/L در ۲۰ c

حدمجاز: **OSHA**: - **NIOSH**: - **ACGIH**: -

احتیاطات ویژه:

دیازومتان سرطانزا ، بینهایت سمی و شدیدا محرک است. دیازومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از ۹۰ c 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 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.

مواد و محلولهای لازم:

۴۱- سیمازین

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 کالیبراسیون؛ مقدار مناسبی از محلول استوک سیمازین را با حلال جداسازی تا حجم معینی رقیق کنید.

۵۰- گاز های خالص؛ هلیوم، آرگون حاوی 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 ۱۱mm 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 ۲۰ یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلوئوروواتیلن (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 – ۰/۲ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۴۳- دستگاه گازکروماتوگراف با آشکارساز جذب الکترونی (GC/ECD)، ثبت کننده نمودار و ستون.

۴۴- ویال های شیشه ای ۲، ۴، و ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۴۵- سرنگ های ۱و ۵ میلی لیتری؛ ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری در صورت نیاز

۴۶- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، و ۱۰۰ میلی لیتری برای آماده سازی استانداردهای کاربردی و محلول ها

۴۷- انبرک

۴۸- فیلترهای PTFE سرنگی با پورسایز ۰/۴۵ µm (Gelman Sciences یا انواع مشابه)

۴۹- سرنگ های ۱، ۲/۵، یا ۵ میکرولیتری

۵۰- تکان دهنده (Shaker) دارای پایه

نمونه برداری:

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

۱۸- نمونه 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.

۱۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min – ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۲ تا ۴۸۰ لیتر انجام دهید.

۲۰- دو طرف نمونه بردار را با درپوش پلاستیکی بسته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی:

۱۳- 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.

۱۴- 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.

۱۵- تقریبا 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 گازکروماتوگرافی 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 وشاهد 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 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 L/min ۱-۰/۲ از لوله عبور دهید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی وشاهدها مورد آنالیز قرار دهید(مراحل ۱و 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 گازکروماتوگراف 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: mL ۲ از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی- بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق: µL۲
- دمای تزریق:C˚۲۷۰
- دمای آشکارساز:C˚۳۰۰
- دمای ستون:۱ دقیقه درC˚۹۰؛ c/min˚۳۵ تا c˚۱۶۰؛c/min˚۳ تا c˚۲۳۰؛ ۹ دقیقه حفظ شود
- زمان ماند سیمازین (برای ستون OB-5): ۱۹/۴۲ دقیقه
- گاز حامل: هلیوم، mL/min ۱

- 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، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

۵۶۹- 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 فرّار یا نیمه فرّار 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:

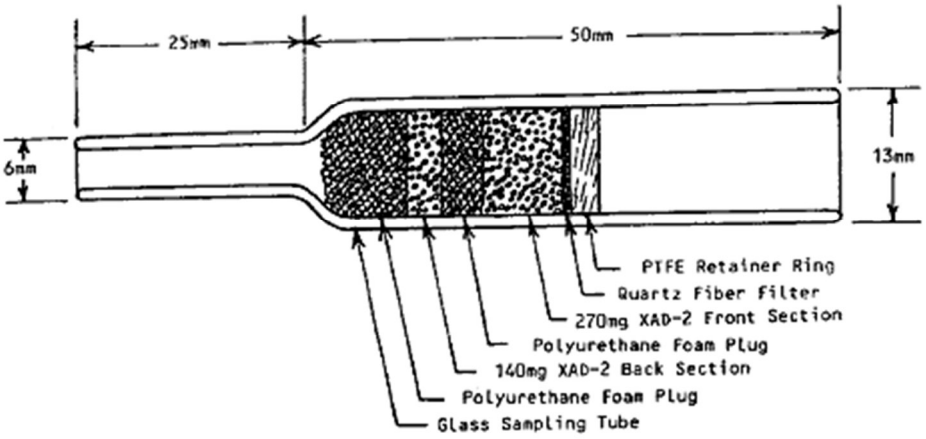
۳۷۰- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) سیمازین در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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

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

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

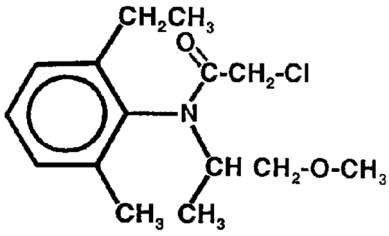
شکل ۱- نمونه بردار OVS



متولاکلور	Metolachlor
فرمول شیمیایی: $C_{15}H_{22}Cl_2NO_2$	**CAS**: 51218-45-2
وزن مولکولی: ۲۸۳/۸	**RTECS**: AN3430000

اسامی دیگـر: 2-Chloro-N-(2-ethyl-6-methylphenyl)-N-(2-methoxy-1-methylethyl)acetamide

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: مایع قهوه ای بدون بو ؛ نقطه ذوب ۳۹/۵–۴۱/۵ c ؛ فشار بخار $۱/۳ \times ۱۰^{-۵}$mmHg (۰/۰۰۱۷ Pa) در ۲۰ c؛ حلالیت در آب ۵۳۰ g/L در ۲۰ c

حدمجاز: OSHA: - NIOSH: - ACGIH: -

احتیاطات ویژه:

دیازومتان سرطانزا ، بینهایت سمی و شدیدا محرک است. دیازومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از ۹۰ c 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 متولاکلور 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.

