|  |  |
| --- | --- |
| **هگزاهیدرومتیل فنول** | **hexahydromethylphenol** |
| **فرمول شیمیایی**: CH3C6H10OH**وزن مولکولی**: 19/114 | **CAS** : 25639-42-3**RTECS** : GW0175000 |
| **اسامی مترادف**: متیل سیکلو هگزانول ؛ هگزاهیدروکرزول |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 180- 155 ؛ فشار بخار mmHg 5/1 (kPa 2/0) در ˚c 25 ؛دانسیته g/mL 92/0 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:100 ppm **NIOSH**: 50 ppm **ACGIH**: 50 ppmNote: 1 ppm = 4.67 mg/m 3 @ NTP  |
| **احتیاطات ویژه**: هگزاهیدرومتیل فنول می تواند چشم ها و مجاری تنفسی فوقانی را تحریک کرده و همچنین موجب آسیب به کبد و کلیه شود. متیلن کلراید محرک بوده، می تواند از طریق پوست جذب شود وهمچنین مظنون به سرطانزایی است. نمونه ها را در زیر هود آماده کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. متا- متیل سیکلو هگزانول ؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
2. پارا- متیل سیکلو هگزانول ؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
3. متیلن کلراید؛ تقطیر شده
4. نیتروژن، خالص
5. هیدروژن، خالص
6. هوای، فشرده و تصفیه شده
7. محلول استاندارد مادر، mg/mL 8/14؛ µL 80 متا- متیل سیکلو هگزانول و µL 80 پارا- متیل سیکلو هگزانول را به mL 10 متیلن کلراید اضافه کنید.
 |
| **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 زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (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 3 میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله ها در دبی L/min 1 نباید از mm/Hg 25 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 پلی اتیلنی یا PTFE
3. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
4. ویال های 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های 10 میکرولیتری و اندازه های مناسب دیگر
 |
| **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 1 تا 15 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت 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 1 از متیلن کلراید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فورا 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 کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از هگزاهیدرومتیل فنول یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم 10 میلی لیتر برسانید. در صورت لزوم غلظت های مختلفی را که گستره mg/mL 10- 02/0 پوشش دهد بسازید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم هگزاهیدرومتیل فنول).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره مورد نظر، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (µL 20- 2) از ترکیب (50:50) ایزومرهای هگزاهیدرومتیل فنول را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* درپوش ویال 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 محلول های استاندارد کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم هگزاهیدرومتیل فنول 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 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): هگزاهیدرومتیل فنول
* جداساز: mL 1 متیلن کلراید
* دمای تزریق: C ْ 230
* دمای آشکارساز:C ْ 230
* دمای ستون: C ْ 140
* ستون: فولادضدزنگ

نکته1: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متیلن کلراید رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: - |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) هگزاهیدرومتیل فنول 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) هگزاهیدرومتیل فنول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{\left( W\_{f}+ W\_{b}- B\_{f}- B\_{b} \right).10^{3}}{V} , mg/m^{3}$$ |