|  |  |
| --- | --- |
| **تری برمومتان** | **tribromomethane** |
| **فرمول شیمیایی**: CHBr3**وزن مولکولی**: 252/75 | **CAS** : 75-25-2**RTECS** : PB5600000 |
| **اسامی مترادف**: برموفرم |
| **ویژگی ها**: مایع؛ دانسیته 887/2 ؛ نقطه جوش ˚c 148 ؛ غیرقابل اشتعال |
| **حدمجاز**: **NIOSH**:0.5 ppm (skin); **ACGIH**: 0.5 ppm (skin); **OSHA**: 0.5 ppm (skin)  |
| **احتیاطات ویژه**: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد (c ْ 30- = نقطه اشتعال)، و فقط در زیر هود با آن کار کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. کربن دی سولفید، برای کروماتوگرافی
2. آنالیت (تری برمومتان)، معرف
3. نیتروژن یا هلیوم تصفیه شده
4. هیدروژن پیش تصفیه شده
5. هوای تصفیه شده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، 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 35 و 60 مشی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در c ْ600 (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 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 (به عنوان مثال SKC#226-01, Lot#2000 و انواع مشابه).
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. شیشه های نمونه (ویال) 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
6. سرنگ های کوچک 10 میکرولیتری تا 1 میلی لیتری، با درجه بندی 1/0 میکرولیتری.
7. پیپت 2 میلی لیتری، به همراه pipet bulb
 |
| **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 70-4 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را 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 که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود.
2. mL 1/0 کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
3. ویال ها را به مدت 30 دقیقه در همزن قرار دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی کمتر از حدآشکارسازی (LOD=6) تا 10برابر حدکمی سازی (LOQ=19.3) یا بیشتر از آن (در صورت لزوم) را پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از تری برمومتان یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم تری برمومتان)
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر مقدار از زغال فعال که در نمونه برداری استفاده می شود تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* محتوی بخش عقبی لوله را از نمونه بردار شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (2 تا 20 میکرولیتر) از تری برمومتان خالص یا محلول استاندارد را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* محلول های استاندارد را جداسازی کرده (مراحل 1-3 آماده سازی) و با هم مورد آنالیز قرار دهید.
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکروگرم تری برمومتان بازیافت شده ترسیم کنید.
1. سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی 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): تری برمومتان
* جداساز: mL 1 کربن دی سولفید
* دمای تزریق:C ْ200
* دمای آشکارساز:C ْ250
* گاز حامل: هلیوم
* ستون: موئین،سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی mm 32/0
* نکته: 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**:مداخله گری شناسایی نشده اما از آنجایی مقداری از تری برمومتان جذب نمونه بردار می شود بنابراین احتمال تداخل وجود دارد. برای رفع مشکل تداخل انتخاب ستون های موئین یا پارامترهای تجزیه ای را می توان اصلاح کرد. |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب) تری برمومتان موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را محاسبه کنید.
2. محاسبه غلظت (C) تری برمومتان در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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