|  |  |
| --- | --- |
| **3- متیل-1-بوتانول** | **3-methyl-1-butanol** |
| **فرمول شیمیایی**: (CH3)2CHCH2CH2OH ؛ C5H12O**وزن مولکولی**: 15/88 | **CAS** : 123-51-3**RTECS** : EL5425000 |
| **اسامی مترادف**: ایزوآمیل الکل ؛ ایزو بوتیل کربینول؛ ایزوپنتیل الکل |
| **ویژگی ها**:نقطه جوش ˚c 132 ؛ فشار بخار mmHg 28 (kPa 7/3) در ˚c 25 ؛دانسیته g/mL 813/0 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:100 ppm **NIOSH**: 100 ppm, 125 ppm STEL (skin)  **ACGIH**: 100 ppm, 125 ppm STEL  |
| **احتیاطات ویژه**: کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است (c ْ 30- = نقطه اشتعال). همیشه در زیر هود با آن کار کنید. پروپانول، هگزان و هپتان قابل اشتعال هستند و آماده سازی آنها باید در زیر هود صورت گیرد. از دستکش، عینک ایمنی و لباس حفاظتی مناسب استفاده کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی)
2. 2-پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی
3. هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی
4. هپتان؛ خلوص کروماتوگرافی
5. حلال جداسازی: کربن دی سولفید به همراه 5% حجمی 2-پروپانول و 05/0 % حجمی هگزان به عنوان استانداردهای داخلی.

نکته: 1/0 حجمی n-آن دکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب می توانند مورد استفاده قرار گیرند.1. آنالیت (3- متیل-1-بوتانول)
2. محلول استوک ؛ mg/mL 100 ؛ محلول 3- متیل-1-بوتانول را در هپتان آماده کنید.
3. نیتروژن، خالص
4. هیدروژن، خالص
5. هوای، فشرده 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 100، قسمت عقبی: mg 50) که توسط یک لایه 2میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. فشار هوای عبوری از لوله ها در دبی L/min 1 نباید از kPa 4/3 بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 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، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های 10 میکرولیتری با درجه بندی 1/0 میکرولیتری
6. بالن ژوژه 2 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 2/0 – 01/0 برای عبور حجم هوای 1 تا 10 لیتر انجام دهید.
4. 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 و فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فورا ببندید.
3. ویال ها را به مدت 30 دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی نمونه ها را پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از آنالیت (3- متیل-1-بوتانول) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی 2 میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم 2 میلی لیتر برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک 3- متیل-1-بوتانول به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم 3- متیل-1-بوتانول).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک استاندارد را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل 1-3 آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم 3- متیل-1-بوتانول 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 بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): 3- متیل-1-بوتانول
* جداساز: mL 1 کربن دی سولفید به همراه 5% 2-پروپانول
* دمای تزریق: C ْ 220
* دمای آشکارساز:C ْ 300 - 250
* دمای ستون: C ْ 35 (7دقیقه)؛ تا C ْ 60 (C/min ْ 5)، 5 دقیقه حفظ شود؛ تا بیشتر از C ْ 120 (C/min ْ 10)، 3 دقیقه حفظ شود
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 4)
* ستون: موئین، از جنس سیلیکا

نکته1: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک 3- متیل-1-بوتانول را بر مساحت پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.
 |
| **مداخله گرها**: - |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) 3- متیل-1-بوتانول 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) 3- متیل-1-بوتانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{\left( W\_{f}+ W\_{b}- B\_{f}- B\_{b} \right)}{V} , mg/m^{3}$$NOTE: g/L = mg/m3 |