مواد و محلولهای لازم:

۵۱- متولاکلور

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 ۵٪ متان، یا نیتروژن

وسایل و تجهیزات لازم:

۵۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۵۰ mm، قطر خارجی ۱۳ mm و قطر داخلی ۱۱mm 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 ۲۰ یا ۶۰ مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز ۱۱ میلی متری و حلقه پلی تترا فلوئوروواتیلن (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 – ۰/۲ L/min ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۵۳- دستگاه گازکروماتوگراف با آشکارساز جذب الکترونی (GC/ECD)، ثبت کننده نمودار و ستون.

۵۴- ویال های شیشه ای ۲، ۴، و ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۵۵- سرنگ های ۱و ۵ میلی لیتری؛ ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری در صورت نیاز

۵۶- بالن ژوژه 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 ۰/۴۵ µm (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 ۱ L/min – ۰/۲ 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 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.

۱۸- تقریبا 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 گازکروماتوگرافی 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 وشاهد 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 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 ۱-۰/۲ L/min از لوله عبور دهید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل ۱تا ۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی وشاهدها مورد آنالیز قرار دهید(مراحل ۱و 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 گازکروماتوگراف 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: ۲ mL از مخلوط متانول (۱۰٪) و متیل تی- بوتیل اتر (۹۰٪) (با دیازومتان)
- حجم تزریق: ۲µL
- دمای تزریق:۲۷۰°C
- دمای آشکارساز:۳۰۰°C
- دمای ستون:۱ دقیقه در۹۰°C؛ ۳۵ °c/min تا ۱۶۰ °c؛۳ °c/min تا ۲۳۰ °c؛ ۹ دقیقه حفظ شود
- زمان ماند متولاکلور (برای ستون OB-5): ۲۲/۲۶ دقیقه
- گاز حامل: هلیوم، ۱ 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، مجددا 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 فرّار یا نیمه فرّار 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:

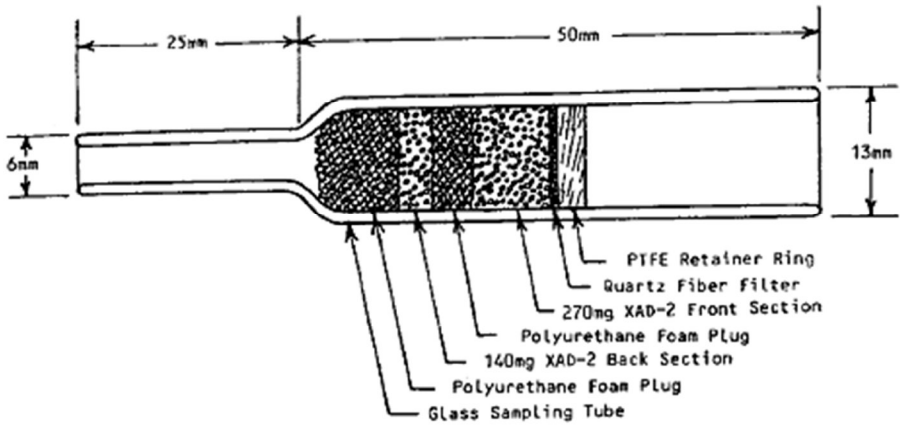
۳۷۲- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متولاکلور در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

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:

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

شکل ۱- نمونه بردار OVS

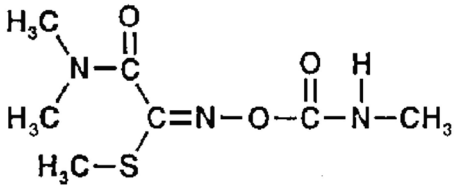


ب-۵-آفت کش ها

ب-۵-۱- آفت کش های ارگانونیتروژنه

اُکسامیل	Oxamyl
فرمول شیمیایی: $C_7H_{13}N_3O_3S$	**CAS** : 23135-22-0
وزن مولکولی: ۲۱۹/۳	**RTECS** : RP2300000

ساختارمولکولی:



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

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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.

مواد و محلولهای لازم:

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، >۸۵٪ 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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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

ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای ۱± ۱۲- 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 ژوژه 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقا 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 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، ۰/۰۲ TEA-PO4 مولار

۱۰۹۷- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 L/min ۱ –۰/۱ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۴۹۲- 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.

۱۴۹۳- نمونه گیر خودکار: توانایی تزریق ۵ 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، 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.

۱۴۹۵- ستون محافظ

۱۴۹۶- 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.

۱۴۹۷- ویال های شیشه ای، ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل اتیلن

۱۴۹۸- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون نمونه ها

۱۴۹۹- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۵۰۰- فیلتر سرنگ پلی تترا فنل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 µm filter, Product 4472, Gelman) Sciences, Ann Arbor, MI or equivalent

۱۵۰۱- انبرک

۱۵۰۲- تکان دهنده لوله یا ویال کوچک که ۵ تا ۱۰ RPM قدرت داشته باشد.

