|  |  |
| --- | --- |
| **کربولیک اسید** | **carbolic acid** |
| **فرمول شیمیایی**: C6H5OH**وزن مولکولی**: 11/94 | **CAS** : 108-95-2**RTECS** : SJ3325000 |
| **اسامی مترادف**: فنول؛ هیدروکسی بنزن  |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 182؛ نقطه ذوب ˚c 41؛ فشار بخار mmHg 35/0 (Pa 47) در ˚c 25؛ دانسیته g/mL 071/1 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**: - **NIOSH:** 5 ppm, 15.6 ppm/15 min C (skin) **ACGIH**: - |
| **احتیاطات ویژه**: کربولیک اسید موجب سوختگی های شدید می شود. در صورت جذب پوستی، تنفسی و گوارشی سمی است. فقط در زیر هود با آن کار کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. متانول؛ با خلوص کروماتوگرافی
2. N-هگزان
3. کربولیک اسید
4. محلول استاندارد کالیبراسیون، mg/mL 4/10؛ 104 میلی گرم کربولیک اسید را با n-هگزان به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
5. نیتروژن، خالص
6. هیدروژن، خالص
7. هوای تصفیه شده و فشرده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 11، قطر خارجی mm 6 و قطر داخلی mm 4؛ حاوی دو بخش 20/40 مشی XAD-7 (قسمت جلویی: mg 100، قسمت عقبی: mg 50) که توسط یک لایه 2 میلی متری پشم شیشه از هم جدا شده اند.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 1/0 – 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 10 میلی لیتری
7. پیپت 10 میلی لیتری
8. حمام التراسونیک
 |
| **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 1/0 – 01/0 برای عبور حجم هوای 5 تا 24 لیتر انجام دهید.
4. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش جلویی (به همراه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. بقیه را دور بیندازید.
2. mL 2 متانول به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.
3. ویال ها را به مدت 30 دقیقه در حمام التراسونیک قرار دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی در گستره ی µg 800 – 1 کربولیک اسید کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از کربولیک اسید را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با متانول 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 کربولیک اسید).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله جاذب مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی را به همراه سه شاهد آماده کنید.
* محتوی بخش عقبی لوله را از نمونه بردار شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون 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 استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکروگرم کربولیک اسید 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): کربولیک اسید
* جداساز: mL 2 متانول
* دمای تزریق: C ْ 250
* دمای آشکارساز:C ْ 300
* دمای ستون: C ْ 160 تا C ْ 225 (C/min ْ 3)
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 1)
* ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول 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) کربولیک اسید 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) کربولیک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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