|  |  |
| --- | --- |
| **متیل استالدهید** | **Methyl acetaldehyde** |
| **فرمول شیمیایی**: CH3-CH2-CHO**وزن مولکولی**: 09/58 | **CAS** : 123-38-6**RTECS** : UE0350000 |
| **اسامی مترادف**: پروپانال؛ پروپیل آلدهید؛ پروپیونالدهید؛ پروپالدهید؛ پروپیلیک آلدهید |
| **ویژگی ها**: نقطه ذوب ˚c 49 ؛ دانسیته g/mL 807/0 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **-** |
| **احتیاطات ویژه**: متیل استالدهید محرک پوست و چشم است. شواهد قطعی برای سرطانزایی متیل استالدهید موجود نیست. متیل استالدهید با اکسیدکننده های قوی و مواد آتش زا ناسازگار است (FP= - 17.8 ˚C) .بطری آن پس از استفاده باید توسط نیتروژن پاکسازی شود. هنگام کار کردن با متیل استالدهید از هود استفاده کنید. معرف DNPH و متیل استالدهید حساسیت زا هستند. همچنین DNPH سرطانزای قطعی است. استونیتریل سمی است و خطر حریق دارد (FP= - 12.8 ˚C). |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-متیل استالدهید با خلوص 99% ≤ ؛ (تامین آن از کمپانی Supelco یاAldrich Chemical)
2. استونیتریل؛ خلوص بالا برای HPLC ؛ حاوی مقادیر کم کربونیل
3. محلول استوک کالیبراسیون؛ 10 میلی گرم مشتق دی نیتروفنیل هیدرازین-متیل استالدهید را با دقت وزن کرده و در بالن ژوژه 10 میلی لیتری با استونیتریل به حجم برسانید. در دمای ˚c 5 به مدت 30 روز یا کمتر در سیلندر مخصوص گاز قابل نگهداری است.
4. متیل استالدهید، با خلوص 99%
5. آب مقطر دیونیزه
6. محلول استوک متیل استالدهید mg/mL 4/2؛ µL 154 متیل استالدهید 97% را به 35 میلی لیتر استونیتریل در بالن ژوژه 50 میلی لیتری اضافه کنید و محلول را به حجم برسانید. محلول را طی 30 دقیقه آماده کنید.
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: هولدر پلاستیکی حاوی 35/0 گرم سیلیکاژل µm 250 – 150 (100 – 60 مشی) که با 1 میلی گرم 2,4- دی نیتروفنیل هیدرازین، اسیدی شده است. فشار هوای عبوری در دبی L/min 5/1 باید کمتر از kPa 7 (28 اینچ آب) باشد. نمونه بردار در بازار موجود می باشد (S10 LpDNPH cartridge, cat. No. 2-1014 یا Sep-Pak XPoSure Aldehyde Sampler, part No. WAT047205 ).
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 5/1 – 1/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز UV، ثبت کننده نمودار، وستون
4. ویال های شیشه ای، 4 و 20 میلی لیتری با درپوش غشایی پیچ دار PTFE مخصوص هوا
5. سرنگ های 100 و 500 میکرولیتری و 10 میلی لیتری
6. بالن ژوژه 5 ، 10 و 50 میلی لیتری
7. حذف کننده ازن (اختیاری) ، تامین از کمپانی Waters Corp., Milford, MA
8. فویل آلومنیومی یا چسب برق مشکی (اختیاری)
 |
| **نمونه برداری**: 1. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. می توانید یک حذف کننده ازن به ورودی پمپ وصل کنید، هر چند که این متد در حضور حذف کننده ازن ارزیابی نشده است.
2. بسته نمونه بردار را باز کرده و درپوشدو انتهای آن را بردارید.
3. نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار Waters Corp دو طرفه بوده و می توانید آن را از هر طرف به نمونه بردار وصل کنید.

در صورتیکه نمونه برداری در حضور نور شدید انجام می شود، بستر سیلیکاژل همراه با DNPH را در نمونه بردار بپوشانید. در صورت امکان آن بخش از نمونه بردار را با فویل آلومنیومی یا چسب برق مشکی پوشش دهید. 1. نمونه برداری را در دبی بین L/min 5/1 – 1/0 برای عبور حجم هوای 1 تا 15 لیتر انجام دهید.
2. درپوش انتهای نمونه بردار را گذاشته و آنرا بپوشانید. نمونه ها را از گرما دور نگه دارید.
3. نمونه را در دمای پایین (˚c 5 – 0) به آزمایشگاه انتقال دهید. نمونه های شاهد را در ظرف دیگری انتقال دهید.
 |
| **آماده سازی**:1. مشتق متیل استالدهید را توسط 10 میلی لیتر استونیتریل از کارتریج نمونه بردار بشوئید و خروجی هر نمونه بردار را به بالن ژوژه 10 میلی لیتری منتقل کنید.
2. نمونه ها را با استونیتریل به حجم 10 میلی لیتر برسانید.