۱۵۰۳- pH متر

۱۵۰۴- سیلندر مدرج؛ ۱۰ میلی لیتر، ۲۵ 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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- mL ۲ 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 تقریبا 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 فنل 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، شاهدها 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 نگهدانده 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).

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 خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): اکسامیل
- جداساز: mL ۲ ؛ 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

نکته۱: 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.

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:

Asulam؛ Imazapyr؛ Acetaminophen /IS؛ Caffeine

محاسبات:

۳۷۴- جرم برحسب µg (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.

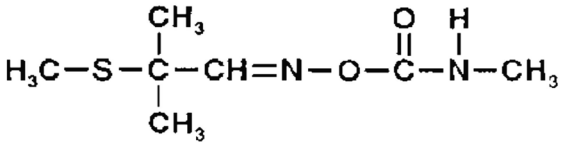
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

آلدیکرب	Aldicarb
فرمول شیمیایی: $C_7H_{14}N_2O_2S$	**CAS**: 116-06-3
وزن مولکولی: ۱۹۰/۳	**RTECS**: UE2275000

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: نقطه ذوب c ۱۰۰-۹۹ ؛ فشار بخار $mmHg^{-5}$×۱۰ ۲/۹ (۳/۹ mPa) در c ˚ ۲۵ ؛ حلالیت در آب g/L ۶ در c ˚ ۲۵

حدمجاز: ACGIH: - NIOSH: - OSHA:-

احتیاطات ویژه:

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.

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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۰۹۸- آلدیکرب؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی

۱۰۹۹- استونیتریل؛ خلوص UV

۱۱۰۰- متانول؛ خلوص HPLC

۱۱۰۱- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

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، >۸۵٪ 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 (±۰/۱)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی

گراد 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 ۱±۱۲- 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 (۰/۱±)۷/۰ 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 ۱لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۰۶- 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.

۱۵۰۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۱ –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 سیانوپروپیل 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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل اتیلن

۱۵۱۴- سرنگ های ۰/۰۱، 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 تترا فنل 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 ۱ L/min – ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۲۴۰ تا ۴۸۰ 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 فلوروواتیلن 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- 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.

۵۶۵- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریبا ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.

۵۶۶- 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:

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، شاهدها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم 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 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.

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 نگهدانده 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).

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 خودکار 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

نکته۱: 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.

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 گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز آلدیکرب مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

2,4-D acid ؛ Nicotine ؛ Carbendazim ؛ Chlorimuron ethyl

محاسبات:

۳۷۶- جرم برحسب µg (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.

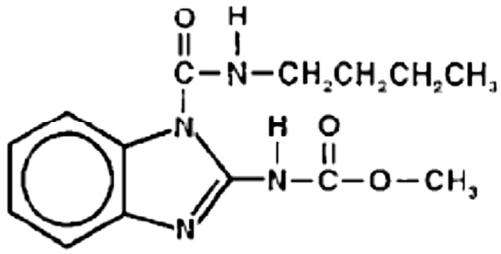
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

بنومیل	Benomyl
فرمول شیمیایی: $C_{14}H_{18}N_4O_3$	**CAS**: 17804-35-2
وزن مولکولی: ۲۹۰/۳۶	**RTECS**: DD6475000

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: فشار بخار کمتر از ۱×۱۰^{-۵}mmHg (۱/۳ mPa) در ۲۵ °c ؛ حلالیت در آب ۶ g/L در ۰/۰۰۲ °c

حدمجاز: **ACGIH**: 10 mg/m^3 **NIOSH**: - **OSHA**:5 mg/m^3

احتیاطات ویژه:

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.

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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۱۱۲- بنومیل؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی

۱۱۱۳- استونیتریل؛ خلوص UV

۱۱۱۴- متانول؛ خلوص HPLC

۱۱۱۵- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

۱۱۱۶- ۱-پروپانول؛ خلوص UV

۱۱۱۷- n-بوتیل ایزوسیانات

۱۱۱۸- 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.

۱۱۱۹- اورتو- فسفریک اسید، >۸۵٪ 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، 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±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰ – ۴ نگه داری کنید.

۱۱۲۱- محلول استوک آنالیز بنومیل، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد بنومیل را در بالن ژوژه های جداگانه به متیلن کلراید اضافه کنید. سپس در دمای ۱± ۱۲- 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقا 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۱۲۵- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 L/min ۱ –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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل 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 تترا فنل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر
Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 µm 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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- 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.

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 فنل اتیلن ۰/۴۵ 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، شاهدها 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 نگهدانده 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).

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 خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): بنومیل
- جداساز: mL ۲ ؛ 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

نکته۱: 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.

