|  |  |
| --- | --- |
| **دی اتیل آمین** | **Diethylamine** |
| **فرمول شیمیایی**: (C2H5)2NH**وزن مولکولی**: 14/73 | **CAS** : 109-89-7**RTECS** : HZ8750000 |
| **اسامی مترادف**: n-n-دی اتامین؛ n-اتیل اتانامین؛ DEA |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 5/55 ؛ نقطه ذوب ˚c 50- ؛ فشار بخار mmHg 195 (kPa 9/25) در ˚c 20 ؛دانسیته g/mL 708/0 در ˚c 20؛ گستره انفجار 8/1% تا 1/10% حجمی در هوا |
| **حدمجاز**: **OSHA**:25ppm **NIOSH:** 10 ppm,25ppm STEL **ACGIH**:5 ppm(skin),15ppm STEL  |
| **احتیاطات ویژه**: دی اتیل آمین بسیار قابل انفجار است و بوی شدید آمونیاکی دارد. می تواند موجب بروز آسیب جدی در چشم شود و همچنین به راحتی از طریق پوست جذب می شود. اسید سولفوریک بسیار خورنده بوده و هیدروکسید پتاسیم نیز سوزش آور است. هموارده در زیر هود با این ترکیبات کار کنید و از پوشش های حفاظتی مناسب مانند دستکش، عینک ایمنی و روپوش آزمایشگاه استفاده کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. اسید سولفوریک 1 مولار؛ در محلول آبی 10% متانول (10% متانول + 90% آب)
2. محلول هیدروکسید پتاسیم (KOH) 3/0 مولار
3. دی اتیل آمین، با بالاترین خلوص؛ به صورت محلول آبی 40% در بازار موجود است (محصول کمپانی Aldrich یا انواع مشابه آن)
4. محلول استوک کالیبراسیون ؛ 1 میلی لیتر دی اتیل آمین را با آب مقطر به حجم 10 میلی لیتر برسانید. غلظت آن را از طریق تیتراسیون توسط اسید سولفوریک بررسی کنید.
5. نیتروژن، خالص
6. هیدروژن، خالص
7. هوا، تصفیه شده و فشرده
 |
| **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 20/40 مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی: mg 150، قسمت عقبی: mg 75) یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله قرار گرفته و یک لایه فوم اورتان نیز بخش عقبی محتوی لوله جدا کرده و آن را ثابت نگه می دارد. لوله ها در بازار موجود می باشند.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 1 – 01/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. کیسه های یخ
4. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
5. ویال های شیشه ای، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
6. سرنگ های 1، 10و 20 میکرولیتری
7. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
8. پیپت 5/0، 1 ، 2 و 10 میلی لیتری
9. حمام اولتراسونیک
10. سوهان
11. انبرک
 |
| **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 – 01/0 برای عبور حجم هوای 3 تا 30 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با کیسه های یخ 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 را بهمراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 از اسید سولفوریک 1/0 مولار در محلول آبی متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.
3. ویال ها را به مدت 3 ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.

نکته: آب حمام اولتراسونیک ممکن است در طول مدت جداسازی تا ˚c 60 – 50 گرم شود. بنابراین برای جلوگیری از تبخیر نمونه لازم است درپوش ویال ها را محکم ببندبد.1. محلول های نمونه را به صورت زیر خنثی سازی کنید:

 چند دقیقه منتظر بمانید تا سیلیکاژل ته نشین شود. سپس 500 میکرولیتر از مایع شناور را به یک ویال تمیز انتقال داده و 500 میکرولیتر هیدروکسید پتاسیم 3/0 مولار به آن اضاف کنید (PH محلول باید از 10 بالاتر باشد). محلول ها را فورا مورد آنالیز قرار دهید (طبق مراحل 3-1 اندازه گیری)نکته: برای جلوگیری از هدر رفتن نمونه مطمئن شوید که در هنگام اضافه کردن KOH سیلیکاژل در محلول نباشد. |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی در گستره ی مورد نظر کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد دی اتیل آمین یا محلول رقیق شده آن در n-هگزان را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری توسط اسید سولفوریک 1/0 مولار در محلول آبی متانول به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
* محلول ها را مانند مرحله 4 آماده سازی خنثی کنید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1-3 اندازه گیری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم دی اتیل آمین).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره غلظت مورد نظر، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی را به همراه شاهدها آماده کنید.
* مقدار مشخصی از سیلیکاژل بخش جلویی لوله نمونه بردار را به یک ویال انتقال دهید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (1 تا 20 میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون دی اتیل آمین یا محلول رقیق شده آن را مستقیما به سیلیکاژل تزریق کنید.
* درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* محلول های فوق را واجذب کرده و عمل خنثی سازی را انجام دهید (مراحل 2-4 آماده سازی)
* محلول را به همراه استانداردهای کاربردی و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1-3 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم دی اتیل آمین 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 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): دی اتیل آمین
* جداساز: mL 1 محلول رقیق شده اسید سولفوریک در محلول آبی 10% متانول
* دمای تزریق: C ْ 160
* دمای آشکارساز:C ْ 200
* دمای ستون: C ْ 70
* گاز حامل: نیتروژن (mL/min 30)
* ستون: شیشه ای
1. مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد. پیک متانول می تواند در غلظت های کم دی اتیل آمین ایجاد تداخل کند. |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی اتیل آمین 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) دی اتیل آمین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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