|  |  |
| --- | --- |
| **جوهر چوب** | **wood spirit** |
| **فرمول شیمیایی**: CH3OH**وزن مولکولی**: 04/32 | **CAS** : 67-56-1**RTECS** : PC1400000 |
| **اسامی مترادف**: متیل الکل؛ الکل چوب؛ کربینول؛ نفت چوب؛ متانول |
| **ویژگی ها**:نقطه جوش ˚c 5/64 ؛فشار بخار mmHg 115 (kPa 3/15) در ˚c 25 ؛ دانسیته g/mL 792/0 در ˚c 20؛ گستره انفجار 6% تا 36% حجمی در هوا |
| **حدمجاز**: **OSHA**:200 ppm **NIOSH**: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin)  **ACGIH**: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin) Note: 1 ppm = 1.310 mg/m3 @ NTP  |
| **احتیاطات ویژه**: جوهر چوب قابل اشتعال است و خطر بالایی از نظر انفجار و اشتعال دارد. همچنین سمیت متوسطی از راه تنفسی و گوارشی دارد. ایزوپروپانول نیز قابل اشتعال است و خطر حریق آن بالاست. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود با این ترکیبات کار کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. متانول ، با خلوص آزمایشگاهی
2. آب؛ مقطر و تصفیه شده
3. ایزوپروپانول؛ با خلوص آزمایشگاهی
4. هلیوم، خالص
5. هیدروژن، خالص
6. هوای، تصفیه شده
7. محلول جداسازی؛ 5% ایزوپروپانول در 95% آب مقطر
8. محلول مادر کالیبراسیون، µg/µL 2؛ 3/25 میکرولیتر جوهر چوب را به 10 میلی لیتر محلول جداسازی اضافه کنید.
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله سیلیکاژل، با طول cm 7، قطر خارجی mm 6 و قطر داخلی mm 4؛ که انتهاهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش 20/40 مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی: mg 100، قسمت عقبی: mg 50) که توسط یک لایه 2میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه 4 میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در شرایط رطوبت نسبی بالا یا تراکم بالای جوهر چوب از لوله های بزرگتر با شرایط زیر استفاده کنید:طول cm 15 و قطر داخلی mm 8، حاوی سه بخش سیلیکاژل (700، 150 و 150 میلی گرم)1. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 02/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
2. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین RTX-35
3. حمام اولتراسونیک
4. ویال های نمونه گیر خودگار، با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های میکرولیتری؛ 10 میکرولیتر و اندازه های مناسب دیگر 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 – 02/0 برای عبور حجم هوای 1 تا 5 لیتر انجام دهید.
4. درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و آن را به 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 ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (95/5) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فورا ببندید.
3. برای کمک به جداسازی نمونه ویال ها را به مدت 30 تا 60 دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید. سه جفت استاندارد (2 تایی) باید گستره بین حد آشکارسازی (LOD= 0.7 µg) تا حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (95/5) 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 یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم جوهر چوب).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه اصلی و شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* به منظور برقراری تعادل چند دقیقه منتظر بمانید سپس 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 محلول های استاندارد کاربردی و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم جوهر چوب 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): جوهر چوب
* جداساز: mL 1 ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (95/5)
* دمای تزریق: C ْ 250
* دمای آشکارساز:C ْ 300
* دمای ستون: C ْ 50 تا C ْ 90 (C/min ْ 8)
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 6/2)
* ستون: موئین؛ Rtx-35 ، فیلم 3 میکرومتری (35% دی فیل پلی سیلوزان – 65% دی متیل پلی سیلوزان) یا انواع مشابه

نکته1: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (95/5) رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**:مداخله گر خاصی شناسایی نشده است. با این حال هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه جوهر چوب باشد می تواند ایجاد تداخل کند.  |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) جوهر چوب 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) جوهر چوب در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{\left( W\_{f}+ W\_{b}- B\_{f}- B\_{b} \right)}{V} , mg/m^{3}$$NOTE: μg/L = mg/m3 |