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 گرها: 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:

Fenitrothion؛ Oryzalin؛ Metolachlor؛ Alachlor

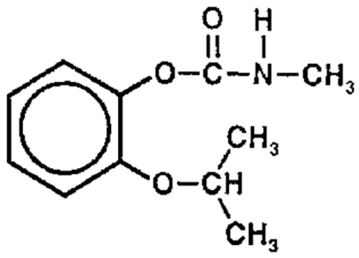
محاسبات:

۳۷۸- جرم برحسب µg (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:

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

پروپوکسور	Propoxur
فرمول شیمیایی: $C_{11}H_{15}NO_3$	**CAS**: 114-26-1
وزن مولکولی: ۲۰۹/۲۷	**RTECS**: FC3150000
ساختارمولکولی: 	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ۹۱/۵ ؛ فشار بخار mmHg ۹/۷۵ (mPa ۱/۳) در c ° ۲۰ ؛حلالیت در آب g/L ۲ در c ° ۲۰	
حدمجاز: **ACGIH**: 0.5 mg/m^3 **NIOSH**: 0.5 mg/m^3 **OSHA**: -	

احتیاطات ویژه:

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.

مواد و محلولهای لازم:

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، >۸۵٪ 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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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 ۱± ۱۲- 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. (۱۲۰ تا ۴۸۰ 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقا قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۱۳۸- 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۱۳۹- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 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.

۱۵۳۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۱ –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 ۴۰۰۰ 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) × 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.

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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل اتیلن

۱۵۴۶- سرنگ های ۰/۰۱، 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 تترا فنل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

(Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 µm 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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 تقریبا 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، شاهدها 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 نگهدانده 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).

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 خودکار 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

نکته۱: 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.

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 گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز پروپوکسور مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Thiodicarb؛ Aminocarb؛ Bendiocarb؛ Carbofuran

محاسبات:

۳۸۰- جرم برحسب µg (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.

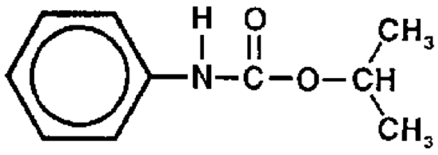
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

پروفام	Propham
فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{13}NO_2$	**CAS**: 122-42-9
وزن مولکولی: ۱۷۹/۲۴	**RTECS**: FD9100000

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: نقطه ذوب c ۹۰ ؛ فشار بخار $۱/۳۵ \times ۱۰^{-۴}$mmHg (۱۸ mPa) در c ° ۲۵ ؛ حلالیت در آب g/L ۰/۲۵ در c ° ۲۵

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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.

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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۱۴۰- پروفام؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی

۱۱۴۱- استونیتریل؛ خلوص UV

۱۱۴۲- متانول؛ خلوص HPLC

۱۱۴۳- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

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، >۸۵٪ 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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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 ۱± ۱۲- 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 ۱±۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقا 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۱۵۳- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 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.

۱۵۵۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۱ –۰/۱ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۵۵۶- 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.

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، ۴/۶ × ۲۵۰ 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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل 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 تترا فنل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 µm 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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- 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.

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 ۰/۴۵ 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، شاهدها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم 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 نگهدانده 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).

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

نکته۱: 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.

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 گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز پروفام مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Siduron ؛Clomazone ؛Diethyl phthalate ؛Thiophanate

محاسبات:

۳۸۲- جرم برحسب µg (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.

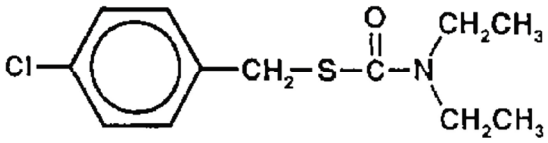
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

تیوبن کرب	Thiobencarb
فرمول شیمیایی: $C_{12}H_{16}ClNOS$	**CAS**: 28249-77-6
وزن مولکولی: ۲۵۷/۸۱	**RTECS**: EZ7260000

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: حلالیت در آب ۰/۰۳ g/L در ۲۰ °c

حدمجاز: –

احتیاطات ویژه:

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.

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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۱۵۴– تیوبن کرب؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی

۱۱۵۵– استونیتریل؛ خلوص UV

۱۱۵۶– متانول؛ خلوص HPLC

۱۱۵۷– آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

۱۱۵۸– ۱–پروپانول؛ خلوص UV

۱۱۵۹– n–بوتیل ایزوسیانات

۱۱۶۰– 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.

۱۱۶۱- اورتو- فسفریک اسید، >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±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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 ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای ۱± ۱۲- 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 ژوژه 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقا 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۱۶۷- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری به استونیتریل اضافه کرده و به حجم برسانید.

وسایل و تجهیزات لازم:

۱۵۷۰- 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.

۱۵۷۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۱ –۰/۱ ، 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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل اتیلن

۱۵۷۸- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و 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 فنل 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 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.

۵۸۰- 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.

۵۸۱- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریبا 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

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 تیوبن کرب بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت تیوبن کرب 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.

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.

- درپوش و حلقه نگهدانده 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 تاز 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:

۵۸۱- 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): 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

نکته۱: 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.

