|  |  |
| --- | --- |
| **3-متیل-3-هپتانون** | **5-Methyl-3-heptanone** |
| **فرمول شیمیایی**: CH3CH2COCH2CH(CH3) CH2CH3; C8H16O**وزن مولکولی**: 22/122 | **CAS** : 541-85-5**RTECS** : MJ7350000 |
| **اسامی مترادف**: اتیل آمیل کتون |
| **ویژگی ها**: - |
| **حدمجاز**: **NIOSH**:25 ppm **ACGIH**: 25 ppm **OSHA**: 25 ppm  |
| **احتیاطات ویژه**: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = ˚c 30-). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. حلال: کربن دی سولفید (CS2) ،(خلوص گازکروماتوگرافی)؛ با 1% حجمی متانول (خلوص گازکروماتوگرافی)
2. آنالیت (3-متیل-3-هپتانون) ، خلوص گازکروماتوگرافی
3. نیتروژن؛ خالص
4. هیدروژن؛ خشک
5. هوا؛ 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 تهیه شده از پوست نارگیل در ˚c 600 (قسمت جلویی: mg 100، قسمت عقبی: mg 50) که توسط یک لایه 2 میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه 3 میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی L/min 1 نباید از kPa 4/3 (mmHg 7/5) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 02/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
3. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.
4. ویال شیشه ای 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های 10 میکرولیتری (با درجه بندی 1/0 میکرولیتری).
6. پیپت ؛ 1 میلی لیتری
7. 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 2/0 – 01/0 برای عبور حجم هوای 1 تا 25 لیتر انجام دهید.
4. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را 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 کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را 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 05/0 تا 5 میلی گرم 3-متیل-3-هپتانون را درهر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از 3-متیل-3-هپتانون را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از 3-متیل-3-هپتانون)
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر بچ از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله 1 کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
* بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از 3-متیل-3-هپتانون را مستقیما به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
* درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* محلول فوق را جداسازی کرده (مرحله1 تا 3 آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله 1و 2 اندازه گیری).
1. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی 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-3-هپتانون
* جداساز: mL 1 کربن دی سولفید به همراه 1% حجمی متانول
* دمای تزریق:C ْ200
* دمای آشکارساز:C ْ300
* دمای ستون:C ْ100 تا C ْ200 در ˚c/min 10
* حجم تزریق: µL5
* گاز حامل: نیتروژن N2 یا هلیوم؛ mL/min 30
* ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلیmm 3 (10% FFAP on 80/100 Chromosorb W-AW)

نکته: 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.
 |
| **مداخله گرها**:مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند m 10% SP-2100/0.1% Carbowax 1500 on Supelcoport 100/120 یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد. |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) 3-متیل-3-هپتانون 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-3-هپتانون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{\left( W\_{f}+ W\_{b}- B\_{f}- B\_{b} \right)}{V}× 10^{3} , mg/m^{3}$$ |