|  |  |
| --- | --- |
| **تتراهیدروفوران** | **tetrahydrofuran** |
| **فرمول شیمیایی**: C4H8O**وزن مولکولی**: 11/72 | **CAS** : 109-99-9**RTECS** : LU5950000 |
| **اسامی مترادف**: دی اتیلن اکساید؛ THF |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 66 ؛ نقطه ذوب ˚c 108- ؛ فشار بخار mmHg 145 (kPa 3/19) در ˚c 20 ؛ دانسیته g/mL 886/0 در ˚c 20؛ گستره انفجار 2 تا 8/11 درصد حجمی در هوا |
| **حدمجاز**: **OSHA**:200 ppm **NIOSH**: 200 ppm; 250 ppm STEL  **ACGIH**: 200 ppm; 250 ppm STEL  |
| **احتیاطات ویژه**: تتراهیدروفوران و کربن دی سولفید سمی بوده و شدیدا قابل انفجار هستند (نقطه اشتعال به ترتیب 17- و 30- درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود دارای سیستم تهویه مناسب با آنها کار کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. کربن دی سولفید؛ خلوص کروماتوگرافی
2. تتراهیدروفوران؛ خلوص آزمایشگاهی
3. نیتروژن، خالص
4. هیدروژن، خالص
5. 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 ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: mg 100، قسمت عقبی: mg 50) که توسط یک لایه 2میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه 3 میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی L/min1 نباید از kPa 4/3 بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 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، 1 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 5/0 میلی لیتری
 |
| **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 – 01/0 برای عبور حجم هوای 1 تا 9 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت 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 و فوم را دور بیندازید.
2. mL 5/0 کربن دی سولفید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
3. ویال ها را به مدت 30 دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 05/0 تا 13 میلی گرم تتراهیدروفوران را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از تتراهیدروفوران را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با کربن دی سولفید برای تهیه غلظت های در گستره mg/mL 26 – 1/0 تتراهیدروفوران به حجم برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم تتراهیدروفوران).
1. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله 1 کالیبراسیون). سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (1 تا 20 میکرولیتر) از تتراهیدروفوران یا محلول استاندارد تتراهیدروفوران در کربن دی سولفید 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 میلی گرم تتراهیدروفوران 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): تتراهیدروفوران
* جداساز: mL 5/0 کربن دی سولفید
* حجم تزریق: µL 5
* دمای تزریق: C ْ 190
* دمای آشکارساز:C ْ 250
* دمای ستون: C ْ 185
* گاز حامل: نیتروژن (mL/min 30)
* ستون: فولاد ضدزنگ

نکته1: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: در رطوبت های بالا ممکن است ظرفیت نمونه بردار کاهش یافته و در غلظت های پایین تر شاهد نشت نمونه باشید. ممکن است ستون برای تعداد زیاد نمونه ها مناسب نباشد. کربن دی سولفید برخی از پلیمرهای متخلخل را در خود حل می کند.  |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) تتراهیدروفوران 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) تتراهیدروفوران در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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