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 گرهای زیادی ممکن است وجود داشته باشند. در آنالیز تیوبن کرب مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Di-n-butyl phthalate ؛Heptanophenone /IS ؛Hexanophenone /IS؛ Chlorpyrifos

محاسبات:

۳۸۴- جرم برحسب µg (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.

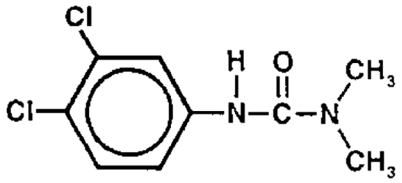
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۳۸۵- محاسبه غلظت (C) تیوبن کرب در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

دیورون	Diuron
فرمول شیمیایی: $C_9H_{10}Cl_2N_2O$	**CAS**: 330-54-1
وزن مولکولی: ۲۳۳/۱۱	**RTECS**: YS8925000

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: نقطه ذوب c ۱۵۹–۱۵۸ ؛ فشار بخار $۳/۱ \times ۱۰^{-۶}$mmHg (۰/۴۱ mPa) در c ° ۵۰ ؛ حلالیت در آب g/L ۰/۰۴۲ در c ° ۲۵

حدمجاز: **ACGIH**: 10 mg/m^3 **NIOSH**: 10 mg/m^3 **OSHA**: -

احتیاطات ویژه:

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.

مواد و محلولهای لازم:

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، >۸۵٪ 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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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 ۱± ۱۲- 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقا 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، ۰/۰۲ TEA-PO4 مولار

۱۱۸۱- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 ۱ L/min –۰/۱ ، 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 نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل اتیلن

۱۵۹۴- سرنگ های ۰/۰۱، 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 تترا فنل 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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- 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.

۵۸۵- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریبا ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.

۵۸۶- 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:

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، شاهدها 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 نگهدانده 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).

اندازه گیری:

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.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): دیورون
- جداساز: mL ۲ ؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
- طول موج: ۲۴۸ نانومتر
- زمان ماند: ۱۷/۶ دقیقه
- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

نکته۱: 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.

۵۸۴- مساحت پیک دیورون 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 دیورون مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

DEET ؛ alpha-Naphthol ؛ Propiophenone /*IS* ؛ Propachlor

محاسبات:

۳۸۶- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دیورون 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.

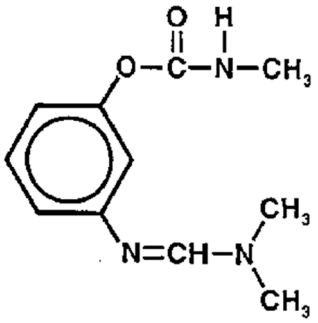
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

فورمتانات	Formetanate
فرمول شیمیایی: $C_{11}H_{16}ClN_3O_2$	**CAS**: 23422-53-9
وزن مولکولی: ۲۵۷/۷۵	**RTECS**: FC2800000

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: نقطه ذوب c ۲۰۲-۲۰۰ ؛ حلالیت در آب بیش از ۵۰٪ به صورت هیدروکلراید

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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.

مواد و محلولهای لازم:

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، >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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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 ۱± ۱۲- 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 دقیقا 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۱۹۵- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 L/min ۱ –۰/۱ ، 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 psi ۴۰۰۰ 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) × 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.

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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل اتیلن

۱۶۱۰- سرنگ های ۰/۰۱، 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 تترا فنل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 µm 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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 تقریبا 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 فنل 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، شاهدها 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 نگهدانده 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).

اندازه گیری:

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 خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): فورمتانات
- جداساز: ۲ mL ؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
- طول موج: ۲۵۴ نانومتر
- زمان ماند: ۷/۷ دقیقه
- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

نکته۱: 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.

۵۸۶- مساحت پیک فورمتانات 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 فورمتانات مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Fenuron ؛ Acetanilide /IS ؛ Sulfometuron methyl ؛ Methomyl

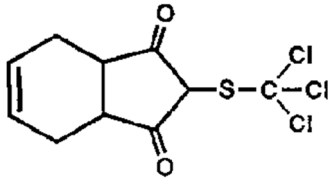
محاسبات:

۳۸۸- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) فورمتانات 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.

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

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

کاپتان	Captan
فرمول شیمیایی: $C_9H_8Cl_3NO_2S$	**CAS**: 133-06-2
وزن مولکولی: ۳۰۰/۶	**RTECS**: GW5075000
ساختارمولکولی: 	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ۱۷۸ ؛ فشار بخار کمتر از ۱×۱۰^{-۵}mmHg (۱/۳ mPa) در c ۲۵ ؛ حلالیت در آب g/L ۰/۰۰۵ در c ۲۵	
حدمجاز: **ACGIH**: 5 mg/m^3 **NIOSH**: 5 mg/m^3 **OSHA**: -	
احتیاطات ویژه: 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.	
مواد و محلولهای لازم: 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، >۸۵٪ 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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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 ۱± ۱۲- 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقا 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۲۰۹- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 L/min ۱ –۰/۱ ، 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 سیانوپروپیل 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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل اتیلن

۱۶۲۶- سرنگ های ۰/۰۱، 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 تترا فنل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر
(Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 µm 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- پیپت هاو 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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- 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.

