|  |  |
| --- | --- |
| **"هگزامتیل دی ایزوسیانات"** | **hexamethylene diisocyanate** |
| **فرمول شیمیایی**: OCN(CH2)6NCO**وزن مولکولی**: 2/168 | **CAS** : 822-06-0**RTECS** : MO1740000 |
| **اسامی مترادف**: HDI |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 255 ؛ فشار بخار mmHg 05/0 (Pa 7) در ˚c 25؛ دانسیته g/mL 04/1 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:- **NIOSH**: 35 µg/m3, 140 µg/m3 C (10min) **ACGIH**: 34 µg/m3  |
| **احتیاطات ویژه**: "هگزامتیل دی ایزوسیانات" تحریک کننده سیستم تنفسی است. مشتقات و استانداردها را در زیر هود آماده کنید. دی متیل سولفاکسید به آسانی توسط پوست جذب می شود. زمانی که با حلال ها و نمونه ها کار می کنید از دستکش لاتکس نئوپرن استفاده کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. آب مقطر دیونیزه
2. استونیتریل؛ خلوص HPLC
3. دی متیل سولفاکسید؛ خلوص HPLC
4. سدیم استات تری هیدرات
5. استیک اسید منجمد؛ خلوص کروماتوگرافی
6. تولوئن؛ خلوص HPLC
7. N-پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی
8. پروپانول؛ خلوص کروماتوگرافی
9. محلول بافر: 4/20 گرم سدیم تری هیدرات را در 2 لیتر آب مقطر حل کنید. استیک اسید را تا رسیدن به 5/5 = PH اضافه کنید.
10. فاز متحرک؛ استونیتریل و محلول بافر
11. مدیای نمونه برداری؛ µg/mL 450
12. برای نمونه برداری در دمای محیط بیشتر از ˚F 60 : تریپتامین خالص 99%+ ، در دی متیل سولفاکسید
13. برای دمای محیط کمتر از ˚F 60 ترکیب دی متیل سولفاکسید/استونیتریل (80/20 حجمی) حاوی تریپتامین خالص 99%+

نکته: قبل از استفاده از تریپتامین آن را در استونیتریل کریستالیزه کنید (بیش از 6 ماه در دمای محیط و محل تاریک پایدار است).1. مشتق ایزوسیانات: "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین"
2. هلیوم، خالص
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: ایمپینجر میدجت حاوی 2 میلی لیتر مدیای نمونه برداری
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2 – 1 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد عالی (HPLC)، با آشکارساز فلورسانس، ثبت کننده نمودار، وستون؛ (دکتور الکتروشیمیایی برای تایید پیک های فلورسنت)
4. ویال های 20 میلی لیتری شفاف و 40 میلی لیتری کدر با درپوش پیچ دار PTFE
5. سیلندر مدرج 25 میلی لیتری
6. سرنگ های 25 میکرولیتری
7. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
8. پیپت 20 میلی لیتری
9. قیف شیشه ای
10. بالن فیلتراسیون
11. نوار درز گیری
 |
| **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. 20 میلی لیتر مدیای نمونه برداری را به یک ایمپینجر انتقال دهید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه های شاهد را از طریق اضافه کردن 20 میلی لیتر مدیای نمونه برداری به ایمپینجر آماده کنید.
3. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 2 – 1 برای عبور حجم هوای 15 تا 360 لیتر انجام دهید.
4. محلول نمونه را به یک ویال 40 میلی لیتری کدر انتقال دهید. دهانه نمونه بردار را با نوار درزگیر بپوشانید.
5. یک نمونه بالک (1 تا 2 لیتر) به همراه MSDS اجزای آن تهیه کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. بخشی از هر نمونه را به ویال اتوسمپلر HPLC منتقل کنید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره 6/0 تا 20 میکروگرم هگزامتیل دی ایزوسیانات را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* استانداردهای کاربردی حاوی µg/mL 10 – 05/0 "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین" را در مدیای نمونه برداری آماده کنید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1- 3 اندازه گیری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (پاسخ دستگاه در برابر میکروگرم بر لیتر "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین").
* 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 "هگزامتیل دی ایزوسیانات" 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 HPLC را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس 25 میکرولیتر از نمونه را به وسیله سرنگ و یا با استفاده از ویال اتوسمپلر به دستگاه تزریق کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین
* فاز متحرک: استونیتریل (40 تا 50%) / محلول بافر 6/0 درصد سدیم استات (50 تا 60%)
* ستون: فولاد ضدزنگ
1. برای تعیین فلورسانس طبیعی اجزای نمونه بالک، بخشی از نمونه بالک را به دی متیل سولفاکسید (100%) اضافه کرده و به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر نمونه بالک در دی متیل سولفاکسید نامحلول بود می توانید یک محلول استوک از نمونه بالک در حلال دیگری مانند دی کلرومتان آماده کنید و آن را به دی متیل سولفاکسید اضافه کنید.1. پاسخ فلورسانس را برای همه پیک هایی که دارای پاسخ الکتروشیمیایی هستند بدست آورید.

نکته1: اگر پاسخ پیک بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با مدیای نمونه برداری رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. |
| **مداخله گرها**: هر ماده ای که توسط مشتقات تریپتامین شسته شود می تواند ایجاد تداخل کند، مانند برخی از دی آمین ها آروماتیک |
| **محاسبات**:1. غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه و شاهد را از منحنی کالیبراسیون بدست آورید.
2. با استفاده از فرمول زیر غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات" را در حجم هوای نمونه برداری شده بدست آورید:

$$C= \frac{\left(C\_{S}V\_{S}- C\_{b}V\_{b}\right)(^{MW\_{HDI}}/\_{MW\_{HDIT}})}{V} , mg/m^{3}$$C : *غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات" بر حسب mg/m3**Cs : غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه اصلی بر حسب µg/mL**Cb : غلظت "هگزامتیل دی ایزوسیانات- تریپتامین" موجود در نمونه شاهد بر حسب µg/mL**VS : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب mL**Vb : حجم محلول نمونه شاهد بر حسب mL**MWHDI : وزن مولکولی هگزامتیل دی ایزوسیانات**MWHDIT : : وزن مولکولی هگزامتیل دی ایزوسیانات – تریپتامین، که برابر است با 64/488**V : حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر* |