|  |  |
| --- | --- |
| **"2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر"** | **2,4-D, 2-Ethylhexyl ester** |
| **فرمول شیمیایی**: C16H22Cl2O3**وزن مولکولی**: 25/333 | **CAS** : 1928-43-4**RTECS** : - |
| **اسامی دیگر:** 2,4-2,4-Dichlorophenoxyacetic acid, 2-ethylhexylester**ساختارمولکولی:** |
|  |
| **حدمجاز**: **OSHA**: - **NIOSH**: - **ACGIH**: -  |
| **احتیاطات ویژه**: دیازومتان سرطانزا ، بینهایت سمی و شدیدا محرک است. دیازومتان تحت برخی از شرایط قابل انفجار است. آن را در معرض دمای بالاتر از ˚c 90 قرار ندهید. از سطوح زبر استفاده نکنید؛ از لوله های شیشه ای صیقل داده شده و یا تفلون استفاده کنید. محلول ها را در معرض نور شدید قرار ندهید. محلول های رقیق را در دمای صفر درجه سانتیگراد نگهداری کنید و آن را در زیر هود آماده کنید. از تماس پوستی با "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" و دیازالد بپرهیزید. از تماس پوستی با محلول ها بپرهیزید و آنها را در معرض شعله مستقیم قرار ندهید. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و کار با این ترکیبات را در زیر هود دارای تهویه مناسب انجام دهید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر"
2. متانول؛ با خلوص آنالیز علف کش ها
3. متیل تی- بوتیل اتر؛ با خلوص آنالیز علف کش ها
4. حلال جداسازی؛ 10 میلی لیتر از متانول را وارد بالن ژوژه 100 میلی لیتری کرده و با متیل تی- بوتیل اتر به حجم برسانید.
5. دیازالد (ان-متیل-ان-نیتروزو- پی- تولوئن سولفونامید)
6. سیلیسیک اسید؛ 100 مش
7. دیازومتان؛ معرف اشتقاقی
8. محلول های استوک "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" ؛ محلول های استوک استاندارد "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" را در حلال جداسازی آماده کنید.

