|  |  |
| --- | --- |
| **تری اتیلن گلیکول** | **Triethylene glycol** |
| **فرمول شیمیایی**: C6H14O4**وزن مولکولی**: 17/150 | **CAS** : 112-27-6**RTECS** : YE4550000 |
| **اسامی مترادف**: - |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 285 ؛ فشار بخار کمتر از mmHg 001/0 در ˚c 20 ؛دانسیته g/mL 125/1 در ˚c 20 ؛ گستره انفجار 9/0 تا 2/9 % حجمی در هوا؛ FP= -5 ˚C؛ nD =1.455 |
| **حدمجاز**: **-**  |
| **احتیاطات ویژه**: استنشاق میست تری اتیلن گلیکول موجب تحریک تنفسی، کوتاه شدن نفس و سرفه می شود. متانول قابل انفجار بوده و شدیدا خطر حریق دارد. همیشه در زیر هود با این ترکیبات کار کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. تری اتیلن گلیکول؛ خلوص آزمایشگاهی
2. متانول ؛ خلوص کروماتوگرافی
3. محلول استوک کالیبراسیون ، mg/mL 10 ؛ مقداری از تری اتیلن گلیکول را وزن کرده و در متانول حل کنید.
4. هیدروژن، خالص
5. هلیوم، خالص
6. هوا، تصفیه شده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله XAD-7 OVS ، با قطر خارجی mm 13 ؛ حاوی دو بخش XAD-7 (قسمت جلویی: mg200، قسمت عقبی: mg 100) که توسط یک لایه فوم پلی اورتان از هم جدا شده. یک لایه فایبرگلاس مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم پلی اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc., #226-57).
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2 – 5/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
4. حمام التراسونیک
5. ویال های اتوسمپلر با درپوش پیچ دار PTFE
6. ویال 4 میلی لیتری با درپوش پیچ دار
7. سرنگ های 10 میکرولیتری و سایر اندازه های مناسب در صورت نیاز؛ با درجه بندی 1/0 میکرولیتری
8. بالن ژوژه در اندازه های مختلف
9. 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 درپوش دو طرف نمونه بردار را سریعا برداشته 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 – 5/0 برای عبور حجم هوای 5 تا 60 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت در بسته های یخ خشک برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش جلویی نمونه بردار و لایه فایبرگلاس را در ویال 4 میلی لیتری با درپوش پیچ دار قرار دهید. بخش عقبی لوله را در ویال جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.
2. mL 2 متانول به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
3. برای تسهیل عمل واجذب ویال ها را به مدت 30 دقیقه در حمام اولتراسونیک تکان 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 باید گستره حدآشکارسازی (LOD=14 µg/sample) تا حد کمی سازی (LOQ=42 µg/sample) را پوشش دهد.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد تری اتیلن گلیکول را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با متانول 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 میکرو گرم تری اتیلن گلیکول).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد لوله OVS مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.
* سه لوله نمونه بردار برای هر 6 غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را مستقیما به فیلتر لوله OVS تزریق کنید. به مدت 60 دقیقه هوا را با دبی L/min 1 از نمونه بردار عبور دهید.
* درپوش لوله ها 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 استانداردها و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم تری اتیلن گلیکول 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 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): تری اتیلن گلیکول
* جداساز: mL 2 متانول
* دمای تزریق: C ْ 250
* دمای آشکارساز:C ْ 300
* دمای ستون: C ْ 40 (C/min ْ 8) تا C ْ 230
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 6/2 – 4/2)
* ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (Rtx-35)

نکته1: اگر سطح پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول 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. |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) تری اتیلن گلیکول 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) تری اتیلن گلیکول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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