|  |  |
| --- | --- |
| **آلیل گلیسیدیل اتر** | **Allyl Glycidyl Ether** |
| **فرمول شیمیایی**: CH2=CHCH2OCH2CH(O)CH2**وزن مولکولی**:14/114 | **CAS** : 106-92-3**RTECS** : RR0875000 |
| **اسامی مترادف**:1-آلیل اُکسی-2،3-هپوکسی پروپان؛ ((2-پروپنیل اوکسی)متیل)اُکسیران ؛ AGE  |
| **ویژگی ها:** مایع؛دانسیته 97/0 گرم برلیتر درC ْ20؛ نقطه جوشC ْ 154؛ فشار بخار kPa63/0(mmHg,0.62% 7/4) در دمایC ْ 20  |
| **حدمجاز**: **OSHA :** 10 ppm C **NIOSH:** 5 ppm; 10 ppm STEL (skin)**ACGIH:** 5 ppm; 10 ppm STEL (skin)  |
| **احتیاطات ویژه**: آلیل گلیسیدیل اتر قابل اشتعال است (C ْ 57 = نقطه اشتعال) و محرک قوی چشم و محرک خفیف پوست می باشد. دی اتیل اتر به لحاظ حریق و انفجار بسیار خطرناک بوده (C ْ 45- = نقطه اشتعال) و ممکن است هنگام ذخیره سازی پروکسیدهای انفجاری آزاد کند. کار با این مواد باید درزیر هود انجام گیرد. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. آلیل گلیسیدیل اتر ، معرف
2. دی اتیل اتر بدون آب، حاوی تقریبا mg/mL 1/0 ایزوآمیل الکل یا استاندارد داخلی مناسب دیگر
3. هگزان
4. نیتروژن خالص
5. هیدروژن خالص
6. هوای فشرده خالص
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله از جنس بوروسیلیکات، با طول cm 10، قطر خارجی mm 8 و قطر داخلی mm 6؛ که انتهاهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش 35 و 60 مشی تناکس گازکروماتوگرافی (قسمت جلویی: mg 100، قسمت عقبی: mg 50) که توسط یک لایه فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه ی سیلان شده که توسط فنر فلزی ثابت شده 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.
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) با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های کوچک 10 میکرولیتری و با اندازه مناسب جهت رقیق سازی
6. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
7. پیپت 2 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 – 02/0 برای عبور حجم هوای 5/1 تا 8 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 و فوم را دور بیندازید.
2. mL 2 دی اتیل اتر 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 10 تا 800 میکرو گرم آلیل گلیسیدیل اتر را درهر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از آلیل گلیسیدیل اتر را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با دی اتیل اتر به حجم 10 میلی لیتر برسانید. در صورت لزوم برای غلظت های پایین تر رقیق سازی مرحله ای را بکار گیرید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک آلیل گلیسیدیل اتر به مساحت پیک استاندارد داخلی، در برابر میکروگرم آلیل گلیسیدیل اتر در mL 2)
1. حداقل سالی یک بار راندمان جداسازی (DE) را برای هر بخش از تناکس که در نمونه برداری استفاده می شود تعیین کنید. همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی تعیین کنید.
* بخش جلویی لوله ی نمونه بردار شاهد را به یک ویال 5 میلی لیتری انتقال دهید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (1 تا 10 میکرولیتر) از آلیل گلیسیدیل اتر یا محلول استاندارد آلیل گلیسیدیل اتر در هگزان را مستقیما به داخل ویال تزریق کنید.

نکته: به منظور تعیین راندمان جداسازی، محلول استاندارد نباید حاوی استاندارد داخلی باشد.* 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 مورد آنالیز قرار دهید.
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکروگرم آلیل گلیسیدیل اتر بازیافت شده ترسیم کنید.
1. سه شاهد و سه spikes نمونه 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): آلیل گلیسیدیل اتر
* جداساز: mL 2 دی اتیل اتر
* دمای تزریق:C ْ200
* دمای آشکارساز:C ْ280
* دمای ستون:C ْ150
* حجم تزریق: µL2
* گاز حامل: نیتروژن N2
* ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی mm 2/3

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، بخشی از مایع را با دی اتیل اتر رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت های پیک را محاسبه کنید. در هر کروماتوگرام سطح پیک آلیل گلیسیدیل اتر را بر سطح پیک استاندارد داخلی تقسیم کنید.
 |
| **مداخله گرها**: - |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جداسازی) آلیل گلیسیدیل اترموجود 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) اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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