۵۹۳- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریبا 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 ۰/۴۵ 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 نگهدانده 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).

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 خودکار 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

نکته۱: 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.

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:

Promecarb؛ *Butyrophenone /IS*؛ Mexacarbate؛ SWEP

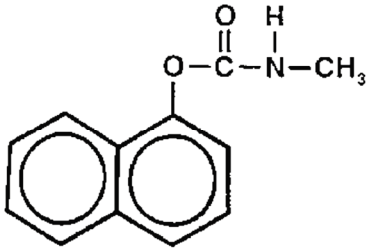
محاسبات:

۳۹۰- جرم برحسب µg (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:

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

کاربریل	Carbaryl
فرمول شیمیایی: $C_{12}H_{11}NO_2$	**CAS**: 63-25-2
وزن مولکولی: ۲۰۱/۲۴	**RTECS** : FC5950000
ساختارمولکولی: 	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ۱۴۲ ؛ فشار بخار کمتر از ۴×۱۰^{-۵}mmHg (۵/۳ mPa) در c ˚ ۲۵؛ حلالیت در آب g/L ۰/۱۲ در c ˚ ۳۰	
حدمجاز: **OSHA**: 5 mg/m^3 **NIOSH**: 5 mg/m^3 **ACGIH**: 5 mg/m^3	
احتیاطات ویژه: از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار کاربریل 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.	
مواد و محلولهای لازم: ۱۲۱۰- کاربریل؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی ۱۲۱۱- استونیتریل؛ خلوص UV ۱۲۱۲- متانول؛ خلوص HPLC ۱۲۱۳- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.	

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، >۸۵٪ 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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰ – ۴ نگه داری کنید.

۱۲۱۹- محلول استوک آنالیز کاربارل، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد کاربارل را در بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای ۱± ۱۲- درجه

سانتی گراد نگهداری کنید. (محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۲۲۰- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک کاربارل 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 کاربارل 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 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، ۰/۰۲ TEA-PO4 مولار

۱۲۲۳- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل اتیلن

۱۶۴۲- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و 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 فنل 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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- 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.

۵۹۷- ویال ها را به صورت انتها به انتها به مدت تقریبا 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 ۰/۴۵ میکرومتری به یک ویال اتوسمپلر ۲ میلی لیتری منتقل کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۵۵۰- زمان های ماند برای کاربارل را با استفاده از ستون و شرایط کروماتوگرافی که برای هر آنالیز انتخاب شده تعیین کنید.

۵۵۱- کالیبراسیون را روزانه از طریق حداقل ۶ استاندارد کاربردی که رنج تجزیه کاربارل 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 کاربارایل بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت کاربارایل 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.

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 نگهدانده 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).

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 خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): کاربابریل
- 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

نکته۱: 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.

۵۹۰- مساحت پیک کاربابریل 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 کاربابریل مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Metalaxyl ؛ Atrazine ؛ Chloroform ؛ Fluometuron

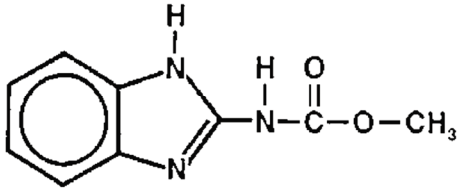
محاسبات:

۳۹۲- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کاربابریل 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) کاربابریل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

کاربندازیم	Carbendazim
فرمول شیمیایی: $C_9H_9N_3O_2$	**CAS**: 10605-21-7
وزن مولکولی: ۱۹۱/۲۱	**RTECS**: DD6500000
ساختارمولکولی: 	
ویژگی ها: نقطه ذوب c ۳۰۷-۳۰۲؛ حلالیت در آب g/L ۰/۰۰۸ در c ˚۲۴	

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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.

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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۲۲۴- کاربندازیم؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی

۱۲۲۵- استونیتریل؛ خلوص UV

۱۲۲۶- متانول؛ خلوص HPLC

۱۲۲۷- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

۱۲۲۸- ۱-پروپانول؛ خلوص UV

۱۲۲۹- n-بوتیل ایزوسیانات

۱۲۳۰- 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.

۱۲۳۱- اورتو- فسفریک اسید، >۸۵٪ وزنی، با درجه خلوص ACS یا بالاتر

۱۲۳۲- 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±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰ – ۴ نگه داری کنید.

۱۲۳۳- 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی گراد نگهداری کنید. (محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۲۳۴- 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقا 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۲۳۷- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 L/min ۱ –۰/۱ ، 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 psi ۴۰۰۰ 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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل 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 تترا فنل 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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 تترا فنل 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، شاهدها 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 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.

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 نگهدانده 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 تاااز 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 خودکار 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

نکته۱: 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.

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:

2,4-D acid؛ Nicotine؛ Chlorimuron ethyl؛ Aldicarb

محاسبات:

۳۹۴- جرم برحسب µg (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.

