|  |  |
| --- | --- |
| **متیلن کلراید** | **methylene chloride** |
| **فرمول شیمیایی**: CH2Cl2**وزن مولکولی**: 94/84 | **CAS** : 75-09-2**RTECS** : PA8050000 |
| **اسامی مترادف**: دی کلرومتان؛ متیلن دی کلراید |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 40 ؛ نقطه ذوب ˚c 95- ؛ فشار بخار mmHg 349 (kPa 47) در ˚c 25 ؛ دانسیته g/mL 323/1 در ˚c 20؛ غیر قابل اشتعال |
| **حدمجاز**: **OSHA**:25 ppm; 25 ppm STEL  **NIOSH**: lowest feasible; carcinogen  **ACGIH**: 50 ppm; suspect carcinogen  |
| **احتیاطات ویژه**: کربن دی سولفید سمی بوده و شدیدا قابل انفجار و انفجار است (نقطه اشتعال 30- درجه سانتیگراد). متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است. از پوشش حفاظتی مناسب استفاده کرده و فقط در زیر هود دارای سیستم تهویه مناسب با آنها کار کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. متیلن کلراید؛ خلوص کروماتوگرافی
2. کربن دی سولفید؛ خلوص کروماتوگرافی
3. هلیوم، خالص
4. هیدروژن، خالص
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 دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ذغال 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. 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. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC #226-01, Supelco ORBO-32s یا انواع مشابه).
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 اتوسمپلر، با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های 10 میکرولیتری و سایر اندازه های مناسب (در صورت لزوم)، با درجه بندی 1/0 میکرولیتری
6. بالن ژوژه در اندازه های مختلف
7. پیپت در اندازه های مختلف
 |
| **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 5/0 تا 5/2 لیتر انجام دهید.
4. بخش جلویی و عقبی نمونه بردار را برای جلوگیری از انتقال متیلن کلراید به بخش عقبی، از هم جدا کنید. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 از کربن دی سولفید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

نکته: در اثر افزودن کربن دی سولفید گرمای زیادی ایجاد می شود. برای جلوگیری از تقلیل نمونه، قبل از بکارگیری کربن دی سولفید آن را خنک کنید. 1. ویال ها را به مدت 30 دقیقه رها کرده و برای تسهیل در جداسازی گهگاهی آن را تکان دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 4/1 تا 2600 میکروگرم متیلن کلراید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از متیلن کلراید را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم برسانید.

نکته: می توانید یک استاندارد داخلی مانند 2-بوتانول یا هگزان را به کربن دی سولفید اضافه کنید. * محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم متیلن کلراید).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر شش غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
* مقدار مشخصی از متیلن کلراید را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* چند دقیقه منتظر بمانید تا تعادل با هوای محیط برقرار شود، سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* نمونه ها را واجذب کرده (مراحل 1-3 آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکروگرم متیلن کلراید 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): متیلن کلراید
* جداساز: mL 1 کربن دی سولفید
* حجم تزریق: µL 1
* دمای تزریق: C ْ 250
* دمای آشکارساز:C ْ 300
* دمای ستون: C ْ 80 تا C ْ 150 (C/min ْ 10)
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 4/2)
* ستون: موئین، پروپیلن گلیکول؛ Stabilwax

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.
 |
| **مداخله گرها**: هر ترکیبی که زمان ماند آن در ستون گازکروماتوگرافی مشابه متیلن کلراید باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در رطوبت های بالا ظرفیت لوله ذغال فعال کاهش می یابد.  |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متیلن کلراید 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) متیلن کلراید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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