|  |  |
| --- | --- |
|  **لپارگیلیک اسید** | **lepargylic acid** |
| **فرمول شیمیایی**: HOOC(CH2)7COOH**وزن مولکولی**: 25/188 | **CAS** : 123-99-9**RTECS** : CM1980000 |
| **اسامی مترادف**:nonanedionic acid ، 1،7-هپتان دی کربوکسیلیسک اسید، آزلایک اسید |
| **ویژگی ها**: جامد، دانسیته g/ml 225/1 در ˚c 25، نقطه ذوب ˚c 5 ، نقطه جوش > ˚c 360 (تجزیه) |
| **حدمجاز**: - |
| **احتیاطات ویژه**: پیریدین ممکن است موجب آسیب به سیستم عصبی مرکزی و تحریک پوست و مجاری تنفسی می شود. کار با آن باید در زیر هود مخصوص فیوم انجام گیرد. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. اِن، اُ-بیس (تری متیل سیلیل) تری فلوئورو-استامید (BSTFA) حاوی 1% تری متیل کلروسیلان (TMCS) که می توان آن را از توزیع کننده محصولات کروماتوگرافی تهیه کرد.

نکته: در دسیکاتور نگهداری شود.1. پیریدین، گرید خلوص طیفی
2. اتانول، گرید خلوص طیفی
3. لپارگیلیک اسید، با بالاترین خلوص موجود است.
4. هلیوم، تصفیه شده
5. هیدروژن، تصفیه شده
6. هوا، با درجه خلوص صفر
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: فیلتر غشایی PVC، با پورسایز µm 5، و قطر 37 میلی متر؛ در کاست نگهدارنده فیلتر نگهداری شود.
2. پمپ نمونه بردار فردی، L/min 3-1 ، با لوله رابط قابل انعطاف
3. گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای – یونی، رسم کننده نمودار و ستون
4. کوره خلا و هیتر
5. بالانس کننده تجزیه، mg 01/0
6. حمام آب گرم، ˚c 70
7. ویال های شیشه ای 20 میلی لیتری، با درپوش پیچ دار PTFE
8. پیپت های 1 تا 5 میلی لیتری
9. سرنگ های 10 میکرولیتری
10. انبرک، کاردک کوچک ، برگه های توزین
 |
| **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 برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 3 – 1 برای عبور حجم هوای 200 تا 1000 لیتر انجام دهید.
3. درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. فیلتر را توسط انبرک از هولدر برداشته و به ویال شیشه ای منتقل کنید. فیلتر را به آرامی به انتهای ویال هل دهید.
2. توسط پیپت 5 میلی لیتر اتانول را به داخل ویال انتقال داده و درپوش آن را ببندید.
3. ویال را به مدت 20 دقیقه در حمام آب گرم با دمای ˚c 70 قرار داده و هر 5 دقیقه یکبار آن را تکان دهید.

نکته: استفاده از حمام اولتراسونیک توصیه نمی شود، زیرا موجب انحلال فیلتر PVC می شود.1. فیلتر را توسط انبرک طوری بالا بیاورید که بالاتر از سطح اتانول در داخل ویال قرار گیرد. فیلتر را 10 بار و هر بار توسط 1 میلی لیتر اتانول شستشو داده سپس آن را دور بیندازید.
2. ویال را در کوره خلا یا هیتر با دمای 45 تا 50 درجه سانتیگراد قرار دهید و محتوی آن را تبخیر کنید تا خشک شود.
3. استخراج کنید
* 1 میلی لیتر پیریدین به ویال اضافه کرده تا قسمت باقیمانده را حل کنید.
* 1 میلی لیتر ترکیب BSTFA به ویال اضافه کرده و آن را به مدت 1 دقیقه تکان دهید.

نکته: از کار کردن در محیط مرطوب خودداری کنید، زیرا آب باعث تجزیه شدن معرف تری متیل سیلیل و مواد استخراج شده می شود.* درپوش ویال را گذاشته و آن را به مدت 20 دقیقه در حمام آب گرم با دمای ˚c 70 قرار دهید. هر 5 دقیقه یکبار ویال را تکان دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 001/0 تا 10 میلی گرم از لپارگیلیک اسید را درهر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقادیر مشخصی از لپارگیلیک اسید را وزن کرده و به ویال های علامت گذاری شده که حاوی 5 میلی لیتر اتانول می باشند، اضافه کنید.
* محتوی ویال ها تبخیر و سپس استخراج کنید (مراحل 5 و 6 آماده سازی)
* نمونه ها و شاهد را با هم آنالیز کنید (مراحل 1 و2 اندازه گیری)
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم لپارگیلیک اسید)

نکته: اگر لپارگیلیک اسید 100% خالص نبود، قبل از ترسیم منحنی کالیبراسیون جرم استانداردهای لپارگیلیک اسید را اصلاح کنید.1. میزان بازیافت لپارگیلیک اسید از فیلتر PVC را حداقل یکبار برای هر تعداد از فیلتر مورد استفاده محاسبه کنید.
* مقادیر مختلفی از لپارگیلیک اسید را وزن کنید، طوری که گستره غلظت مورد نظر ما را پوشش دهد. سپس آن را به فیلتر های PVC در ویال های شیشه ای اضافه کنید.
* همانند مراحل 2 تا 6 آماده سازی و 1و2 اندازه گیری عمل کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه های سازنده و طبق شرایط زیر تنظیم کنید و سپس 1 میکرولیتر از نمونه را به آن تزریق کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): بیس(تری متیل سیلیل)استر از لپارگیلیک اسید
* جداساز: mL 5 اتانول؛ 20 دقیقه در دمای ˚c 70 تبخیر شده تا خشک شود، سپس توسط پیریدین استخراج شده و مجددا حل می شود
* استخراج: BSTFA/TMCS در پیریدین
* دمای تزریق:C ْ250
* دمای آشکارساز:C ْ250
* دمای ستون:C ْ250-90؛ ˚c/min 6 یا ˚c 200 هم دما
* حجم تزریق: µL1
* گاز حامل: هلیوم، mL/min39
* ستون: 6% متیل سیلیکون به همراه کروموزورب 60 یا 80 مش (WAW DMCS)، با قطر داخلی mm 2
1. بعد از هر تزریق مساحت زیر پیک را تعیین کرده و میانگین آن را محاسبه کنید.

نکته: روزانه فلس های سفیدرنگی را که بر روی آشکارساز شعله ای – یونی جمع شده اند حذف کنید. |
| **مداخله گرها**:رطوبت هم معرف تری متیل سیلیل و هم موادی را که با آن استخراج شده اند، تجزیه می کند. |
| **محاسبات**:1. جرم لپارگیلیک اسید جمع آوری شده بر روی فیلتر اصلی (W) و شاهد (B) را برحسب mg توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.
2. محاسبه غلظت (C) لپارگیلیک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{W-B}{V}× 10^{3} , {mg}/{m^{3}}$$ |