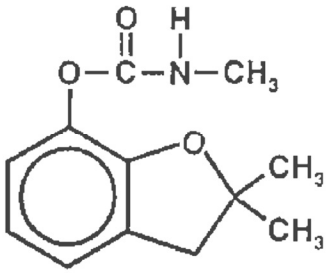
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

کربوفوران	Carbofuran
فرمول شیمیایی: $C_{12}H_{15}NO_3$	**CAS**: 1563-66-2
وزن مولکولی: ۲۲۱/۲۸	**RTECS**: FB9450000

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۵۳-۱۵۰ c ؛ فشار بخار $۲/۳ \times ۱۰^{-۷}$mmHg (۰/۰۳۱ mPa) در ۲۰ c؛ حلالیت در آب ۰/۷ g/L در ۲۵ c

حدمجاز: **ACGIH**: 0.1 mg/m^3 **NIOSH**: 0.1 mg/m^3 **OSHA**: -

احتیاطات ویژه:

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.

مواد و محلولهای لازم:

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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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 ۱± ۱۲- 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقا 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۲۵۱- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 L/min ۱ –۰/۱ ، 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 ۴۰۰۰ 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) × 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.

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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل اتیلن

۱۶۷۴- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و ۲/۵ میلی لیتری؛ ۱- یا ۲/۵ میلی لیتر برای فیلتراسیون نمونه ها

۱۶۷۵- بالن ژوژه ۲، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری

۱۶۷۶- فیلتر سرنگ پلی تترا فنل اتیلن: ۰/۴۵ میکرومتر

Gelman Acrodisc CR PTFE 0.45 µm 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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 تقریبا 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، شاهدها 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 نگهدانده 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).

اندازه گیری:

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 خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): کربوفوران
- جداساز: ۲ mL ؛ ۰/۲٪ حجمی بافر تری اتیل آمین فسفات ۰/۱ مولار در استونیتریل
- زمان ماند: ۱۶/۱ دقیقه
- ستون: NOVA-PAK® C-18, 30 cm x 3.9-mm ID یا انواع مشابه

نکته۱: 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.

۵۹۴- مساحت پیک کربوفوران 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 کربوفوران مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Thiodicarb؛ Aminocarb؛ Propoxur؛ Bendiocarb

محاسبات:

۳۹۶- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کربوفوران 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.

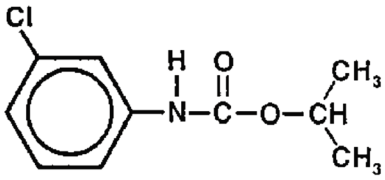
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

کلرپروفام	Chlorpropham
فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{12}ClNO_2$	**CAS**: 101-21-3
وزن مولکولی: ۲۱۳/۶۸	**RTECS**: FD8050000

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: نقطه ذوب c ۴۱/۱-۴۰/۷ ؛ فشار بخار ۲×۱۰^{-۵}mmHg (۲/۷ mPa) در c ° ۳۳

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

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.

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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۲۵۲- کلرپروفام؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی

۱۲۵۳- استونیتریل؛ خلوص UV

۱۲۵۴- متانول؛ خلوص HPLC

۱۲۵۵- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

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، >۸۵٪ 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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی لیتر. تا ۳۰ روز در دمای ۰ – ۴ نگه داری کنید.

۱۲۶۱- محلول استوک آنالیز کلرپروفام، ۵ mg/mL؛ محلول های استاندارد کلرپروفام را در بالن ژوژه های جداگانه به استونیتریل اضافه کنید. سپس در دمای ۱± ۱۲- درجه سانتی

گراد نگهداری کنید. (محلول ها تا ۳۰ روز پایدار می مانند.

۱۲۶۲- محلول استوک کالیبراسیون. محلول های استوک کلرپروفام را در یک بالن ژوژه ترکیب کنید تا بالاترین غلظت استاندارد تولید گردد. (۱۲۰ تا ۴۸۰ میکروگرم بر میلی لیتر پیشنهاد می شود).

۱۲۶۳- محلول های اسپایک کنترل کیفیت: محلول های استوک کلرپروفام 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 دقیقا قبل از زمان spiking نگهداری کنید.

نکته: محلول های spike نباید حاوی استاندارد داخلی باشند.

۱۲۶۴- 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، ۰/۰۲ TEA-PO4 مولار

۱۲۶۵- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 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.

۱۶۸۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۱ –۰/۱ ، 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 سیانوپروپیل 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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل 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 تترا فنل 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 هاو 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 تترا فلوروواتیلن 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 پیپت 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 تقریبا ۴۵ دقیقه و در ۵ تا ۱۰ دور بر دقیقه (RPM) هم بزنید.

۶۱۰- 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:

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، شاهدها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم آنالیز کنید(مراحل ۱ تا ۳ اندازه گیری).
- یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید.(نسبت مساحت پیک کلرپروفام بر مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر غلظت کلرپروفام 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 نگهدانده 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).

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 خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): کلرپروفام
- 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

نکته۱: 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.