نکته: مقدار کربونیل موجود در استونیتریل را می توان از طریق عبور دادن حلال از یک کارتریج سیلیکاژل پوشیده شده با DNPH و آنالیز توسط HPLC تعیین کرد. |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره 89/0 تا بیشتر 150 میکروگرم متیل استالدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* غلظت مشتق DNPH-متیل استالدهید را در محلول استوک کالیبراسیون محاسبه کنید (تقریبا g/mLµ 1000). غلظت متیل استالدهید را از طریق ضرب کردن غلظت غلظت مشتق DNPH-متیل استالدهید در 244/0 (حاصل تقسیم وزن مولکولی متیل استالدهید بر وزن مولکولی مشتق DNPH-متیل استالدهید) بدست آورید.
* یک سری محلول استاندارد کاربردی در گستره µg/mL 10 (یا 20) - 01/0 آماده کنید. استانداردهای کاربردی در صورتی که در جای تاریک و در دمای ˚c 5 نگهداری شوند، تا 1 ماه پایدار خواهند بود. البته بهتر است که استانداردها به صورت هفتگی آماده شوند.
* 3 میلی لیتر محلول استاندارد کاربردی را به ویال 4 میلی لیتری انتقال داده و آنالیز کنید (مراحل 1- 3 اندازه گیری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم متیل استالدهید).
1. میزان بازیافت (R) متیل استالدهید از نمونه بردار را تعیین کنید. سه نمونه بردار در هر پنج غلظت انتخابی بعلاوه سه شاهد آماده کنید. بازیافت مورد انتظار برای متیل استالدهید 100% است.
* یک سری محلول استوک در گستره 50 تا 100 میکروگرم بر میلی لیتر در ویال 20 میلی لیتری آماده کنید. در پوش ویال ها را محکم ببندید. آماده سازی را در زمان 30 دقیقه انجام دهید.
* بستر نمونه بردار را آماده کنید. توسط سرنگ 100 میکرولیتری 20 تا 90 میکرولیتر متیل استالدهید را بکشید. وسط شیشه ورودی نمونه بردار را توسط سر سرنگ سوراخ کنید و محلول را به مرکز لوله تزریق کنید. تزریق بیشتر از 90 میکرولیتر می تواند موجب شود شود واکنش متیل استالدهید با DNPH کامل نشود.
* نمونه های استوک را آماده کنید (مرحله 1 آماده سازی)
* 3 میلی لیتر محلول را به ویال 4 میلی لیتری انتقال داده و به همراه استاندارهای کاربردی آنالیز کنید (مراحل 1- 3 اندازه گیری).
* نموداری از ارتفاع پیک در برابر غلظت متیل استالدهید (µg/sample) ترسیم کنید.
* برای محاسبه میزان بازیافت، غلظت متیل استالدهید بازیافت شده را بر غلظت متیل استالدهید تزریق شده تقسیم کنید.
* نموداری از میزان بازیافت در برابر µg متیل استالدهید بازیافت شده ترسیم کنید.
1. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار بازیافت تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): مشتق 2,4-دی نیتروفنیل هیدرازین-متیل استالدهید
* جداسازی: استونیتریل فاقد کربونیل
* حجم تزریق: 20 میکرولیتر
* آشکارساز: UV (360 نانومتر)
* فاز متحرک: استونیتریل (54%) / آب (46%)
* ستون: فولاد ضدزنگ
1. بخشی از نمونه آماده شده (مرحله 1 آماده سازی) را به ویال 4 میلی لیتری منتقل کرده و درپوش ویال را ببندید.
2. 20 میکرولیتر محلول را به HPLC تزریق کنید.
3. مساحت یا ارتفاع پیک را بدست آورید.

نکته1: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، باقیمانده محلول را رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. برای اطمینان از اعتبار نمونه ها، نمونه هایی را که حاوی بیش از 183 میکروگرم متیل استالدهید است تعیین کنید. چرا که توانایی نمونه بردار در جمع آوری این نمونه ها باللاتر است.
 |
| **مداخله گرها**: هنگام مصرف 2,4-دی نیتروفنیل هیدرازین (2,4-DNPH) به عنوان معرف مشتق شده از فرمالدهید، ازن مشاهده شده است که ممکن است مشتقات دیگر متیل استالدهید- DNPH را بکاهد. در ورودی نمونه بردار جهت حذف ازن از هوا حذف کننده ازن مورد نیاز است. این حذف کننده ممکن است شامل گرانول های یدید پتاسیم برای حذف ازن از اکسیژن باشد. کتون ها و آلدهیدهای دیگر می توانند با 2,4-DNPH واکنش دهند. هر چند عموما بوسیله کروماتوگرافی جدا می شوند.  |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg متیل استالدهید موجود در نمونه اصلی (W) و شاهد (B) را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.
2. با استفاده از فرمول زیر غلظت متیل استالدهید (C) را در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر بدست آورید:

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