|  |  |
| --- | --- |
| **متیل سِلوسُلو** | **methyl cellosolve** |
| **فرمول شیمیایی**: HOCH2CH2OCH3**وزن مولکولی**: 09/76 | **CAS** : 109-86-4**RTECS** : KL5775000 |
| **اسامی مترادف**: 2-متوکسی اتانول ؛ اتیلن گلیکول مونو متیل اتر؛ EGME  |
| **ویژگی ها**:نقطه جوش ˚c 124 ؛ فشار بخار mmHg 6 (kPa 8/0) در ˚c 25 ؛دانسیته g/mL 966/0 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:25 ppm(skin) **NIOSH**: 0.1 ppm(skin) **ACGIH**: 5 ppm(skin)  |
| **احتیاطات ویژه**: متیلن کلراید سرطان زا است. متانول به شدت قابل اشتعال است. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. متیلن کلراید؛ با خلوص HPLC.
2. متانول ؛ با خلوص HPLC.
3. حلال جداسازی؛ متیلن کلراید (با خلوص HPLC) حاوی 5% متانول
4. متیل سلوسلو؛ خلوص آزمایشگاهی
5. هلیوم، خالص و تصفیه شده
6. هیدروژن، تصفیه شده
7. هوای،فشرده، خالص و تصفیه شده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 7، قطر خارجی mm 6 و قطر داخلی mm 4؛ که انتهاهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: mg 150، قسمت عقبی: mg 100) که توسط یک لایه 2میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 05/0 – 01/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
4. ویال های شیشه ای نمونه گیری خودکار، 11 میلی متری، با درپوش پیچ دار
5. سرنگ های 10و 25 میکرولیتری و 1 میلی لیتری
6. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
 |
| **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.
2. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
3. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 05/0 – 01/0 برای عبور حجم هوای 6 تا 50 لیتر انجام دهید.

نکته: حداکثر دبی عبوری برای متیل سلوسلو L/min 2/0 است.1. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله را به ویال محتوی بخش جلویی لوله انتقال دهید و فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 از حلال جداسازی را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فورا ببندید.
3. ویال های حاوی نمونه را به مدت 30 دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم برای افزایش گستره منحنی کالیبراسیون، استانداردهای دیگری را آماده کنید.
* مقدار مشخصی از آنالیت (متیل سلوسلو) را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با حلال به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم متیل سلوسلو).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.
* سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* چند دقیقه برای ایجاد تعادل منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل 1-3 آماده سازی) و به همراه استانداردها و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم متیل سلوسلو بازیافت شده ترسیم کنید.
1. 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**:1. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس 1 میکرولیتر از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): متیل سلوسلو
* جداساز: mL 1 متیلن کلراید به همراه 5% متانول
* دمای تزریق: C ْ 225
* دمای آشکارساز:C ْ 300
* دمای ستون: C ْ 40 (1 دقیقه) تا C ْ 200 C/min) ْ 12)
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 3-5/2)
* ستون: موئین، ازجنس سیلیکا

نکته1: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: - |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متیل سلوسلو موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: اگر Wb>Wf/10 ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.1. محاسبه غلظت (C) متیل سلوسلو در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{\left( W\_{f}+ W\_{b}- B\_{f}- B\_{b} \right)}{V} , mg/m^{3}$$ |