۵۹۶- مساحت پیک کلرپروفام 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 کلرپروفام مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Malathion ؛ Barban ؛ Folpet ؛ Toluene

محاسبات:

۳۹۸- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کلرپروفام 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.

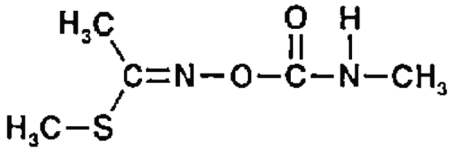
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

متومیل	Methomyl
فرمول شیمیایی: $C_5H_{10}N_2O_2S$	**CAS**: 16752-77-5
وزن مولکولی: ۱۶۲/۲۴	**RTECS**: AK2975000

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: نقطه ذوب c ۷۹-۷۸ ؛ فشار بخار ۵×۱۰^{-۵}mmHg (۶/۷ mPa) در ۲۵ °c ؛ حلالیت در آب g/L ۵۸ در ۲۵ °c

حدمجاز: **OSHA**: - **NIOSH**: 2.5 mg/m^3 **ACGIH**: 2.5 mg/m^3

احتیاطات ویژه:

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.

مواد و محلولهای لازم:

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.

۱۲۷۰- ۱-پروپانول؛ خلوص UV

۱۲۷۱- n-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، >۸۵٪ 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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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 ۱± ۱۲- 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 ۱± ۱۲- 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، TEA-PO4 ۰/۰۲ مولار

۱۲۷۹- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل اتیلن

۱۷۰۶- سرنگ های ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۱، ۱ و 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 فنل 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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 ۲/۵ یا ۵ میلی لیتری یا پیپت 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 تقریبا 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 فنل اتیلن ۰/۴۵ 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، شاهدها و نمونه های کنترل آزمایشگاهی را باهم 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 نگهدانده 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 تاز 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 خودکار 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

نکته۱: 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 برحسب µg (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.

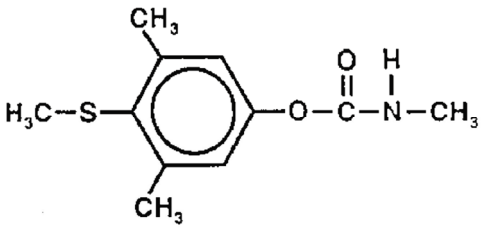
نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

متیوکرب	Methiocarb
فرمول شیمیایی: $C_{11}H_{15}NO_2S$	**CAS**: 2032-65-7
وزن مولکولی: ۲۲۵/۳۴	**RTECS**: FC5775000

ساختارمولکولی:



ویژگی ها: نقطه ذوب ۱۲۱/۵ c ؛ فشار بخار $۲/۷ \times ۱۰^{-۷}$mmHg (۰/۰۳۶ mPa) در ۲۵ °c ؛ نامحلول در آب

حدمجاز: -

احتیاطات ویژه:

از تماس پوستی و استنشاق بخار یا گرد و غبار متیوکرب 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.

مواد و محلولهای لازم:

۱۲۸۰- متیوکرب؛ استاندارد داخلی استانیلید و استوفنون؛ درجه خلوص آزمایشگاهی

۱۲۸۱- استونیتریل؛ خلوص UV

۱۲۸۲- متانول؛ خلوص HPLC

۱۲۸۳- آب مقطر دیونیزه شده؛ ASTM نوع II.

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، >۸۵٪ 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 (۰/۱±)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 ۱± ۱۲- 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 برمیلی 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 ۱± ۱۲- درجه

سانتی 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 ۱± ۱۲- درجه سانتی گراد تا دقیقا 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 (۰/۱±)۷/۰ تنظیم کنید. غلظتهای نهایی: ۲٪ ۱- پروپانول، ۰/۰۲ TEA-PO4 مولار

۱۲۹۳- فاز متحرک B. ۲۰ میلی لیتر از ۱-پروپانول را در یک بالن ژوژه ۱لیتری 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 ۱ L/min –۰/۱ ، 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 نمونگیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلی تترا فنل 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 تترا فنل 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- پیپت 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 ۱ L/min – ۰/۱ 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 نگدارنده پلی تترا فلوروواتیلن 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 نگهدانده 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).

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 خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): متیوکرب
- 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

نکته۱: 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.

۶۰۰- مساحت پیک متیوکرب 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 متیوکرب مداخله گرهای زیر را می توان برشمرد:

Desmedipham؛ Phenmedipham؛ Linuron؛ BDMC /IS

محاسبات:

۴۰۲- جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متیوکرب 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) متیوکرب در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

مراجع

1.www.cds.gov/niosh/docs/2003-154/method-ihtml
Niosh manual of analytical methods
2.www.worksafebc.com
Guide lines part 5-contorolling exposure
3.www.translationdirectory.com
Common and trade names of chemical

Tehran University of Medical Sciences
Institute for Environmental Research

Islamic Republic of Iran
Ministry of Health and Medical Education
Environmental and Occupational Health Center

A Guide to Recognition and Evaluation of Chemical Agents in the Work Environment

2050202- 0908- 1

Autumn 2012