نکته: "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" حداقل تا mg/mL 1 قابل انحلال است. 1. محلول استوک کالیبراسیون؛ مقدار مناسبی از محلول استوک "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" را با حلال جداسازی تا حجم معینی رقیق کنید.
2. گاز های خالص؛ هلیوم، آرگون حاوی 5% متان، یا نیتروژن
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول mm 50، قطر خارجی mm 13 و قطر داخلی mm 11 که درامتداد انتهای خروجی آن به یک لوله با طول mm 25 و قطر خارجی mm 6 تعبیه شده است (شکل 1). بخش بزرگتر لوله حاوی 270 میلی گرم جاذب XAD-2 20 یا 60 مشی در قسمت جلویی است که توسط یک فیلتر فیبر کوارتز 11 میلی متری و حلقه پلی تترا فلوئورواتیلن (PTFE) در قسمت ورودی و یک لایه کوچک فوم پلی اورتان در انتهای آن، در محل خود نگه داشته شده است. بخش عقبی لوله حاوی 140 میلی گرم جاذب XAD-2 است که توسط یک لایه طویل فوم پلی اورتان در محل خود نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC, Inc. Cat. No. 226-58).
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 1 – 2/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
3. دستگاه گازکروماتوگراف با آشکارساز جذب الکترونی (GC/ECD)، ثبت کننده نمودار و ستون.
4. ویال های شیشه ای 2، 4، و 1 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های 1و 5 میلی لیتری؛ 50 و 100 میکرولیتری در صورت نیاز
6. بالن ژوژه 2، 5، 10، 25، 50، و 100 میلی لیتری برای آماده سازی استانداردهای کاربردی و محلول ها
7. انبرک
8. فیلترهای PTFE سرنگی با پورسایز µm 45/0 (Gelman Sciences یا انواع مشابه)
9. سرنگ های 1، 5/2، یا 5 میکرولیتری
10. تکان دهنده (Shaker) دارای پایه
 |
| **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. نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی قرار گیرد، به طوری که قسمت بزرگتر آن به سمت پایین باشد.
3. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 1 – 2/0 برای عبور حجم هوای 12 تا 480 لیتر انجام دهید.
4. دو طرف نمونه بردار را با درپوش پلاستیکی بسته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. درپوش انتهای بزرگتر نمونه بردار را برداشته و حلقه PTFE را خارج کنید؛ با دقت فیلتر و رزین XAD-2 بخش جلویی را به یک ویال 4 میلی لیتری منتقل کنید. لایه کوچک فوم پلی اورتان را به همراه رزین XAD-2 بخش عقبی به ویال 4 میلی لیتری دیگری منتقل کننید.
2. با استفاده از سرنگ 5 میلی لیتری یا پیپت 2 میلی لیتری، 2 میلی لیتر از معرف اشتقاقی دیازومتان را به هر ویال اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید. توسط تکان دهنده با سرعت 5 تا 10 دور بر دقیقه، محتوی ویال ها را به مدت حداقل 1 ساعت با هم ترکیب کنید.
3. تقریبا 10 میلی گرم سیلیسیک اسید را به محلول اضافه کرده، تکان داده، و به مدت 1 ساعت آن را رها کنید.
4. بخشی از محلول را از فیلتر PTFE 45/0 میکرومتری عبور داده و به ویال 2 میلی لیتری گازکروماتوگرافی یا ویال GC با حجم محدود منتقل کنید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی روش آنالیز را برای "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" پوشش دهد کالیبره کنید. 3 جفت استاندارد باید گستره ی بین حد آشکارسازی (LOD) و حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد.
* مقادیر مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در یک بالن ژوژه به معرف اشتقاقی دیازومتان اضافه کرده و به مدت 1 ساعت رها کنید. یک شاهد کالیبراسیون از محلول معرف اشتقاقی دیازومتان unspike را آماده کنید.
* 10 میلی گرم سیلیسیک اسید را به هر ویال اضافه کرده و یک ساعت دیگر آن را رها کنید.
* محتوی ویال را از یک فیلتر سرنگی 45/0 میکرومتری عبور داده و به ویال GC منتقل کنید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی وشاهد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1 و 2 اندازه گیری)
* منحنی کالیبراسیون را ترسیم کنید (ارتفاع یا مساحت پیک در برابر میکروگرم "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر")
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله های مورد استفاده تعیین کنید. محلول های کنترل کیفی "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" که در حلال جداسازی آماده شده است، باید در غلظت هایی که گستره آنالیز را پوشش دهد آماده شده باشند. 3 نمونه بردار برای هر 6 غلظت مورد نظر بعلاوه 3 شاهد آماده کنید.
* بخش عقبی جاذب را در لوله های نمونه بردار اصلی و شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
* درپوش انتهای قسمت بزرگتر لوله نمونه بردار را بردارید. حلقه PTFE را برای جلوگیری از بدام افتادن محلول در زیر آن بیرون بکشید. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را بر روی لایه فیلتر فیبر کوارتز اضافه کنید. به مدت 1 ساعت هوا را با دبی L/min 1-2/0 از لوله عبور دهید.
* نمونه ها را جداسازی کرده (مراحل 1تا 4 آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی وشاهدها مورد آنالیز قرار دهید(مراحل 1و 2 اندازه گیری).
* یک منحنی از راندمان جداسازی در برابر میکروگرم "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" 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**:* دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس 2 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): "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر"
* جداساز: mL 2 از مخلوط متانول (10%) و متیل تی- بوتیل اتر (90%) (با دیازومتان)
* حجم تزریق: µL2
* دمای تزریق:C ْ270
* دمای آشکارساز:C ْ300
* دمای ستون:1 دقیقه درC ْ90؛ ˚c/min 35 تا ˚c 160؛˚c/min 3 تا ˚c 230؛ 9 دقیقه حفظ شود
* زمان ماند "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" (برای ستون OB-5): 38/24 دقیقه
* گاز حامل: هلیوم، mL/min 1
* ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده (OB-5 یا انواع مشابه)

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.1. ارتفاع یا مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: به علت حساسیت بالای آشکار ساز جذب الکترونی، مداخله گرهای احتمالی زیادی می توانند وجود داشته باشند. مداخله گرهای تایید شده شامل نرم کننده ها (مانند دی بوتیل فتالات)، اسیدهای چرب متیله (مداخله ی منفی)، فنول ها، آنتی اکسیدان ها، و سایر افزودنی ها (مانند BHT)، همه ی ترکیبات آلی فرّار یا نیمه فرّار هالوژنه یا نیتراته، ترکیبات ارگانوفسفره، و سایر آفت کش ها هستند. مواد افزودنی افشانه های کشاورزی، از قبیل حلال ها، امولسیون کننده ها، مرطوب کننده ها، محصولات ته نشینی، و کودهای شیمیایی (مانند اسیدهای چرب و اوره) می توانند ایجاد تداخل جدی کنند. تثبیت ثانویه ستون مطلوب است . مقادیر زمینه موجود در لوله های جاذب مختلف ممکن است با یکدیگر تفاوت داشته باشد، و این مسئله موجب ایجاد تداخل در غلظت های پایین تر می شود. |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. 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) "2، 4-D، 2-اتیل هگزیل استر" در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

**شکل 1- نمونه بردار OVS**

