|  |  |
| --- | --- |
| **فرمالدهید** | **formaldehyde** |
| **فرمول شیمیایی**: H2C=0**وزن مولکولی**: 03/30 | **CAS** : 50-00-0**RTECS** : LP8925000 |
| **اسامی مترادف**: متانال؛ فرمالین؛ متیلن اکساید |
| **ویژگی ها**: گاز؛ نقطه جوش ˚c 5/19 ؛ فشار بخار 067/1 (هوا=1) ؛ گستره انفجار 7 تا 73 درصد حجمی در هوا |
| **حدمجاز**: **OSHA**: 0.75 ppm; 2 ppm STEL  **NIOSH**: 0.016 ppm; 0.1 ppm C; carcinogen **ACGIH**: 0.3 ppm C; suspected human carcinogen  |
| **احتیاطات ویژه**: فرمالدهید سرطانزای شغلی است.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. تولوئن ؛ خلوص کروماتوگرافی
2. 2-(هیدروکسی متیل)پیپریدین؛ چندین بار از ایزواکتان کریستالیزه شده تا اینکه 1 پیک اصلی (بالای 95%) در آنالیز GC بدهد. در دسیکاتور نگهداری شود.
3. محلول فرمالین 37%
4. محلول استوک فرمالدهید، mg/mL 1
5. اسید سولفوریک 02/0 نرمال
6. هیدروکسید سدیم 01/0 نرمال
7. سولفیت سدیم (Na 2SO3) 13/1 مولار؛ قبل از استفاده سریعا آماده شود
8. اب مقطر دیونیزه
9. هیدروژن، خالص
10. هلیوم، خالص
11. هوا، تصفیه شده
12. سولفات منیزیم
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 10، قطر خارجی mm 6 و قطر داخلی mm 4؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش XAD-2 آغشته شده به 2-(هیدروکسی متیل)پیپریدین (قسمت جلویی: mg 120، قسمت عقبی: mg 60) که توسط یک لایه پشم شیشه از هم جدا شده و ثابت نگه داشته شده است.. فشار هوای عبوری از لوله در دبی L/min1/0 نباید از kPa 760 بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (Supelco ORBO-23; SKC 226-118 یا انواع مشابه).
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. حمام اولتراسونیک
5. ویال های شیشه ای، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
6. بالن ژوژه 10 ، 25 و 50 میلی لیتری
7. سرنگ های 10 میلی لیتری (با درجه بندی 1/0 میلی لیتری) ، 25 و 50 میلی لیتری
8. پیپت 1 و 2 و 10 میلی لیتری
9. سوهان
10. بشر 50 میلی لیتری
11. PH سنج
12. همزن مغناطیسی
13. بورت 50 میلی لیتری
14. بالن ته گرد 100 میلی لیتری
15. دستگاه استخراج سوکسله
16. کوره خلا
17. دستگاه تقطیر
 |
| **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 1 تا 36 لیتر انجام دهید.

نکته: در طول زمان نمونه برداری فرمالدهید در بستر جاذب با 2-(هیدروکسی متیل)پیپریدین واکنش می دهد. دبی پایین برای تسهیل در واکنش در نظر گرفته شده است. اگر از دبی بیشتر از L/min 1/0 استفاده کنید امکان نشت و از دست رفتن نمونه وجود دارد.1. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. توسط سوهان بر روی نمونه بردار در جلوی قسمت اول جاذب علامت بگذارید.
2. نمونه بردار را از قسمت علامت گذاری شده بشکنید، محتوی بخش جلویی لوله جاذب و لایه پشم شیشه جلویی را در ویال قرار دهید.
3. محتوی بخش عقبی لوله جاذب و باقیمانده پشم شیشه را در ویال دیگری قرار دهید.
4. mL 1 تولوئن به هر کدام از ویال ها افزوده و درپوش آن را محکم ببندید.

نکته: می توانید یک استاندارد داخلی مناسب مانند دی متیل فرمامید (µL/mL 1) را نیز اضافه کنید.1. ویال ها را به مدت 1 ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 3 تا 200 میکروگرم فرمالدهید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* 120 میلی گرم جاذب آغشته شده به 2-(هیدروکسی متیل)پیپریدین را به یک ویال 4 میلی لیتری دارای درپوش غشایی خودبند انتقال دهید.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد فرمالدهید را در 6 غلظت مختلف به ویال ها افزوده و به مدت 1 شب آن را در دمای اتاق رها کنید. برای رسیدن به گستره غلظت مورد نظر، محلول استاندارد کالیبراسیون را چندین مرحله رقیق کرده و به جاذب انتقال دهید.
* محلول فوق را واجذب کرده (مراحل 1 تا 3 آماده سازی) و به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم فرمالدهید).
1. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، 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): مشتق اگزازولیدین - فرمالدهید
* جداساز: mL 1 تولوئن
* حجم تزریق: 1 میکرولیتر
* زمان ماند مشتق اگزازولیدین – فرمالدهید: 4/6 دقیقه
* زمان ماند 2-(هیدروکسی متیل)پیپریدین: 4/9 دقیقه
* دمای تزریق: C ْ 250
* دمای آشکارساز:C ْ 300
* دمای ستون: C ْ 70 (1دقیقه)، C/min ْ 15 تا C ْ 240 (10 دقیقه حفظ شود)
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 2- 1)
* ستون: موئین، DB-Wax یا انواع مشابه

نکته1: اگر مقدار اگزازولیدین بیشتر از حد ظرفیت ستون بود، با تولوئن رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: میست های اسیدی می توانند جاذب را غیر فعال کرده که منجر می شود به کاهش کارایی جاذب در جمع آوری فرمالدهید.  |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) مشتق اگزازولیدین - فرمالدهید موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه بردار اصلی را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.

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) فرمالدهید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{W\_{f}+ W\_{b}}{V} , mg/m^{3}$$ |