|  |  |
| --- | --- |
| **فورفورال** | **furfural** |
| **فرمول شیمیایی**: C5H4O2**وزن مولکولی**: 09/96 | **CAS** : 98-01-1**RTECS** : LT7000000 |
| **اسامی مترادف**: 2-فورآلدهید؛ 2-فوران کربوکسالدهید |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 162 ؛ نقطه ذوب ˚c 36- ؛ فشار بخار mmHg 2 (kPa 26/0) در ˚c 20 ؛ دانسیته g/mL 16/1 در ˚c 20؛ گستره انفجار 1/2 تا 3/19 درصد حجمی در هوا |
| **حدمجاز**: **OSHA**:5 ppm (skin) **NIOSH**: - **ACGIH**: 2 ppm (skin)  |
| **احتیاطات ویژه**: فورفورال می تواند موجب تحریک غشای مخاطی شده و بر سیستم عصبی مرکزی اثرگذار است. فقط در زیر هود با آن کار کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی
2. 2-(هیدروکسی متیل)پیپریدین؛ چندین بار از اکتان کریستالیزه شده تا اینکه به یک پیک اصلی (>95%) در آنالیز توسط GC دست پیدا کنیم؛ در دسیکاتور نگهداری شود.
3. آمبرلیت XAD-2 (Rohm and Haas) ؛ به مدت 4 ساعت توسط استون/متیلن کلراید (50/50 حجمی) استخراج کرده و اجازه دهید به مدت 1 شب خشک شود.
4. فورفورال؛ برای حذف ناخالصی ها تقطیر شود (در حضور N2)؛ در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری شود.
5. محلول استوک کالیبراسیون، µg/µL 100 ؛ 1 گرم فورفورال را در بالن ژوژه 10 میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.
6. محلول استوک فورفورال اگزازولیدین، mg/mL 5/2 ؛ 25 گرم فورفورال اگزازولیدین را در بالن ژوژه 10 میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.
7. آب؛ دیونیزه و مقطر
8. هلیوم، خالص
9. هیدروژن، خالص
10. هوا، تصفیه شده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 10و قطر داخلی mm 4؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش 2-(هیدروکسی متیل)پیپریدین پوشیده شده با XAD-2 [قسمت جلویی (جاذب): mg 120، قسمت عقبی (پشتیبان): mg 60]. بخش جاذب توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده و از قسمت پشتیبان جدا شده است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی L/min1/0 نباید از Pa 756 بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (Supelco ORBO 23 یا انواع مشابه).
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 05/0 – 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، 4 میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلاستیک و درپوش غشایی خودبند
5. حمام اولتراسونیک
6. بالن ژوژه 10، 25 و 50 میلی لیتری
7. پیپت 1 و 2 و 10 میلی لیتری
8. پیپت مصرفی، 2 میلی لیتری
9. سرنگ های 10 (با درجه بندی 1/0 میکرولیتری) ، 25و 50 میکرولیتری
10. سوهان
11. بشر 50 میلی لیتری
12. همزن مغناطیسی
13. بالن 100 میلی لیتری
14. سیستم استخراج سوکسله
15. کوره خلا
16. 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 05/0 – 01/0 برای عبور حجم هوای 1 تا 12 لیتر انجام دهید.

نکته: در حین نمونه برداری، فورفورال برای تشکیل یک ترکیب اشتقاقی با 2-(هیدروکسی متیل)پیپریدین واکنش می دهد. دبی نمونه برداری به علت سرعت این واکنش محدود شده است. اگر از دبی بالاتر از L/min 05/0 استفاده کنید ممکن است نمونه نشت کند.  |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش عقبی لوله (پشتیبان) را به همراه لایه پشم شیشه در ویال قرار دهید.
2. محتوی بخش جلویی لوله (جاذب) را به همراه لایه پشم شیشه باقیمانده در ویال دیگری قرار دهید.
3. mL 2 تولوئن را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.
4. ویال ها را به مدت 30 دقیقه در حمام اولتراسونیک تکان دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. محلول استاندارد اگزازولیدین را آماده کنید.
* مقدار مشخصی از فورفورال اگزازولیدین را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.
* برای تعیی کیفی پیک ماده اشتقاقی، محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 16 تا 640 میکروگرم فورفورال را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* بخش های120 میلی گرمی جاذب استفاده نشده را وزن کرده و به ویالهای جداگانه ای انتقال دهید.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد فورفورال را به ویال ها اضافه کرده و آن را به مدت یک شب در دمای اتاق رها کنید.
* محلول فوق را واجذب کرده (مراحل 3 -1 آماده سازی) و به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم فورفورال).
1. سه spike شاهد 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 1 میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): مشتق اگزازولیدین فورفورال
* جداساز: mL 2 تولوئن
* حجم تزریق: µL 1
* دمای تزریق: C ْ 250
* دمای آشکارساز:C ْ 280
* دمای ستون: C ْ 70 (1دقیقه)، C ْ 20 در دقیقه افزوده شود، 2 دقیقه در C ْ 290 حفظ شود
* گاز حامل: هلیوم (cm/sec 30)
* زمان ماند برای مشتق اگزازولیدین فورفورال: 5 و 3/5 دقیقه
* ستون: DB-5

نکته1: اگر مقدار اگزازولیدین بیشتر از ظرفیت ستون بود، با تولوئن رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مجموع 2 مساحت پیک آنالیت را محاسبه کنید.

نکته: در ستون گازکروماتوگرافی DB-5، مشتق اگزازولیدین فورفورال 2 پیک می دهد. |
| **مداخله گرها**: - |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg فورفورال موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله جاذب 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) آکرولئین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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